N° 46-2002

#### **UNIVERSITE DE LIMOGES**

Faculté des Sciences et Techniques

Ecole Doctorale Sciences Technologies Santé Laboratoire des Sciences de l'eau et de l'environnement

### THESE

Pour obtenir le grade de

### **DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES**

Discipline : Chimie et Microbiologie de l'eau

Présentée et soutenue publiquement par

### Magali CASELLAS Ingénieur INSA Département de Génie Biochimique et Alimentaire

Le 08 Novembre 2002

### MISE EN ŒUVRE, MODELISATION, OPTIMISATION ET CONTROLE D'UN PROCEDE DISCONTINU SEQUENTIEL (SBR)

Application au traitement du carbone de l'azote, du phosphore et des matières en suspension d'eaux résiduaires urbaines

Directeurs de Thèse : Christophe DAGOT et Michel BAUDU

#### Jury

Président	M. Michel BAUDU	Professeur, Université de Limoges
<b>Rapporteurs</b> :	M <sup>me</sup> . Marie-Noëlle PONS	Directeur de recherche, INPL Nancy
	M. Nicolas ROCHE	Professeur, Université d'Aix- Marseille
Examinateurs :	M. Christophe DAGOT	Maître de conférences, Université de Limoges
	M. Jean Philippe DELGENES	Directeur de recherche, INRA de Narbonne
	M. Mathieu SPERANDIO	Maître de conférences, INSA de Toulouse
Membres invités	M. Robert LEGER	Directeur général, Société Hermex
	M. Joël ROBERT	Ingénieur, DDASS Poitiers

A mes parents et à mes grands parents, A Armandine, Clémence et Hélène mes arrières grandmères en hommage à leur vie de travail en ces terres lotoises chères à mon cœur......

### Remerciements

Voici venue l'heure de faire le bilan de ces trois années de thèse. Trois années consacrées à la recherche sans se poser d'autres questions que celles de la volonté d'accomplir le meilleur travail possible. Au moment d'adresser comme le veut la tradition mes remerciements, c'est sous forme de flash que les souvenirs me reviennent.

Octobre 1999 : arrivée au LSEE, merci au Professeur M. Baudu d'avoir accepté mon intégration dans son laboratoire, et merci à C. Dagot et R. Léger d'avoir retenu ma candidature. Le souvenir de ce jour d'octobre où j'ai intégré le « bureau des garçons » reste très présent dans ma mémoire. Thibault, Thomas, Yohan, je n'oublie pas votre accueil à l'exilée de la ville rose, merci pour ces années passées avec vous, les discussions, les rigolades, toutes les marques de sympathie que vous m'avez témoignées. Je me rappelle le bureau que vous m'aviez préparé, les gaffes de Thomas, l'esprit enjoué de Yohan et la rigueur scientifique de Thibault.

Années 2000-2001 : Le projet SBR démarre, merci à la société Hermex et à son Directeur Général R. Léger pour la confiance témoignée tout au long de ce travail et les moyens techniques et financiers mis à ma disposition.

Période Mai – Aout 2001 : Première campagne du pilote, premières larmes, premiers coups de gueule, n'est ce pas M. Blanchard ! L'histoire retiendra la réussite d'une super équipe merci Stéphanie pour ton aide à la paillasse, je n'oublie pas non plus le dévouement de Rodolphe qui fera plusieurs fois des aller / retour Limoges / Bellegarde pour me dépanner. Et bien sûr comment ne pas retenir les moments passés à batailler sur l'automatisme avec Richard. M. Blanchard, malgré nos débuts difficiles, veuillez trouver ici toute l'expression de ma sympathie et de mon estime pour votre disponibilité 24h/24. Souvenez-vous de mes coups de fil en catastrophe le samedi et le soir. Comme vous me l'avez si souvent dit « je vous ai vraiment fait faire n'importe quoi ».

2001-2002 : Les années passent, les thésards aussi, au revoir les garçons, bonjour les filles .....Michèle, Guylhaine, Carole, Hélène, puis Florence, Nathalie, Véronique, mais aussi Martin et Jérôme, je voudrais exprimer ici tout le plaisir que j'ai eu à vous côtoyer toutes ces années, merci pour votre gentillesse, votre écoute et pour les services rendus.

A Carole et Hélène en particulier, je garde un souvenir amusé de nos soirées de filles...Sans commentaires....Merci pour votre bonne humeur.....

A Hélène en particulier merci pour ton soutien indéfectible dans les bons comme dans les mauvais moments.

Hiver 2002 : Deuxième campagne du pilote, ambiance plus détendue. On arrive enfin à le dompter ce foutu pilote. N'est ce pas Richard !!!! Là encore c'est le travail d'une équipe qui paie. Merci à Jacques Zaninetti, Maître de Conférences à l'ENSIL pour son travail sur les procédures de contrôle. Merci Jacques pour ta bonne humeur, ta disponibilité et tes qualités humaines largement reconnues en ces contrées ensiliennes. Arrivée de Vincent, qui fera un excellent travail sur la déphosphatation.

Printemps été 2002 : Rédaction de la thèse, sans commentaires..., ou plutôt si un seul, merci Cyrille pour ta présence et ton soutien, merci les filles pour vos relectures, et merci Christophe pour avoir corrigé une partie de ce manuscrit sur vos vacances.

En marge de ce calendrier apparaissent les incontournables, .... mais non Christophe je ne vous oublie pas. Je garde un très bon souvenir du « duo de choc » que nous avons formé au cours de ces trois années. Que ces remerciements soient l'occasion pour moi de vous exprimer ma reconnaissance pour votre grande disponibilité, et surtout pour vos qualités humaines qui ont rendu notre collaboration très agréable au cours de ces années.

Autre constante de ce décor : l'équipe pédagogique de la filière Eau et Environnement à l'ENSIL. Je tiens tout d'abord à remercier Messieurs Garrault et Fray successivement directeurs de l'école pour m'avoir accueillie dans les locaux de l'ENSIL. Que l'équipe de la filière Eau et Environnement trouve ici toute l'expression de ma reconnaissance pour leur accueil chaleureux, leur disponibilité. Je garde de chacun d'entre vous le souvenir de personnes profondément humaines et engagées chacune dans des actions différentes. Guy Matejka, responsable de la filière, très fortement impliqué dans les relations internationales et qui voue une passion dévorante pour l'Afrique. Patrick Leprat Directeur des Etudes qui s'investit à 100% dans cette école. Geneviève Feuillade à qui j'exprime toute ma sympathie et mon admiration pour ses grandes compétences, en tant que pédagogue et chercheur. Serge Chambon, sans cesse débordant d'activité et qui pourtant n'a jamais refusé de se pencher sur les questions posées. Je n'oublie pas non plus les petites nouvelles Floriane et Géraldine qui ont su apporter leur esprit de rigueur. A Floriane en particulier merci pour ton soutien, tes conseils avisés et les nombreuses discussions que nous avons eues, saches que mon estime à ton égard va bien au delà du cadre de cette école.....A vous, tous que ces remerciements soient l'expression de ma profonde reconnaissance pour vos portes toujours ouvertes, votre gentillesse, pour faire régner une si bonne ambiance dans cette filière, malgré les coups de gueule inévitables, mais aussi pour les repas de Noël et les barbecues de fin d'année toujours dans la bonne humeur et la convivialité.

Il existe dans le parcours d'une thèse des rencontres qui bouleversent le cours des choses, qui provoquent des déclics. Pour moi ce fut la rencontre avec Marie-Noëlle PONS, Directeur de Recherche au CNRS. Je tiens à vous adresser mes plus vifs remerciements pour m'avoir consacré une partie de votre temps malgré votre emploi du temps chargé et pour m'avoir fait partager votre passion de la recherche. Je tiens à exprimer toute mon admiration pour la scientifique que vous êtes et toute ma sympathie pour votre personne.

#### 8 Novembre 2002 : Fin de l'aventure SBR, soutenance du mémoire de thèse.

Je remercie particulièrement Nicolas Roche et Marie-Noëlle Pons pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail. Que Matthieu Spérandio, Maître de Conférences à l'INSA de Toulouse trouve ici toute l'expression de ma reconnaissance pour avoir examiné ce travail et pour les remarques cosntructives faites au cours de la soutenance. Ce jury n'aurait pas été complet sans la participation d'un membre de l'INRA de Narbonne qui travaille depuis si longtemps sur ce procédé. Je remercie donc Jean Philippe Delgénès, Directeur de Recherche pour avoir accepté de participer à ce jury. Un grand merci également à Joël Robert, ingénieur de la DDASS Poitiers, pour sa présence dans ce jury, mais aussi et surtout pour nous avoir accordé son soutien en tant qu'expert délégué de l'ANVAR pour ce projet.

Avant de conclure je voudrais remercier tous ceux qui de près ou de loin ont contribué au bon déroulement de cette thèse. Je tiens particulièrement à remercier les différents stagiaires : étudiants du BTS biochimie au lycée Raoul Dautry, Stéphanie, Vincent, sans oublier Sylwia venue de Pologne et les étudiants de l'ENSIL qui ont accepté de participer aux différents projets SBR.

Je n'oublie pas non plus la famille Duchez, merci à Paul, Geneviève, Mathilde et Marie pour leur hospitalité et leur oreille attentive. Merci pour m'avoir si souvent accueillie au cours de ces années passées en Limousin.....

Un grand merci aux copines de l'INSA, Audrey, Laure, et Sophie qui, malgré la distance, ont toujours su m'encourager et me témoigner à de nombreuses reprises leur amitié.

Pour conclure, je voudrais dire aux futurs doctorants qui liront ce travail, que la thèse n'est pas un long fleuve tranquille, mais plutôt un chemin semé d'embûches, qui nécessite une motivation importante. Mais je voudrais surtout dire le plaisir que j'ai eu, malgré tout, à accomplir ce travail .....

### Résumé en français

L'optimisation du traitement des eaux urbaines nécessite la mise en place de procédés fiables et un contrôle rigoureux du fonctionnement. Dans ce cadre, le procédé discontinu séquentiel SBR (sequencing Batch reactor) consistant en la succession de phases de réaction, de décantation et de purge au cours du temps est étudié. A cette fin, une méthodologie de développement fondée sur l'exploitation de résultats de simulations mathématiques, d'expérimentations en laboratoire, d'extrapolation à pleine échelle, et de protocoles de contrôle simples mais robustes est présentée. Le simulateur de procédé de traitement de l'eau ( « Benchmark ») associe un modèle de traitement des eaux (ASM n°1 de HENZE et coll., 1986) et un modèle de décantation (TACKACS et coll., 1991). L'association de ces deux modèles permet de simuler le fonctionnement d'un système d'épuration à boues activées.

Une étude bibliographique exhaustive a permis de dégager des scénarios de fonctionnement d'un SBR susceptibles d'aboutir au traitement du carbone, de l'azote, du phosphore et des MES contenus dans une eau usée urbaine. Les différents cycles sont testés afin de dégager deux procédures : un cycles long et un cycle court.

L'utilisation du Benchmark, suite à une mise en place critique de procédures d'identification des variables d'entrée des modèles, est étendue à l'élaboration de différentes stratégies d'amélioration de l'élimination de l'azote. Cette étude, couplée à une étude expérimentale de la déphosphatation, a abouti à la définition d'un cycle de 24 heures, améliorant les cinétiques de dénitrification et mettant en exergue les problèmes liés à la variation temporelle de la charge d'entrée.

Afin d'y remédier, une méthode de contrôle et de fiabilisation du fonctionnement, fondée sur l'utilisation conjointe de trois capteurs : pH, potentiel rédox, oxygène dissous, est présentée et mise en oeuvre à l'échelle semi-industrielle.

Mots clés : SBR, Nitrification, Dénitrification, Déphosphatation, Modélisation (ASM1 et Takacs), Contrôle (pH, potentiel rédox, oxygène dissous), Décantabilité, Identification, Analyse d'image.

### Abstract

Wastewater treatment optimization requires the installation of reliable processes and a control of operating conditions. In this context, discontinuous processes like SBR, working on the principle of alternating reaction, settling and purge phases is investigated.

A development process methodology based on the use of mathematical simulations, lab scale experiments, full scale extrapolation and simple but robust control strategies is reported. The Benchmark of wastewater treatment associates a wastewater treatment model (ASM n°1 of HENZE *et al.*, 1986) and a settling conditions model (TACKACS *et al.*, 1991). Combining both models allows for the simulation of an activated sludge process operation.

An exhaustive bibliographic study could highlight different scenarios of SBR operations able to achieve carbon, nitrogen, phosphorus and total suspended solids removal. Different time delays were investigated in order to identify two particular operating conditions : short cycles and long cycles.

The use of the Benchmark associated with a critical identification of incoming variables of the model, was extended to the development of strategies for nitrogen removal improvement. This study, combined with an experimental study of phosphorus removal allowed to define a 24 hours cycle, improving denitrification rates but also highlighting problems related to temporal variations of incoming load.

In order to solve this problem, a special procedure , based on the use of three sensors : pH, ORP, dissolved oxygen, was investigated and full scale commissioned, in order to control with accuracy operating conditions.

### SETTING UP, MODELISATION, OPTIMISATION, AND CONTROL OF A SEQEUNCING BATCH REACTOR

Application to carbon, nitrogen, phosphorus and total suspended solids removal

Keywords : SBR, Nitrification, Denitrification, Dephosphatation, Modelisation (ASM1, Takacs), Control (pH, ORP, dissolved oxygen), settleability, identification, image analysis.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
	_

I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	4
1. Application a l'etude d'un procede biologique a culture libre : le SBR.	6
1.1. DEFINITION DU PROCEDE	6
1.1.1. Contexte historique et économique	6
1.1.2. Définition : description des différentes étapes	7
1.1.2.1. Le remplissage	8
1.1.2.2. La réaction	12
1.1.2.3. La décantation	14
1.1.2.4. La vidange	17
1.1.2.5. Le repos	17
1.2. MISE EN ŒUVRE	17
1.2.1. Type d' effluent traité	17
1.2.1.1. Effluents toxiques (industriels ou synthétiques)	17
1.2.1.2. Eaux usées industrielles, les lixiviats de décharges	18
1.2.1.3. Eaux usées urbaines réelles ou de synthèse	18
1.2.2. Gestion des flux : nombre de réacteur, disposition	20
1.2.2.1. Un seul SBR	20
1.2.2.2. Plusieurs SBR	20
1.2.2.3. SBR en complément d'un autre traitement	21
1.2.3. Paramètres influant sur le fonctionnement	22
1.2.3.1. Âge des boues, temps de séjour hydraulique, taux de renouvellement	22
1.2.3.2. Température	27
1.2.3.3. La charge polluante	27
1.2.3.4. Puissance d'agitation et apport d'oxygène	30
1.3. OPTIMISATION DU TRAITEMENT DU CARBONE, DE L'AZOTE ET DU PHOSPHORE ET	
AMELIORATION DE LA DECANTATION	31
1.3.1. Optimisation du traitement du carbone	31
1.3.2. Optimisation du traitement de l'azote	31
1.3.2.1. Principe de l'épuration biologique de l'azote	31
1.3.2.2. Caractéristiques du traitement de l'azote dans un SBR	34

1.3.2.3. Amélioration de l'élimination de l'azote	35
1.3.3. Optimisation du traitement du phosphore	37
1.3.3.1. Principe de l'épuration biologique du phosphore	37
1.3.3.2. Caractéristiques du traitement du phosphore dans un SBR	40
1.3.3.3. Amélioration de la déphosphatation dans un SBR	42
1.3.4. Amélioration de la décantation	44
1.4. DIMENSIONNEMENT ET ETUDE DES COUTS	45
1.4.1. Dimensionnement du procédé	45
1.4.1.1. Dimensionnement par le calcul	45
1.4.1.2. Dimensionnement par l'utilisation de la modélisation	46
1.4.2. Etude des coûts	46
2. FORMALISATION DES PROCESSUS BIOLOGIQUES D'EPURATION DU CARBONE DE L'A	ZOTE
ET DU PHOSPHORE ET DE LA DECANTATION SECONDAIRE	47
2.1. Formalisation des processus d'epuration biologique : le modele $ASM1$	
(HENZE ET COLL., 1986)	47
2.1.1. Présentation du modèle	48
2.1.2. Les variables	49
2.1.3. Les processus	50
2.2. FORMALISATION DES PROCESSUS DE DECANTATION SECONDAIRE : LES MODELES DE	
DECANTATION	52
2.3. UTILISATION SIMULTANEE DES MODELES D'EPURATION ET DE DECANTATION POUR	
L'ETUDE DES PROCEDES : LE BENCHMARK	54
2.3.1. Les modèles utilisés	54
2.3.2. Bases de données pour la caractérisation de l'eau d'entrée	54
2.4. METHODES D'IDENTIFICATION DES VARIABLES DU MODELE ASM1	54
2.4.1. Avantages et inconvénients des différentes techniques utilisées	55
2.4.2. Fractionnement physique ou physico-chimique de l'eau d'entrée	57
2.4.2.1. Caractérisation granulométrique d'une eau usée	57
2.4.2.2. Les techniques de séparation	58
2.4.3. Identification des variables du carbone et de l'azote : les tests de biodégradabili	té en
réacteurs fermés	59
3. FIABILISATION DU PROCEDE : METHODES DE CONTROLE DE L'EPURATION DANS U	Ν
PROCEDE SBR	60
3.1. CONTROLE <i>VIA</i> EVOLUTION DYNAMIQUE DES CAPTEURS	61

3.1.1. pH : détection de l' « ammonia valley » et du « nitrate apex »	. 62
3.1.2. Rédox : détection de points d'inflexion	. 63
3.1.3. Oxygène : suivi de la consommation.	. 64
3.1.4. Amélioration des performances, économies d'énergie	. 65
3.2. CONTROLE <i>VIA</i> LA MODELISATION	. 65
3.3. UTILISATION DES RESEAUX DE NEURONES	. 68
II MATERIELS ET METHODES	.72
	72
1. LES PILOTES UTILISES       1.1       Du otes utilises a l'equelle duit adoptatoire	-72 72
1.1.1 PILOTES UTILISES A L'ECHELLE DU L'ABORATOIRE	. 72
1.1.1. Reacteur prexignas utilise avec un erritent synthetique	. 72
1.1.1.2. Les correctéristiques du rilete	. 72
1.1.2. Les caracteristiques du priote	. / 3
1.1.2. Fermenteur utilise avec de l'eau usee de la station de Linioges	. 75
1.1.2.2. Correctóristiques	. 75
1.2. Phote course a semi-providence in a	. 75
1.2.1 Alimentation Inoculum	. 70
1.2.1. Annentation, <i>moculum</i>	. 70 77
1.2.2. Caracteristiques du priote	יי. רר
1.2.2.1. Description des différents organes	. / /
1.2.2.2. Agriation / aeration / purge inquide / purge boue	. 03
1.2.2.5. Les différents capteurs	. 04
1.2.3. Les organes de commande et de calcur	. 05
1.2.3.1. Automatisation et acquisition des valeurs du phote à l'échene semi-industriene	. 05
<ul> <li>MODEL IS A TION DES PROCESSUS D'EPUDATION ET DE LA DECANTATION</li> </ul>	80 80
<ul> <li>2. MODELISATION DES FROCESSUS D'EFURATION ET DE LA DECANTATION</li> <li>2.1 DESCRIPTION DU BROCHAMME</li> </ul>	20. 80
2.1. DESCRIPTION DU PROGRAMME	. 07
03	AU
221 Méthode de calcul des variables des boues à tû	0/
<ul> <li>2.2.1. Internote de calcul des variables du modèle A SM1 nour l'eau d'entrée</li> </ul>	. 94
2.2.2. Determination des variables du modele ASivir pour r'eau d'entrée	. 75
2.2.2.1. Unisation des variables du modèle ASM1 nour l'agu de la station de Limage	. 73 . 05
2.2.2.2. Inclutification des variables du modele ASIVIT pour l'édu de la station de Limoges	573

2.3. INITIALISATION DES VARIABLES DE L'EAU D'ENTREE	100
2.3.1. Modélisation d'un cycle de fonctionnement	101
2.3.2. Modélisation de longue durée	102
2.3.2.1. Utilisation du modèle en mode prédictif : Modélisation de longue durée ave	c une
eau d'entrée de composition fixe	102
2.3.2.2. Utilisation du modèle pour valider une campagne de fonctionnement : Mode	elisation
de longue durée avec une eau de composition variable	103
3. METHODES D'EVALUATION GLOBALE DE LA POLLUTION ET MESURE DES PARAM	ETRES
PHYSICO-CHIMIQUES	105
3.1. SUIVI GLOBAL ENTREE / SORTIE	105
3.1.1. Collecte des échantillons	105
3.1.2. Dosage des différentes formes du carbone, de l'azote et du phosphore	106
3.1.2.1. Mesure du carbone organique dissous	107
3.1.2.2. Dosage des AGV dans l'eau usée	107
3.1.3. Mesure des paramètres physico-chimiques : pH, conductivité, turbidité absorb	ance à
254, 285 et 546 nm	108
3.1.4. Exploitation des résultats : Calcul des taux d'abattement entrée /sortie	108
3.2. SUIVI HORAIRE DES CYCLES DE FONCTIONNEMENT	109
3.2.1. Paramètres suivis pendant le cycle	109
3.2.2. Dosage des intermédiaires métaboliques des voies de dégradation du phospho	re 110
3.2.2.1. Détermination du PHB par chromatographie en phase gazeuse: méthode de	la
méthanolyse	110
3.2.2.2. Méthode de dosage du glycogène par kit enzymatique	110
3.2.3. Suivi horaire des concentrations au cours de la décantation	111
4. ETUDE DES BOUES, DE LA DECANTABILITE, ET DES IMAGES	112
4.1. MESURE DE LA CONCENTRATION EN MES ET EN MVS	112
4.2. METHODES DE MESURE DE L'INDICE VOLUMETRIQUE DES BOUES ET DE LA VITESSE	3
MAXIMALE DE DECANTATION	112
4.2.1. Mesure de l'index volumétrique des boues	112
4.2.2. Mesure de la vitesse maximale de décantation	113
4.3. METHODOLOGIE DE L'ANALYSE D'IMAGE	113

### IIIUTILISATION DU BENCHMARK POUR LA MISE EN PLACE D'UN CYCLEDE FONCTIONNEMENT DANS UN SBR EN VUE DU TRAITEMENT DU

## CARBONE ET DE L'AZOTE. ETUDE DE LA DEPHOSPHATATION BIOLOGIQUE 119

1.	UTILISATION DES DONNEES DE LA BIBLIOGRAPHIE POUR LA PROPOSITION D'UN MO	DE
DE I	FONCTIONNEMENT	121
2.	UTILISATION DE LA MODELISATION	123
2.1.	SIMULATIONS DE LONGUE DUREE AVEC LES DONNEES DU BENCHMARK	123
2.1.	1. Choix des variables d'entrée : boues, eau	124
2.1.	2. Comparaison des résultats obtenus pour les cycles de 12 heures et de 24 heures .	125
2.2.	SIMULATION AVEC LES VARIABLES CARACTERISANT L'EAU D'ENTREE DE LA STATION	N DE
Lim	IOGES	126
2.2.	1. Fractionnement de l'eau d'entrée de la station de Limoges	126
2.2.	2. Choix des variables d'entrée boues, eau	129
2.2.	3. Résultats des simulations	130
2.2.	3.1. Cycles de 24 heures : temps sec, temps de pluie	130
2.2.	3.2. Cycles de 12 heures : temps sec, temps de pluie	132
2.2.	4. Comparaison des résultats obtenus pour les cycles de 12 heures et de 24 heures .	133
2.3.	BILAN DE L'UTILISATION DU BENCHMARK POUR LA DEFINITION D'UN CYCLE DE	
FON	ICTIONNEMENT	134
3.	VALIDATION A L'ECHELLE DU LABORATOIRE DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT CHO	DISI
	134	
3.1.	RESULTATS DU FONCTIONNEMENT	135
3.1.	1. Caractéristiques de fonctionnement	135
3.1.	2. Performances épuratoires du procédé	135
3.1.	3. Propriétés de décantation	136
3.2.	CARACTERISTIQUES D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT	136
3.2.	1. Processus d'élimination du carbone de l'azote et du phosphore	137
3.2.	1.1. Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement	137
3.2.	1.2. Calcul des vitesses	139
3.2.	2. Validation du modèle ASM1	140
3.2.	2.1. Choix des paramètres initiaux	141
3.2.	2.2. Comparaisons simulations et expérimentations	142
3.3.	BILAN DE LA VALIDATION A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	144
4.	VALIDATION A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	145

4.1. RESULTATS GLOBAUX DU FONCTIONNEMENT	145
4.1.1. Caractéristiques de fonctionnement du pilote	145
4.1.2. Performances épuratoires du procédé	146
4.1.3. Modélisation de longue durée du fonctionnement	148
4.1.4. Les propriétés de décantation	149
4.2. ETUDE D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT	150
4.2.1. Etude des processus d'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore	151
4.2.1.1. Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement	151
4.2.1.2. Calcul des différentes vitesses	153
4.2.2. Validation du modèle ASM1 sur un cycle de fonctionnement	154
4.2.2.1. Choix des paramètres initiaux	154
4.2.2.2. Résultats des simulations	155
4.2.3. Etude de la phase de décantation	157
4.2.3.1. Répartition des différentes espèces au cours de la décantation	157
4.2.3.2. Validation du modèle de TAKACS et coll. (1991) au cours de la phase de	
décantation	159
4.3. BILAN DE LA VALIDATION A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	160
<b>IV</b> METHODOLOGIE D'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZO	DTE A

# IV METHODOLOGIE D'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE A L'AIDE DU BENCHMARK, ETUDE EXPERIMENTALE DE LA DEPHOSPHATATION

1. AMELIORATION DU TRAITEMENT DE L'AZOTE	166
1.1. SOURCE DE DYSFONCTIONNEMENT : VARIABILITE DE L'EAU D'ENTREE	166
1.2. LES SOLUTIONS D'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE	169
1.2.1. Allongement de la phase d'anoxie	170
1.2.1.1. Utilisation du modèle en mode prédictif	170
1.2.1.2. Validation expérimentale	172
1.2.1.3. Validation du modèle ASM1	174
1.2.2. Ajout de carbone exogène	177
1.2.2.1. Utilisation du modèle en mode prédictif	177
1.2.2.2. Validation expérimentale	179
1.2.2.3. Validation du modèle ASM1 :	181
1.2.3. Gestion de l'aération	184

1.3.	CONCLUSION : AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE	186
1.4.	MISE EN PLACE A L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL D'UN CYCLE PERMETTAN	Т
D'AN	AELIORER L'ELIMINATION DE L'AZOTE	187
1.4.1	Définition du cycle de fonctionnement	187
1.4.2	2. Validation expérimentale	188
1.4.2	2.1. Bilan global du fonctionnement	190
1.4.2	2.2. Validation du modèle ASM1 au cours du fonctionnement (longue durée)	191
1.4.2	2.3. Etude des propriétés de décantation	194
1.4.2	2.4. Etude horaire d'un cycle de fonctionnement	194
1.4.3	3. Validation du modèle ASM1sur un cycle de fonctionnement	198
1.4.4	Bilan de mise en place à l'échelle du pilote semi-industriel des cycles de 24 heu	ires
(cyc]	les longs)	202
2.	Amelioration de l'elimination du phosphore	203
2.1.	ETUDE DE LA COMPOSITION DE L'EAU D'ENTREE	203
2.2.	VERIFICATION DE LA CAPACITE DEPHOSPHATANTE DES BOUES UTILISEES	205
2.3.	AMELIORATION DE LA DEPHOSPHATATION PAR L'AJOUT D'AGV	206
2.4.	CONCENTRATION INITIALE EN PHOSPHORE : FACTEUR LIMITANT DE LA DEPHOSPHAT	ATION
	208	
2.5.	BILAN DE L'ETUDE EXPERIMENTALE DE LA DEPHOSPHATATION	210

# V RECHERCHE DE POINTS DE CONTROLE ET AUTOMATISATION DE LA DUREE DES PHASES PAR L'UTILISATION CONJOINTE DE TROIS CAPTEURS 213

<b>1. REC</b>	HERCHE DE POINTS DE CONTROLE	216
1.1. Co	NTROLE DE LA QUALITE DE L'EAU D'ENTREE	216
1.2. Co	NTROLE DE LA PHASE DE DECANTATION ET DE LA QUALITE DE L'EAU DE SORTIE	219
1.2.1. E	Etude de l'effet d'une variation de charge réalisée avec une alimentation synthétiq	lue
2	220	
1.2.1.1.	Effets d'une variation de charge qualité de l'eau de sortie	221
1.2.1.2.	Effets d'une variation de charge sur les propriétés de décantation	223
1.2.1.3.	Caractérisation microscopique de la structure des flocs : Utilisation de l'analyse	
d'image	225	

1.2.2. Cas d'un dysfonctionnement avec un effluent réel, Surcharge ou arrêt de	
l'alimentation : incidence sur les propriétés de décantation	. 229
1.2.2.1. Effets des variations de la charge massique sur la qualité de l'eau de sortie	. 230
1.2.2.2. Effets des variations de charge quotidienne sur les propriétés globales de	
décantation du réacteur	. 231
1.3. CONTROLE DE LA PHASE DE REACTION	. 233
1.3.1. Utilisation de la mesure du pH pour la détection de la fin de la phase de nitrificati	on
et de dénitrification	. 234
1.3.2. Utilisation de la mesure du potentiel rédox pour détecter la fin de la phase de	
dénitrification	. 236
1.3.3. Utilisation de la consommation d'oxygène pour la détection la fin de la phase de	
nitrification et la fin de la consommation du carbone rapidement biodégradable	. 238
2. MISE EN ŒUVRE D'UNE PROCEDURE DE CONTROLE DE LA DUREE DES PHASES DE	
REACTION PAR L'UTILISATION CONJOINTE DE TROIS CAPTEURS	. 241
2.1. DEFINITION DES ALGORITHMES DE CONTROLE POUR LA DETECTION DES POINTS	
CARACTERISTIQUES	. 241
2.1.1. Contrôle de la durée des phases aérobies 1 et 2	. 241
2.1.2. Contrôle des durées des phases anoxiques 2 et 3	. 243
2.1.3. Détermination des coefficients de filtrage	. 244
2.2. MISE EN PLACE DES ALGORITHMES DE CONTROLE POUR LA GESTION DES PHASES DU	
PILOTE SEMI-INDUSTRIEL	. 246
2.2.1. Performances épuratoires globales	. 247
2.2.1.1. Respect des normes	. 247
2.2.1.2. Impacts de la procédure de contrôle sur la réduction de la durée du cycle	. 248
2.2.1.3. Impact des variations de charge sur la qualité de l'eau de sortie	. 248
2.2.1.4. Impact des variations de charge sur la durée globale du cycle	. 250
2.2.1.5. Impact d'une variation de charge intra-cycle	. 251
2.2.2. Capteurs induisant le changement des phases	. 252
2.2.3. Qualité de la décantation	. 254
2.2.3.1. Performances globales de la décantation	. 254
2.2.3.2. Impact des variations de charge sur les propriétés de décantation	. 257
2.3. VERIFICATION DES OBJECTIFS SUR UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT	. 259
2.3.1. Optimisation de l'élimination de l'azote	. 259
2.3.2. Amélioration de l'élimination du phosphore	. 263

2.3.3.	Calcul des vitesses	
CONC	LUSION GENERALE	271

### 

### 

### ANNEXE 2 : TRAITEMENT D'EAUX USEES INDUSTRIELLES AVEC UN SBR.. 305

### 

### 

### 

(CONTENANT L'EFFLU	ENT FILTRE) AU	COURS D'UN TES	<u>T</u>
D'IDENTIFICATION	••••••		

### 

### Liste des tableaux

TABLEAU I-1 : EXEMPLES DE DUREES GLOBALES DES CYCLES DE FONCTIONNEMENT POUR LE TRAITEMENT DES ERU REELLES OU DE SYNTHESE POUR UN PROCEDE SBR

TABLEAU I-2 : Exemples de pourcentages du temps de remplissage par rapport au	
TEMPS GLOBAL ET PROPORTION DU TEMPS DE REMPLISSAGE PAR RAPPORT AU TEMPS DE	
REACTION DANS UN PROCEDE SBR	10
TABLEAU I-3 : POURCENTAGE DU TEMPS DE REACTION PAR RAPPORT AU TEMPS GLOBAL, TYP	PE
DE SEQUENCE REALISEE	12
TABLEAU I-4 : EXEMPLES D'INDICES DE DECANTATION DANS UN PROCEDE SBR	14
TABLEAU I-5 : Exemples de pourcentages du temps de decantation par rapport au	
TEMPS GLOBAL ET PROPORTION DU TEMPS DE DECANTATION PAR RAPPORT AU TEMPS DE	3
REACTION DANS UN PROCEDE SBR	15
TABLEAU I-6 : RESULTATS OBTENUS APRES TRAITEMENT D'EAUX USEES URBAINES AVEC UN	
SBR	19
TABLEAU I-7 : EXEMPLES D'AGES DES BOUES UTILISES DANS LA MISE EN ŒUVRE DU PROCED	Е
SBR	23
TABLEAU I-8 : EXEMPLES DE PRODUCTIONS DE BOUES DANS UN SBR	23
TABLEAU I-9 : EXEMPLES DE TEMPS DE SEJOURS HYDRAULIQUES ET DE TAUX DE	
RENOUVELLEMENTS DANS UN SBR	25
TABLEAU I-10 : CLASSIFICATION ET CARACTERISTIQUES DES PROCEDES A BOUES ACTIVEES	
POUR LES EAUX USEES URBAINES (FORSTER, 1977)	28
TABLEAU I-11 : EXEMPLES DE CONCENTRATIONS D'EFFLUENT ET DE CHARGES MASSIQUES O	U
VOLUMIQUES POUVANT ETRE TRAITEES DANS UN PROCEDE SBR	28
TABLEAU I-12 : VITESSES DE NITRIFICATION ET DE DENITRIFICATION USUELLEMENT	
RENCONTREES DANS LES PROCEDES A BOUES ACTIVEES (METCALF ET EDDY, 1991)	33
TABLEAU I-13 : EXEMPLES DE VITESSES DE NITRIFICATION ET DE DENITRIFICATION DANS UN	
SBR	34
TABLEAU I-14: RELATION ENTRE LA QUANTITE DE PHOSPHORE RELARGUEE EN ANAEROBIE A	LA
QUANTITE REABSORBEE EN AEROBIE	40
TABLEAU I-15 : Etude de la dephosphatation dans un SBR : source de carbone et	
RATIO DUREE DE LA PHASE ANAEROBIE/ DUREE DE LA PHASE AEROBIE	41
TABLEAU I-16 : Âges des boues appliques dans des SBR dephosphatants	44
TABLEAU I-17: REPRESENTATION MATRICIELLE DU MODELE ASM1 (HENZE ET COLL., 1980)	6)
	48
Tableau I-18: Les modeles de vitesse de sedimentation : $\upsilon$ est la vitesse de	
DECANTATION ET C EST LA CONCENTRATION DE LA BOUE	53

TABLEAU I-19 : TECHNIQUES D'IDENTIFICATION DES VARIABLES DU MODELE ASM1,	
AVANTAGES ET INCONVENIENTS	56
TABLEAU I-20 : NATURE CHIMIQUE DES VARIABLES D'ENTREE (HORS BIOMASSE) DU MODELI	Е
IAWQ N°1 EXTRAIT DE STRICKER (2000), (D'APRES LEVINE ET COLL., 1985 ; HEN	ΖE
et coll., 1993 ; WANNER, 1994)	57
TABLEAU I-21 : PROPRIETES DES FRACTIONS BIODEGRADABLES D'UN ECHANTILLON D'EAU	
USEE BRUTE (HENZE ET COLL., 1993)	58
TABLEAU I-22: COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS EN UTILISANT LA COAGULATION	
FLOCULATION OU UNE METHODE RESPIROMETRIQUE	59
TABLEAU I-23 : CONTROLE DE LA DUREE DES PHASES A L'AIDE DES CAPTEURS DE MESURE DE	U
PH, DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS ET DU POTENTIEL REDOX	62
TABLEAU I-24 : CONTROLE DE LA DUREE DES PHASES PAR UNE MESURE RESPIROMETRIQUE	65
TABLEAU I-25 : Controle de la duree des etapes du cycle a l'aide de la modelisati	ION
	67
TABLEAU I-26 : Controle de la duree des etapes du cycle a l'aide des reseaux de	
NEURONES	68
TABLEAU I-27 : CARACTERISTIQUES DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT DU PROCEDE SBR	
ALIMENTE AVEC UNE ERU.	69
TABLEAU I-28 : CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU PROCEDE SBR ALIMENTE AVE	EC
UNE ERU.	69
TABLEAU II-1: COMPOSITION DE L'EFFLUENT SYNTHETIQUE DILUE	72
TABLEAU II-2 : CARACTERISATION CHIMIQUE GLOBALE DE L'EFFLUENT SYNTHETIQUE AU	
COURS DU FONCTIONNEMENT	73
TABLEAU II-3 : CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU REACTEUR PLEXIGLAS, D'UN	
VOLUME 4,5L, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	74
TABLEAU II-4: CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU FERMENTEUR (VOLUME DE 2L)	), A
L'ECHELLE DU LABORATOIRE	76
TABLEAU II-5 : Volumes d'apport d'eau usee realises au cours des cycles de $12$	
HEURES ET DES CYCLES DE 24 HEURES	77
TABLEAU II-6 : CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU PILOTE AGITE ET AERE A	
L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	78
TABLEAU II-7 : LISTE ET FONCTION DES ELEMENTS DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIE	LLE
	79

TABLEAU II-8 : COEFFICIENTS VOLUMETRIQUES DE TRANSFERT D'OXYGENE ( $K_LA$ ) dans le	
REACTEUR	83
TABLEAU II-9 : VALEURS PAR DEFAUT DES PARAMETRES STŒCHIOMETRIQUES ( INDEPENDAN	TS
DE LA TEMPERATURE) ET DES PARAMETRES CINETIQUES DU MODELE $ASM1$ (HENZE e	Г
COLL., 1986)	91
TABLEAU II-10 : VALEURS PAR DEFAUT DU MODELE DE DECANTATION TAKACS ET COLL.	
(1991)	92
TABLEAU II-11 : CALCUL DE CERTAINES VARIABLES DU MODELE ASM1 POUR L' $i$ Noculum e	)Е
BOUES	94
TABLEAU II-12 : Evaluation de la dose optimale pour les deux coagulants testes	95
TABLEAU II-13 : RECAPITULATIF DES DIFFERENTS PARAMETRES MESURES ET DES METHODES	
UTILISEES POUR L'ESTIMATION DES VARIABLES DU MODELE $\mathrm{ASM1}$ par la methode	
STRICKER (2000)	97
TABLEAU II-14 : CONDITIONS DES EXPERIENCES REALISEES PAR TEMPS DE PLUIE ET PAR TEM	PS
SEC ET IDENTIFICATION DES VARIABLES DU MODELE ASM1, METHODE STRICKER (20)	00)
	98
TABLEAU II-15 : RECAPITULATIF DES DIFFERENTS ELEMENTS CHIMIQUES MESURES ET	
METHODES ASSOCIEES	106
TABLEAU III-1: ESTIMATION DE LA DUREE DES PHASES DE NITRIFICATION ET DE	
DENITRIFICATION	122
TABLEAU III-2 : TEMPORISATION EN HEURE DES CYCLES SIMULES	122
TABLEAU III-3 : VALEURS DES VARIABLES DU MODELE ASM1 POUR LES BOUES A TO, RETEN	UES
POUR LES SIMULATIONS DES CYCLES AVEC LES DONNEES DU BENCHMARK, EXPRIMEES E	N
$MGO_2.L^{-1}$ pour les variables carbonees et en $MGN.L^{-1}$ pour les variables azoti	EES
	124
TABLEAU III-4 : VALEURS MOYENNES SUR 14 JOURS DES VARIABLES DU MODELE ASM 1 PO	UR
L'EAU USEE DES BASES DE DONNEES DU BENCHMARK (SOURCE :BENCHMARK COST 68	2)
EXPRIMEES EN MGO <sub>2</sub> . $L^{-1}$ pour les variables carbonees et en mgN. $L^{-1}$ pour les	
VARIABLES AZOTEES	125
TABLEAU III-5 : RESULTATS DES SIMULATIONS, CONCENTRATIONS MOYENNES DE SORTIE ET	
TAUX D'ABATTEMENT MOYENS POUR LES CYCLES DE $12$ h et de $24$ h, par temps de pl	UIE
ET PAR TEMPS SEC, AVEC LES VALEURS MOYENNES DU BENCHMARK	125

- TABLEAU III-6 : REPARTITION DE L'EAU D'ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES EN VARIABLES

   DU MODELE ASM1 : VARIABLES CARBONEES EXPRIMEES EN POURCENTAGE DE LA DCO

   TOTALE A TO
   126
- TABLEAU III-7 : IDENTIFICATION DE LA FRACTION  $S_{S0}$ , COMPARAISON DE LA METHODE DE DEGRADATION EN REACTEUR FERME (STRICKER, 2000) ET DE LA METHODE DE COAGULATION FLOCULATION PUIS FILTRATION SUR 0,45  $\mu$ M (MAMAIS et coll., 1993; NAIDOO et coll., 1998), resultats exprimes en pourcentage de la DCO totale a T0
- TABLEAU III-8 : COMPARAISON DES VALEURS MOYENNES DES VARIABLES CARBONEES

   (EXPRIMEES EN POURCENTAGE DE LA DCO TOTALE) OBTENUES POUR L'EAU D'ENTREE DE

   LA STATION D'EPURATION DE LIMOGES AUX VALEURS DE LA BIBLIOGRAPHIE
   128
- TABLEAU III-9 : REPARTITION DE L'EAU D'ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES EN VARIABLESDU MODELE ASM1 : VARIABLES AZOTEES EXPRIMEES EN POURCENTAGE DE L'AZOTEGLOBAL NGL A TO128
- TABLEAU III-10 : COMPARAISON DES VALEURS MOYENNES DES VARIABLES AZOTEES OBTENUES

   POUR L'EAU D'ENTREE DE LA STATION D'EPURATION DE LIMOGES AUX VALEURS DE LA

   BIBLIOGRAPHIE EXPRIMEES EN POURCENTAGE DE LA CONCENTRATION EN AZOTE GLOBAL

   DANS L'EAU D'ENTREE
- TABLEAU III-11 : VALEURS MOYENNES DES PARAMETRES GLOBAUX MESUREES SUR L'EAU

   D'ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES AU COURS DE CETTE ETUDE, PAR TEMPS DE PLUIE ET

   PAR TEMPS SEC
   130
- TABLEAU III-12 : VALEURS DES VARIABLES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STATION D'EPURATIONDE LIMOGES UTILISEES POUR LES SIMULATIONS PAR TEMPS DE PLUIE ET PAR TEMPS SEC 130
- TABLEAU III-13: RESULTATS DES SIMULATIONS : CONCENTRATIONS MOYENNES DE SORTIE ET

   TAUX D'ABATTEMENT MOYENS POUR LES CYCLES DE 12 H ET DE 24 H, PAR TEMPS DE PLUIE

   ET PAR TEMPS SEC, VARIABLES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STATION LIMOGES

   133

   TABLEAU III-14: CARACTERISTIQUES MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE. A L'ECHELLE DU

LABORATOIRE, POUR DES CYCLES DE 12 H	135
TABLEAU III-15 : CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE DU	
LABORATOIRE POUR DES CYCLES DE 12 H	135
TABLEAU III-16 : PERFORMANCES EPURATOIRES MOYENNES DU MODE DE FONCTIONNEME	NT EN
CYCLES DE 12 HEURES A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	136

TABLEAU III-17 : PARAMETRES MOYENS DES BOUES ET PROPRIETES DE DECANTATION POUR DESCYCLES DE 12H A L' ECHELLE DU LABORATOIRE136

TABLEAU III-18 : VITESSES SPECIFIQUES DE CONSOMMATION DE CARBONE, DE NITRIFICATIO	DN,
DE DENITRIFICATION, DE RELARGAGE ET DE RECONSOMMATION DE PHOSPHORE MESURI	EES
AU COURS D'UN CYCLE DE $12$ H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE (AGE DES BOUES DE $10$	
JOURS)	139
TABLEAU III-19 : PARAMETRES INITIAUX DES BOUES EXPRIMES EN MGO <sub>2</sub> . $L^{-1}$ pour les	
VARIABLES CARBONEES ET EN MG $\mathrm{N.L^{-1}}$ pour les variables azotees, pour la	
MODELISATION D'UN CYCLE DE $12$ H a l'ECHELLE DU LABORATOIRE	141
TABLEAU III-20 : VALEURS DES PARAMETRES DU MODELE $ASM1$ pour l'eau d'entree du	J
CYCLE SUIVI, EN UTILISANT LA REPARTITION MOYENNE PAR TEMPS DE PLUIE OU LA	
REPARTITION D'AVRIL 2001 (02/04/01), EXPRIMEES EN MGO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> POUR LES VARIABLES	
CARBONEES ET EN MGN.L $^{-1}$ POUR LES VARIABLES AZOTEES	141
TABLEAU III-21 : TEMPORISATION EN HEURE DES CYCLES DE 12 HEURES A L'ECHELLE SEMI-	<u>.</u>
INDUSTRIELLE	145
TABLEAU III-22 : CARACTERISTIQUES MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE AU COURS DU	
FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE POUR TROIS AGES DES	
BOUES : 13, 28, 66 JOURS	146
TABLEAU III-23 : CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-	
INDUSTRIELLE.	146
TABLEAU III-24: PERFORMANCES EPURATOIRES MOYENNES DU PROCEDE SBR, ADEQUATION	N
AVEC LA NORME FRANÇAISE ET INFLUENCE DE L'AGE DES BOUES, POUR LES CYCLES DE	12
HEURES A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	146
TABLEAU III-25 : RELATION ENTRE THEORIE ET EXPERIENCE POUR LES DIFFERENTES	
SIMULATIONS DE LONGUE DUREE REALISEES POUR LES CYCLES DE $12$ h a l'echelle se	EMI-
INDUSTRIELLE	148
TABLEAU III-26 : CARACTERISTIQUES MOYENNES DES BOUES, PROPRIETES DE DECANTATION	N,
QUALITE DE L'EAU DE SORTIE AU COURS DU FONCTIONNEMENT EN CYCLE DE $12$ H A	
L'ECHELLE DU LABORATOIRE	150
TABLEAU III-27 : VITESSES SPECIFIQUES DE CONSOMMATION DE CARBONE, DE NITRIFICATIO	DN
ET DE DENITRIFICATION, DE RELARGAGE ET DE RECONSOMMATION DE PHOSPHORE,	
MESUREES AU COURS DU SUIVI HORAIRE D'UN CYCLE DE $12$ h a l'echelle semi-	
INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 28 J)	153
TABLEAU III-28 : VARIABLES DU MODELE ASM1 CORRESPONDANT A L'ETAT INITIAL DES	
BOUES DANS LE REACTEUR POUR UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	154

$TABLEAU\ III-29: VARIABLES\ DU\ MODELE\ ASM1\ POUR\ L'EAU\ D'ENTREE\ CORRESPONDANT$	AU
SUIVI JOURNALIER DU CYCLE DE $12$ H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, REPARTITION	
MOYENNE EN TEMPS SEC, ET REPARTITION DU $04/07/2001$	155
TABLEAU IV-1 : TEMPORISATION EN HEURE DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT PROPOSE POUR	R
AMELIORER LA DENITRIFICATION, CAS DE L'ALLONGEMENT DE LA PHASE D'ANOXIE	171
TABLEAU IV-2 : TAUX D'ABATTEMENT MOYENS ET CONCENTRATIONS MOYENNES DE SORTI	ΙE
OBTENUS APRES SIMULATION DE L'ALLONGEMENT DE LA PHASE D'ANOXIE, COMPARAI	SON
A LA NORME, ET AUX CYCLES DE $12$ HEURES A L'ECHELLE DU LABORATOIRE ET A	
L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	172
TABLEAU IV-3 : Performances epuratoires de la methode d'allongement de la pr	IASE
D'ANOXIE MISE EN OEUVRE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	174
TABLEAU IV-4 : VARIABLES DU MODELE ASM1 POUR LES BOUES A T $0$ dans le cas de	
L'ALLONGEMENT DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	174
Tableau IV-5 : Repartition de l'eau d'entree en variables du modele $ASM1$ : tem	/IPS
pluie moyen et temps du $02/04/2001$ dans le cas de l'allongement de la phas	SE
D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	174
TABLEAU IV-6 : Temporisation en heures du cycle de fonctionnement propose poir $\ensuremath{P}$	UR
AMELIORER LA DENITRIFICATION PAR L'AJOUT DE CARBONE EXOGENE	177
TABLEAU IV-7 : TAUX D'ABATTEMENT MOYENS ET CONCENTRATIONS MOYENNES DE SORTI	IE
OBTENUS APRES SIMULATION DE L'ALLONGEMENT DE LA PHASE D'ANOXIE, COMPARAI	SON
A LA NORME ET AUX CYCLES DE $12$ HEURES A L'ECHELLE DU LABORATOIRE ET A	
L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	178
TABLEAU IV-8 : Performances epuratoires de la methode : cycle de 12h avec ajou $\ensuremath{V}$	UT
DE CARBONE EXOGENE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	180
TABLEAU IV-9 : ALIMENTATION 1, REPARTITION DE L'EAU D'ENTREE EN VARIABLES DU	
MODELE $ASM1$ ,(temps de pluie moyen), cycle de 12 heures avec ajout de	
CARBONE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	181
TABLEAU IV-10 : TEMPORISATION EN HEURE DU CYCLE DE 12 H PROPOSE POUR	
L'AMELIORATION DE LA DENITRIFICATION PAR LA GESTION DE L'AERATION, TESTE A	
L'ECHELLE DU LABORATOIRE	184
TABLEAU IV-11 : PERFORMANCES EPURATOIRES DE L'AMELIORATION DE LA DENITRIFICATI	ION
PAR GESTION DE L'APPORT D'OXYGENE ET VITESSES DE NITRIFICATION ET DE	
DENITRIFICATION, CYCLE DE 12H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	186

TABLEAU IV-12 : Avantages et inconvenients des methodes developpees pour L'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE 187 TABLEAU IV-13 : TEMPORISATION EN HEURE DU CYCLE DE 24 H (CYCLE LONG) AVEC DOUBLE REMPLISSAGE ET ALLONGEMENT DE LA PHASE ANOXIE / ANAEROBIE DE DEPART 188 TABLEAU IV-14 : CARACTERISTIQUES MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE AU COURS DES CYCLES LONGS DE 24 HEURES AVEC DOUBLE REMPLISSAGE 188 TABLEAU IV-15: CARACTERISTIQUES DE FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE AU COURS DES CYCLES LONGS DE 24 HEURES AVEC DOUBLE REMPLISSAGE 189 TABLEAU IV-16 : PERFORMANCES EPURATOIRES MOYENNES DU PROCEDE SBR, ADEQUATION AVEC LA NORME FRANÇAISE ET INFLUENCE DE L'AGE DES BOUES POUR LES CYCLES DE 24 HEURES A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, ET COMPARAISON AUX CYCLES DE 12 HEURES 191 TABLEAU IV-17 : REPARTITION DES VARIABLES DU MODELE ASM1 POUR LES BOUES A TO POUR LES SIMULATIONS LONGUE DUREE DES CYCLES DE 24H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30J) 192 **TABLEAU IV-18 : RELATION ENTRE THEORIE ET EXPERIENCE POUR LES DIFFERENTES** SIMULATIONS DE LONGUE DUREE REALISEES POUR LES CYCLES DE 24 H AVEC DOUBLE 193 REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30J) TABLEAU IV-19 : : CARACTERISTIQUES MOYENNES DES BOUES, PROPRIETES DE DECANTATION, QUALITE DE L'EAU DE SORTIE AU COURS DU FONCTIONNEMENT EN CYCLE DE 24 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE ET COMPARAISON AVEC LE CYCLE DE 12 H A L'ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 28J) 194 TABLEAU IV-20 : VITESSES SPECIFIQUES DE CONSOMMATION DE CARBONE, DE NITRIFICATION ET DE DENITRIFICATION, DE RELARGAGE ET DE RECONSOMMATION DE PHOSPHORE, MESUREES AU COURS DU SUIVI HORAIRE D'UN CYCLE DE 24 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, POUR DEUX AGES DES BOUES DIFFERENTS ET COMPARAISON AUX VALEURS 197 D'UN CYCLE DE 12 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (28J) TABLEAU IV-21 : VARIABLES DU MODELE ASM1 POUR LES BOUES A TO POUR LA MODELISATION D'UN CYCLE DE 24 H, A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, AGE DES BOUES 199 37j

TABLEAU IV-22: Repartition de l'eau d'entree en variables du modele $ASM1$ pou	JR
LES 3 SIMULATIONS ENVISAGEES, MODELISATION D'UN CYCLE DE 24 HEURES AVEC	
DOUBLE REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (ALIMENTATION 1)	199
TABLEAU IV-23 : Repartition de l'eau d'entree en variables du modele ASM1 por $\ensuremath{N}$	UR
LES 3 SIMULATIONS ENVISAGEES, MODELISATION D'UN CYCLE DE 24 HEURES AVEC	
DOUBLE REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (ALIMENTATION 2).	200
TABLEAU IV-24: CARACTERISTIQUES DE LA DEPHOSPHATATION POUR DES AJOUTS CROISSA	ANTS
D'ACETATE	207
TABLEAU IV-25 : CARACTERISTIQUES DE LA DEPHOSPHATATION EN CONDITION NON LIMIT	ANTE
D'APPORT D' $\operatorname{AGV}$ pour des concentrations croissantes en ions orthophosph	ATE
	209
TABLEAU V-1 : TEMPORISATION (H) DU CYCLE DE $12$ H a l'echelle du laboratoire, SF	3R
PLEXIGLAS 4,5L, ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE	220
TABLEAU V-2 : Coefficients de filtrage appliques aux courbes associees aux	
EVOLUTION DU PH, DU POTENTIEL REDOX ET DE L'OXYGENE DISSOUS	245
TABLEAU V-3 : TEMPORISATION DE SECURITE EN HEURE ET CAPTEURS UTILISES POUR LE	
CONTROLE DES PHASES DES CYCLES MIS EN ŒUVRE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE,	BASE
DES CYCLES DE 24H	246
TABLEAU V-4 : Conditions moyennes de fonctionnement du pilote a l'echelle set	MI-
INDUSTRIELLE AU COURS DE LA CAMPAGNE DE MISE EN PLACE DES ALGORITHMES DE	
CONTROLE POUR LA GESTION DE LA DUREE DES PHASES	246
TABLEAU V-5 : Comparaison des taux d'abattement moyens et des concentratio	NS
MOYENNES DE SORTIE OBTENUS POUR LES CYCLES LONGS ET COURTS ET LE CYCLE	
OPTIMISE (CYCLE TEST)	247
TABLEAU V-6: DUREE MOYENNE DE CHACUNE DES ETAPES CONTROLEES ET COMPARAISON	i
AVEC LA DUREE DE CES MEMES ETAPES AU COURS DU CYCLE LONG	248
TABLEAU V-7: REACTION DE L'AUTOMATISME A UNE AUGMENTATION DE LA CHARGE	251
TABLEAU V-8 : Comparaison des caracteristiques de l'eau d'entree pour difference de l'eau d'entree pour difference de l'eau d'entre pour difference de l'eau d'eau d	INTS
CYCLES AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE	3,
AVEC AUTOMATISATION DE LA DUREE DES ETAPES DU CYCLE	252
TABLEAU V-9: POSSIBILITES D'INDUCTION DU CHANGEMENT DE PHASE AEROBIE OU ANOXI	QUE
ET FREQUENCE DE DECLENCHEMENT DU CHANGEMENT DE PHASE EXPRIMEE EN	
POURCENTAGE DU NOMBRE TOTAL DE CYCLES	253

- TABLEAU V-10 : CARACTERISTIQUES MOYENNES DES BOUES ET DE LEUR CAPACITE A DECANTEREN RELATION AVEC LA QUALITE DE L'EAU DE SORTIE, AU COURS DU FONCTIONNEMENT DUPILOTE AUTOMATISE, ET COMPARAISON AUX CYCLES DE REFERENCE COURTS (DE 12 H) ETLONGS (DE 24 H)254
- TABLEAU V-11 : DUREE DES PHASES ET CAPTEURS INDUISANT LE CHANGEMENT DE PHASE POURLE CYCLE AUTOMATISE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE260
- TABLEAU V-12 : VITESSES SPECIFIQUES DE CONSOMMATION DE CARBONE, DE NITRIFICATION ET

   DE DENITRIFICATION, DE RELARGAGE ET DE RECONSOMMATION DE PHOSPHORE, MESUREES

   AU COURS DU SUIVI HORAIRE D'UN CYCLE AUTOMATISE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE

   ET COMPARAISON A DEUX AUTRES MODES DE FONCTIONNEMENT

   265
- TABLEAU V-13 : RELATION ENTRE LA QUANTITE DE PHOSPHORE ABSORBEE ET LA QUANTITERELARGUEE, COMPARAISON DE TROIS MODES DE FONCTIONNEMENT267

Liste des figures

FIGURE I-1: SCHEMA DE PRINCIPE DE LA LOGIQUE SUIVIE LORS DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	5. 5
FIGURE I-2: LES DIFFERENTES ETAPES DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT D'UN SBR	7
FIGURE I-3 : LES DIFFERENTES ETAPES DE L'ELIMINATION BIOLOGIQUE DE L'AZOTE	32
FIGURE I-4: PRINCIPE DE LA DEPHOSPHATATION BIOLOGIQUE EN PHASES ANAEROBIES ET	
AEROBIES	38
FIGURE I-5 : DECOMPOSITION DE LA DCO TOTALE EN VARIABLES DU MODELE N°1, HENZE E	Т
COLL. (1986)	49
FIGURE I-6 : DECOMPOSITION DE L'AZOTE TOTAL EN VARIABLES DU MODELE N°1, HENZE ET	
COLL. (1986)	50
FIGURE I-7 : SCHEMA CONCEPTUEL DU MODELE ASM1 DE L'IAWQ N°1 (CHACHUAT ET	
COLL., 2001)	51
FIGURE I-8 : COURBE DE SEDIMENTATION DU VOILE DE BOUE (H) EN FONCTION DU TEMPS,	
DECOMPOSITION SELON LA THEORIE DE KYNCH (1952)	52
FIGURE I-9 : THEORIE DE TAKACS ET COLL. (1991)	53
FIGURE I-10: POINTS CARACTERISTIQUES DE L'EVOLUTION DU PH ET DU POTENTIEL REDOX	63
FIGURE I-11 : PRINCIPE DE L'UTILISATION DE LA MODELISATION POUR LE CONTROLE DES	
PROCEDES SEQUENCES (KIM ET COLL. B), 2000)	66
FIGURE I-12 : SCHEMA DE PRINCIPE DU CONTROLE D'UN PROCEDE AVEC LES RESEAUX DE	
NEURONES LEE ET COLL. (1999)	68
FIGURE II-1 : SBR PLEXIGLAS A L'ECHELLE DU LABORATOIRE (VOLUME 4,5 L) ( DIMENSIONS	5
EN CM)	74
FIGURE II-2 : FERMENTEUR UTILISE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE	75
FIGURE II-3 : PLAN DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE	80
FIGURE II-4 : SCHEMA GLOBAL DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE DANS L'IGLOO	81
FIGURE II-5 : MISE EN PLACE DU PILOTE DANS L'IGLOO A LA STATION D'EPURATION DE	
LIMOGES	81
FIGURE II-6 : PILOTE DE 1320 L, ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE	81
FIGURE II-7 : LE PILOTE ET LES DIFFERENTS CAPTEURS ET ACTIONNEURS RELIES A L'AUTOMAT	ГЕ
	82
FIGURE II-8 : LE SYSTEME D'ACQUISITION OPC FACTORY	82
FIGURE II-9 : LES DIFFERENTS CAPTEURS ET ACTIONNEURS INSTALLES SUR LE PILOTE	82
FIGURE II-10 : AUTOMATISATION DU PILOTE ET STOCKAGE DES VALEURS ISSUES DES	
DIFFERENTES CAPTEURS	86

FIGURE II-11 : METHODOLOGIE DE RECHERCHE D'UN POINT D'INFLEXION DANS LA METHODE
DEVELOPPEE
FIGURE II-12 : SCHEMA GENERAL DE FONCTIONNEMENT DU PROGRAMME EN FORTRAN
FIGURE II-13 : PRINCIPE DE LA CONVERSION DES VARIABLES D'ETATS DANS LE PROGRAMME
UTILISE PAR PONS ET COLL. (1999) COST 624 ET COST 682
FIGURE II-14 : SCHEMA DE PRINCIPE DE LA METHODE DEVELOPPEE PAR STRICKER (2000) 96
FIGURE II-15 : MODELISATIONS REALISEES AVEC UNE EAU DE COMPOSITION FIXE 101
FIGURE II-16 : EAU DE COMPOSITION VARIABLE, VALIDATION DU MODELE $ASM1$ sur une
CAMPAGNE DE FONCTIONNEMENT
FIGURE II-17 : PRINCIPE DU CHOIX DE LA REPARTITION DES VARIABLES INITIALES DE L'EAU
D'ENTREE ET INITIALISATION DU MODELE
FIGURE II-18 : METHODOLOGIE DE CALCUL DES VARIABLES INITIALES (CARBONEES ET
AZOTEES) DU MODELE $ASM1$ pour l'eau d'entree a partir des donnees de l'eau de
LA STATION DE LIMOGES
FIGURE II-19 : METHODOLOGIE DE LA MODELISATION DE LONGUE DUREE
FIGURE II-20 : PRELEVEMENTS REALISES ET PARAMETRES SUIVIS AU COURS DU SUIVI HEURE
PAR HEURE D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT
$FIGURE\ II-21:\ Schema\ de\ la\ colonne\ utilisee\ pour\ le\ suivi\ des\ phases\ de\ de\ cantation$
FIGURE II-22 : COURBE DE KYNCH (1952), ZONE DE CHUTE LIBRE
Figure II-23 : Determination de la vitesse moyenne dans la zone de chute libre $\dots$ 113
FIGURE II-24 : METHODOLOGIE DE L'ANALYSE D'IMAGE
FIGURE II-25 : SEGMENTATION DE L'IMAGE BINAIRE : SEPARATION DU FOND ET DES OBJETS. 115
FIGURE II-26 : LES DIFFERENTES ETAPES DE TRAITEMENT DE L'IMAGE CONDUISANT A LA
SEPARATION DES FLOCS ET DES FILAMENTS
FIGURE III-1: METHODOLOGIE DE DEFINITION D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DU SBR 120
FIGURE III-2 : INITIALISATION DES SIMULATIONS AVEC LES DONNEES DU BENCHMARK PAR
TEMPS DE PLUIE ET PAR TEMPS SEC
Figure III-3 : Evolution de la DCO soluble au cours de 10 jours de fonctionnement
EN CYCLES DE 24 HEURES, VALEURS MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE
LIMOGES PAR TEMPS SEC
FIGURE III-4 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION DES FORMES SOLUBLES DE L'AZOTE AU
COURS DE $10$ JOURS DE FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE $24$ HEURES, VALEURS MOYENNES
DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE LIMOGES PAR TEMPS SEC

FIGURE III-5 : EVOLUTION DE LA DCO SOLUBLE AU COURS DE 10 JOURS DE FONCTIONNEMENT
EN CYCLES DE 24 HEURES, VALEURS MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE
LIMOGES PAR TEMPS DE PLUIE
FIGURE III-6 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION DES FORMES SOLUBLES DE L'AZOTE AU
COURS DE $10$ jours de fonctionnement en cycles de $24$ heures, valeurs moyennes
DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE LIMOGES PAR TEMPS DE PLUIE
FIGURE III-7 : EVOLUTION DE LA DCO SOLUBLE AU COURS DE 10 JOURS DE FONCTIONNEMENT
EN CYCLES DE 12 HEURES, VALEURS MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE
LIMOGES PAR TEMPS SEC
FIGURE III-8 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION DES FORMES SOLUBLES DE L'AZOTE AU
COURS DE $10$ JOURS DE FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE $12$ HEURES, VALEURS MOYENNES
DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE LIMOGES PAR TEMPS SEC
FIGURE III-9 : EVOLUTION DE LA DCO SOLUBLE AU COURS DE 10 JOURS DE FONCTIONNEMENT
EN CYCLES DE 12 HEURES, VALEURS MOYENNES DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE
LIMOGES EN TEMPS DE PLUIE
FIGURE III-10 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION DES FORMES SOLUBLES DE L'AZOTE AU
COURS DE 10 JOURS DE FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE 12 HEURES, VALEURS MOYENNES
DE L'EAU D'ENTREE DE LA STEP DE LIMOGES PAR TEMPS DE PLUIE
Figure III-11 : Evolution des concentrations en ions orthophosphate ( $ imes$ ) et en COD
( $\blacktriangle$ ) au cours d'un cycle de 12 heures a l'echelle du laboratoire
Figure III-12 : Evolution des concentrations en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ )
ET IONS NITRATE ( $\blacksquare$ ) AU COURS D'UN CYCLE DE $12$ HEURES A L'ECHELLE DU
LABORATOIRE
FIGURE III-13 : PROFILS D'EVOLUTION DU PH (TRAIT FIN) ET DU POTENTIEL REDOX (TRAIT
GRAS) AU COURS D'UN CYCLE DE 12 HEURES A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
FIGURE III-14: INITIALISATION DES SIMULATIONS POUR LA MODELISATION DES CYCLES DE $12$
HEURES A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
Figure III-15 : Adequation entre modele et experience pour la DCO soluble ( $\blacktriangle$ ) au
COURS D'UN CYCLE DE 12 H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
Figure III-16 : Adequation entre modele et experience pour les ions $NH_4^+(O)$ au
COURS D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
Figure III-17 : Adequation entre modele et experience pour les $IOSNO_3^-(O)$ au
COURS D'UN CYCLE DE 12 H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE

FIGURE III-18 : Comparaison des points experimentaux et du modele pour la DCO
SOLUBLE EN SORTIE DU SBR POUR 3 AGES DES BOUES POUR LES CYCLES DE 12 H A
L'ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE
FIGURE III-19 : COMPARAISON DES POINTS EXPERIMENTAUX ET DU MODELE POUR L'AZOTE
SOLUBLE EN SORTIE DU SBR POUR 3 AGES DES BOUES POUR LES CYCLES DE 12 H A
L'ECHELLE SEMI INDUSTRIELLE
FIGURE III-20 : Evolution des concentrations en ions orthophosphate ( $ imes$ ) et DCO
SOLUBLE ( $\blacktriangle$ ) AU COURS D'UN CYCLE DE 12 HEURES A L'ECHELLE SEMI - INDUSTRIELLE152
Figure III-21 : Evolution des concentrations en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ )
ET IONS NITRATE ( $\blacksquare$ ) AU COURS D'UN CYCLE DE $12$ HEURES A L'ECHELLE SEMI -
INDUSTRIELLE
FIGURE III-22 : Evolution du pH (trait plein) et de la vitesse de consommation
D'OXYGENE QO $_2X$ ( $ullet$ ) au cours d'un cycle de 12 h. Echelle semi-industrielle 152
FIGURE III-23 : INITIALISATION DES SIMULATIONS POUR LA MODELISATION DES CYCLES DE $12$
HEURES A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
Figure III-24 : Exemple d'adequation entre la DCO totale ( $\blacktriangle$ ) et le modele au
COURS D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
Figure III-25 : Exemple d'adequation entre la DCO soluble ( $ riangle$ ) et le modele au
COURS D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE III-26 : EXEMPLE D'ADEQUATION ENTRE LE MODELE ET L'EXPERIENCE POUR LES IONS
Ammonium $\mathrm{NH_4^+}(\mathbf{O})$ au cours d'un cycle de $12$ h a l'echelle semi-industrielle
FIGURE III-27 : EXEMPLE D'ADEQUATION ENTRE LE MODELE ET L'EXPERIENCE POUR LES IONS
NITRATE $NO_3^-(\blacksquare)$ au cours d'un cycle de 12h a l'echelle semi-industrielle 157
FIGURE III-28 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO SOLUBLE AU COURS DE LA
DECANTATION A DIFFERENTES PROFONDEURS POUR UN CYCLE DE $12$ H A L'ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE
FIGURE III-29 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS ORTHOPHOSPHATE AU COURS DE
LA DECANTATION A DIFFERENTES PROFONDEURS POUR UN CYCLE DE $12$ H ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE
FIGURE III-30 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS NITRATE AU COURS DE LA
DECANTATION A DIFFERENTES PROFONDEURS POUR UN CYCLE DE $12$ H A L'ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE

FIGURE III-31 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM AU COURS DE LA
DECANTATION A DIFFERENTES PROFONDEURS POUR UN CYCLE DE $12$ H ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE
FIGURE III-32 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO AU COURS DE LA DECANTATION A
UNE PROFONDEUR DE 1,3M ET COMPARAISON DU MODELE ET DE L'EXPERIENCE AU COURS
D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE III-33 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO AU COURS DE LA DECANTATION A
UNE PROFONDEUR DE $0,91$ m et comparaison du modele et de l'experience au cours
D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE III-34 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO AU COURS DE LA DECANTATION A
UNE PROFONDEUR DE $0,52$ m et comparaison du modele et de l'experience au
COURS D'UN CYCLE DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE III-35 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO AU COURS DE LA DECANTATION A
UNE PROFONDEUR DE $0,26$ M et comparaison du modele et de l'experience au cours
D'UN CYCLE DE 12H ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
Figure IV-1 : Methodologie d'utilisation du Benchmark pour l'amelioration de
L'ELIMINATION DE L'AZOTE
Figure IV-2 : Variabilite hebdomadaire de la DCO globale dans l'eau d'entree de
LA STATION DE LIMOGES
FIGURE IV-3 : VARIABILITE DE LA TENEUR EN AZOTE GLOBAL DANS L'EAU D'ENTREE DE LA
STATION DE LIMOGES
Figure IV-4: Evolution de la charge massique Cm ( $ imes$ ) et de la concentration en
DCO TOTALE ( $\blacktriangle$ ) APRES TRAITEMENT, AU COURS DU FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE 12
H A L' ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE IV-5 : Evolution de la charge massique CM ( $ imes$ ), de la concentration en
AZOTE GLOBAL (NGL) ( $\Box$ ) APRES TRAITEMENT ET DE LA NORME EN SORTIE AU COURS DU
FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE 12 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE IV-6 : Evolution de la charge massique CM ( $\times$ ), de la concentration en
PHOSPHORE TOTAL $(\diamondsuit)$ APRES TRAITEMENT ET DE LA NORME EN SORTIE AU COURS DU
FONCTIONNEMENT EN CYCLES DE 12H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
Figure IV-7: Initialisation des simulations pour l'amelioration de l'elimination de
L'AZOTE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
FIGURE IV-8 : RESULTATS DE LA SIMULATION CORRESPONDANT A L'ALLONGEMENT DE LA
PHASE D'ANOXIE, REPARTITION TEMPS SEC MOYEN EAU DE LIMOGES

FIGURE IV-9 : RESULTATS DE LA SIMULATION CORRESPONDANT A L'ALLONGEMENT DE LA
PHASE D'ANOXIE, REPARTITION TEMPS PLUIE MOYEN EAU DE LIMOGES
FIGURE IV-10 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate ( $ imes$ ) et de la
DCO SOLUBLE ( $\checkmark$ ), AMELIORATION DE LA DENITRIFICATION PAR ALLONGEMENT DE LA
PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
FIGURE IV-11 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS NITRATE ET IONS NITRITE (NOX)
( ■ ), DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM ( $O$ ), AMELIORATION DE LA
DENITRIFICATION PAR ALLONGEMENT DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU
LABORATOIRE
FIGURE IV-12 : COMPARAISON MODELE / EXPERIENCE, EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN
DCO SOLUBLE, AMELIORATION DE LA DENITRIFICATION PAR ALLONGEMENT DE LA PHASE
D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
FIGURE IV-13 : COMPARAISON MODELE / L'EXPERIENCE, EVOLUTION DE LA CONCENTRATION
EN IONS AMMONIUM, AMELIORATION DE LA DENITRIFICATION PAR ALLONGEMENT DE LA
PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
FIGURE IV-14 : COMPARAISON MODELE / L'EXPERIENCE, EVOLUTION DE LA CONCENTRATION
EN IONS NITRITE ET NITRATE, AMELIORATION DE LA DENITRIFICATION PAR ALLONGEMENT
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE176
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE
<ul> <li>DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE</li></ul>
DE LA PHASE D'ANOXIE, A L'ECHELLE DU LABORATOIRE

FIGURE IV-21 : COMPARAISON MODELE ASM1 / EXPERIENCE, EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM, AU COURS D'UN CYCLE DE 12 H AVEC AJOUT DE FIGURE IV-22 : COMPARAISON MODELE ASM1 / EXPERIENCE, EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS NITRITES ET IONS NITRATE, AU COURS D'UN CYCLE DE 12 H AVEC AJOUT DE CARBONE EXOGENE SOUS FORME D'ACETATE, A L' ECHELLE DU LABORATOIRE FIGURE IV-23 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS NITRATE ( AMMONIUM (O) AU COURS D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DE 12 H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, GESTION DE L'AERATION PAR AUGMENTATION DE L'ALTERNANCE DES FIGURE IV-24 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN DCO SOLUBLE ( $\blacktriangle$ ) ET EN IONS ORTHOPHOSPHATE (X) AU COURS D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DE 12 H A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, GESTION DE L'AERATION PAR AUGMENTATION DE L'ALTERNANCE DES FIGURE IV-25 : IMPACT DES VARIATIONS DE CHARGE SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN DCO AU COURS DES CYCLES DE 24 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, POUR UN AGE FIGURE IV-26 : IMPACT DES VARIATIONS DE CHARGE SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN NGL AU COURS DES CYCLES DE 24 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, POUR UN AGE DES FIGURE IV-27 : IMPACT DES VARIATIONS DE CHARGE SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN PTOTAL AU COURS DES CYCLES DE 24 H A L' ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, POUR UN AGE FIGURE IV-28 : IMPACT DES VARIATIONS DE CHARGE SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN MES AU COURS DES CYCLES DE 24 H A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE, POUR UN AGE DES FIGURE IV-29: INITIALISATION DES SIMULATIONS DE LONGUE DUREE POUR LE FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE EN CYCLES DE 24 HEURES FIGURE IV-30 : COMPARAISON MODELE / EXPERIENCE POUR LA DCO SOLUBLE EN SORTIE DU SBR AU COURS DES CYCLES DE 24 H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI
FIGURE  IV-31: COMPARAISON  modele  /  experience pour l'azote   soluble en sortiedu
$\operatorname{SBR}$ au cours des cycles de 24 h avec double remplissage a l'echelle semi
INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30J)
FIGURE IV-32 : Evolution de la concentration en ions nitrate ( $\blacksquare$ ), ions nitrite ( $\Box$ ),
IONS AMMONIUM (O) AU COURS D'UN CYCLE DE 24 H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L'
ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30 JOURS)
Figure IV-33 : Evolution de la concentration en DCO soluble ( $\blacktriangle$ ), et en AGV (*)
AU COURS D'UN CYCLE DE 24 H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L'ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30 JOURS)
FIGURE IV-34 : Evolution de la concentration en ions orthophophate ( $ imes$ ), et de la
CONCENTRATION EN PHB ( $\blacklozenge$ ) ET GLYCOGENE ( $\bigtriangleup$ ) RAMENE A LA CONCENTRATION EN
BIOMASSE AU COURS D'UN CYCLE DE 24 H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L'ECHELLE
SEMI-INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 30 JOURS)
FIGURE IV-35 : INITIALISATION DES SIMULATIONS : MODELISATION D'UN CYCLE DE
FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE EN CYCLES DE 24 HEURES
AVEC DOUBLE REMPLISSAGE
FIGURE IV-36: COMPARAISON MODELE $ASM1$ / experience pour l'evolution de la
CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM AU COURS D'UN CYCLE DE 24 H AVEC DOUBLE
REMPLISSAGE, A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 37J)201
FIGURE IV-37 : Comparaison modele $ASM1$ / experience pour l'evolution de la
CONCENTRATION EN IONS NITRATE ET EN IONS NITRITE AU D'UN CYCLE DE 24 H $$ AVEC
Double remplissage a l'echelle semi-industrielle (age des boues 37j) $201$
FIGURE IV-38 : Comparaison modele $ASM1$ / experience pour l'evolution de la
CONCENTRATION EN DCO TOTALE AU COURS D'UN CYCLE DE 24 H AVEC DOUBLE
REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE (AGE DES BOUES 37J)
Figure IV-39 : Evolution moyenne de la concentration en DCO en fonction du jour
DE LA SEMAINE ( $2$ prelevements par jour) pour l'eau entree de la station de
LIMOGES APRES PRE- TRAITEMENT
Figure IV-40 : Evolution moyenne de la concentration en phosphore total en
FONCTION DU JOUR DE LA SEMAINE (2 PRELEVEMENTS PAR JOUR) POUR L'EAU ENTREE DE
LA STATION DE LIMOGES APRES PRE- TRAITEMENT
FIGURE IV-41 : Evolution moyenne du pourcentage d'AGV par rapport a la DCO
TOTALE EN FONCTION DU JOUR DE LA SEMAINE (2 PRELEVEMENTS PAR JOUR) POUR L'EAU
ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES APRES PRE- TRAITEMENT

EXCLUDE IV $42 \cdot E_{VOLUTION}$ MOVENNE DU DOUDCENTACE DE DCO COLUDIE DAD DADODT A LA
PIGURE IV-42. EVOLUTION MOTENNE DU POURCENTAGE DE DCO SOLUBLE PAR RAPPORTA LA
DCO TOTALE EN FONCTION DU JOUR DE LA SEMAINE (2 PRELEVEMENTS PAR JOUR) POUR
L'EAU ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES APRES PRE- TRAITEMENT
FIGURE IV-43 : RELARGAGE ET RECONSOMMATION DES IONS ORTHOPHOSPHATE SELON QUE
L'ON AJOUTE DE L'EAU USEE ( $\blacksquare$ ) DE L'ACETATE ( $\blacktriangle$ ) OU DE L'EAU DISTILLEE ( $\diamondsuit$ ) 205
FIGURE IV-44 : IMPACT D'AJOUTS CROISSANTS D'ACETATE SUR LE RELARGAGE ET LA
RECONSOMMATION DES IONS ORTHOPHOSPHATE
FIGURE IV-45 : IMPACT D'AJOUTS CROISSANTS D'ACETATE SUR LE STOCKAGE PUIS LA
RECONSOMMATION DE PHB INTRACELLULAIRE
FIGURE IV-46: COMPARAISON ENTRE EXPERIENCE ET MODELE DE WENTZEL ET COLL. (1985)
POUR LA PREDICTION DE CINETIQUES DE RELARGAGE DE PHOSPHATES AVEC AJOUTS
CROISSANTS D'ACETATE
FIGURE IV-47 : IMPACT DE CONCENTRATIONS CROISSANTES EN IONS ORTHOPHOSPHATE DANS
L'EAU D'ENTREE SUR LE RELARGAGE ET LA RECONSOMMATION D'IONS ORTHOPHOSPHATE
EN CONDITION NON LIMITANTE D'APPORT D'AGV (70 MGO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )
FIGURE V-1 : POINTS DE CONTROLE DU PROCEDE SBR, ET CHOIX DE PARAMETRES ET DE
PROCEDURES
FIGURE V-2 : VARIATIONS DE LA CONCENTRATION EN DCO TOTALE DANS L'EAU D'ENTREE DE
LA STATION DE LIMOGES
FIGURE V-3 : VARIATIONS DE LA CONCENTRATION EN MATIERES EN SUSPENSION MES DANS
L'EAU D'ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES
Figure V-4 : Variations de la concentration en azote global dans l'eau d'entree de
LA STATION DE LIMOGES
FIGURE V-5 : VARIATIONS DE LA CONCENTRATION EN PHOSPHORE GLOBAL DANS L'EAU
D'ENTREE DE LA STATION DE LIMOGES
FIGURE V-6 : CORRELATION ENTRE LA MESURE DE LA DCO TOTALE DANS L'EAU D'ENTREE ET
LA MESURE DE L'ABSORBANCE A 254 NM
Figure V-7 : Correlation entre la mesure de la concentration en $ MES $ dans l'eau
D'ENTREE ET LA MESURE DE L'ABSORBANCE A 546 NM
FIGURE V-8 : CORRELATION ENTRE LA VALEUR DE LA CONCENTRATION EN AZOTE GLOBAL
DANS L'EAU D'ENTREE ET LA VALEUR DE L'ABSORBANCE A 254 NM
FIGURE V-9 : Correlation entre la valeur de la concentration en phosphore global
DANS L'EAU D'ENTREE ET LA VALEUR DE L'ABSORBANCE A 254 NM

FIGURE V-10 : VARIATION DE CHARGE MASSIQUE (KGDBO<sub>5</sub>.KGMES<sup>-1</sup>.CYCLE<sup>-1</sup>) (□) ET EVOLUTION DE L'AGE DES BOUES (\*) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE (4,5L), ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE...... 221 FIGURE V-11 : EVOLUTION DE LA TURBIDITE ( $\times$ ) ET DE LA CONCENTRATION EN COD ( $\blacktriangle$ ) EN SORTIE DU SBR APRES UNE AUGMENTATION BRUTALE DE LA CHARGE AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE (4,5L) A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, ALIMENTE AVEC FIGURE V-12 : EVOLUTION DU TAUX D'ABATTEMENT DE LA DCO APRES UNE VARIATION DE CHARGE AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE FIGURE V-13 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN COD AU COURS D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DE 12H AVANT ET APRES LA VARIATION DE CHARGE, A L'ECHELLE DU FIGURE V-14 : EFFETS D'UNE VARIATION DE LA CHARGE MASSIQUE SUR L'EVOLUTION DE L'INDICE DE DECANTATION (igoddot) ET DE LA VITESSE MAXIMALE DE DECANTATION ( $\Box$ ) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE (4,5L) A L' ECHELLE DU LABORATOIRE, ALIMENTE FIGURE V-15 : CORRELATION ENTRE L'INDICE DE DECANTATION ET L'ABSORBANCE A 546 NM  $(\triangle)$  ET ENTRE L'INDICE DE DECANTATION ET LA TURBIDITE (\*) LORS DE L'AUGMENTATION DE LA CHARGE MASSIQUE AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE (4,5L), ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE...... 224 FIGURE V-16 : PHOTOGRAPHIE DES FLOCS DE BOUES PRISE A T 6 JOURS AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU REACTEUR A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L, ALIMENTE FIGURE V-17 : PHOTOGRAPHIE DES FLOCS DE BOUES PRISE A T 14 JOURS (JOUR DU CHANGEMENT DE CHARGE) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU REACTEUR A L'ECHELLE FIGURE V-18 : PHOTOGRAPHIE DES FLOCS DE BOUES PRISE A T 19 JOURS (PIC DE TURBIDITE) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU REACTEUR A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L, FIGURE V-19 : PHOTOGRAPHIE DES FLOCS DE BOUES PRISE A T 21 JOURS (RETOUR TURBIDITE NORMALE) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU REACTEUR A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, 

FIGURE V-20 : EVOLUTION DE LA SURFACE DES FLOCS AU COURS DU FONCTIONNEMENT A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L,ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE FIGURE V-21 : EVOLUTION DU NOMBRE DE FILAMENTS PAR IMAGE COURS DU FONCTIONNEMENT A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L, ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE FIGURE V-22 : EVOLUTION DE LA LONGUEUR DES FILAMENTS AU COURS DU FONCTIONNEMENT A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L, ALIMENTE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE FIGURE V-23 : EVOLUTION DE LA FRACTION DE FILAMENTS PAR IMAGE AU COURS DU FONCTIONNEMENT A L'ECHELLE DU LABORATOIRE, PILOTE 4,5L, ALIMENTE AVEC UN FIGURE V-24 : CORRELATION ENTRE LA LONGUEUR DES FILAMENTS ET L'INDICE DE DECANTATION APRES LA VARIATION DE CHARGE (ENTRE LE JOUR T 14 ET LE JOUR T 22) 228 FIGURE V-25 : CORRELATION ENTRE LE NOMBRE DE FILAMENTS ET L'INDICE DE DECANTATION FIGURE V-26 : CORRELATION ENTRE LA TURBIDITE ET LA LONGUEUR DES FILAMENTS APRES LA FIGURE V-27 : CORRELATION ENTRE LA TURBIDITE ET LE NOMBRE DE FILAMENTS APRES LA FIGURE V-28 : EVOLUTION DE LA CHARGE MASSIQUE DE L'EAU D'ENTREE (TRAIT PLEIN) ET DE LA TURBIDITE DE L'EAU DE SORTIE (×) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE EN FIGURE V-29 : Evolution de l'indice de decantation ( $\bullet$ ) et de la charge massique de L'EAU D'ENTREE (TRAIT PLEIN) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE EN CYCLES DE FIGURE V-30 : EVOLUTION DE LA VITESSE MAXIMALE DE DECANTATION ET DE LA CHARGE MASSIQUE DE L'EAU D'ENTREE AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE EN CYCLES DE FIGURE V-31 : CORRELATION ENTRE LA VITESSE MAXIMALE DE DECANTATION ET L'INDICE DE DECANTATION AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE EN CYCLES DE 12 HEURES A 

Figure V-32 : Evolution de l'indice de decantation ( $ullet$ ) et de la vitesse maximale de
DECANTATION ( $\Box$ ) EN FONCTION DE LA TURBIDITE AU MOMENT DE L'ARRET DE LA POMPE
D'ALIMENTATION
Figure V-33: Evolution de la concentration en DCO soluble ( $\checkmark$ ) et du PH au cours
D'UN CYCLE DE 24H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE 235
FIGURE V-34 : Evolution de la concentration ions orthophosphate (×) et du pH au
COURS D'UN CYCLE DE 24H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L' ECHELLE SEMI-
INDUSTRIELLE
FIGURE V-35 : Evolution des concentrations en ions nitrate ( $\blacksquare$ ), ions nitrite ( $\Box$ ) ,
IONS AMMONIUM (O) ET DU PH AU COURS D'UN CYCLE DE 24H AVEC DOUBLE
REMPLISSAGE, A L'ECHELLE SEMI –INDUSTRIELLE
FIGURE V-36 : Evolution des concentrations en ions nitrate ( $\blacksquare$ ), ions nitrite ( $\Box$ )
ions ammonium (O) et du potentiel redox (Eh) au cours du cycle de 24h avec
DOUBLE REMPLISSAGE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE V-37 : Evolution de la concentration en 10NS orthophosphate (×) et du
POTENTIEL REDOX (EH) AU COURS DU CYCLE DE 24H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE A
L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
FIGURE V-38: EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS AU COURS D'UN
CYCLE DE 24 HEURES A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE
Figure V-39: Evolution des concentrations en ions nitrate ( $\blacksquare$ ), ions ammonium (O)
DE LA DCO SOLUBLE ( $\bigstar$ ) Et de la vitesse de consommation d'oxygene qO2X
(TRAIT GRAS) AU COURS D'UN CYCLE DE $24$ H AVEC DOUBLE REMPLISSAGE, A L'ECHELLE
SEMI-INDUSTRIELLE
$\label{eq:Figure V-40} Figure \ V-40: Methodologie \ de \ controle \ \ de \ la \ phase \ aerobie \ \dots \ 242$
$FIGURE V-41: METHODOLOGIE \ DE \ CONTROLE \ DES \ PHASES \ ANOXIQUES \ \dots \ 244$
FIGURE V-42 : Effet des variations de charge massique (×) a l'entree du reacteur
SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN DCO ( $\bigstar$ ) APRES TRAITEMENT, A L'ECHELLE DU
PILOTE SEMI-INDUSTRIEL AVEC GESTION DE LA DUREE DES PHASES PAR UN ALGORITHME DE
CONTROLE
FIGURE V-43 : EFFET DES VARIATIONS DE CHARGE MASSIQUE ( $\times$ ) A l'entree du reacteur
SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN AZOTE GLOBAL ( $\blacksquare$ ) APRES TRAITEMENT, A
L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL AVEC GESTION DE LA DUREE DES PHASES PAR UN
ALGORITHME DE CONTROLE

FIGURE V-44 : Effet des variations de charge massique ( $\times$ ) a l'entree du reacteur
SUR LA CONCENTRATION DE SORTIE EN PHOSPHORE TOTAL ( $\diamondsuit$ ) APRES TRAITEMENT, A
L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL, AVEC GESTION DE LA DUREE DES PHASES PAR UN
ALGORITHME DE CONTROLE
Figure V-45 : Evolution de la charge massique ( $\times$ ) et de la duree globale du cycle (
igodoldlet) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE AVEC
GESTION DE LA DUREE DES PHASES PAR UN ALGORITHME DE CONTROLE
FIGURE V-46 : CORRELATION ENTRE LA VITESSE MOYENNE DE CHUTE LIBRE ET L'INDICE DE
DECANTATION
FIGURE V-47 : Evolution des valeurs de l'indice de decantation a la fin des
PRINCIPALES PHASES DU CYCLE AUTOMATISE, A L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL
FIGURE V-48 : Evolution de la vitesse initiale de decantation a la fin des principales
PHASES D'UN CYCLE AUTOMATISE, A L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL
FIGURE V-49 : Evolution des concentrations en Glycogene (batonnets blancs) et en
PHB (BATONNETS NOIRS) A LA FIN DES PRINCIPALES PHASES DU CYCLE AUTOMATISE, A
L'ECHELLE DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL
FIGURE V-50 : Evolution de la charge massique Cm (trait plein) et de la turbidite
( $ imes$ ) d l'eau de sortie au cours du fonctionnement du pilote semi-industriel en
MODE AUTOMATISE
FIGURE V-51 : EVOLUTION DE LA CHARGE MASSIQUE CM ( $\times$ ) ET DE L'INDICE DE DECANTATION
(ullet) au cours du fonctionnement du pilote semi-industriel en mode automatise
FIGURE V-52 : Evolution de la charge massique Cm (×) et de la vitesse maximale de
DECANTATION ( $\Box$ ) AU COURS DU FONCTIONNEMENT DU PILOTE SEMI-INDUSTRIEL EN MODE
AUTOMATISE
FIGURE V-53 : Evolution de la concentration en ions ammonium ( $O$ ), ions nitrite ( $\Box$ )
ET NITRATE (■) ET DU PH ( TRAIT PLEIN), DETECTION DE LA FIN DE LA NITRIFICATION EN
PHASE AEROBIE A L'AIDE DU PROFIL D'EVOLUTION DU PH (MINIMUM) POUR LE CYCLE
AUTOMATISE A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE

FIGURE V-54 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM (O), IONS NITRITE ( $\Box$ ) ET NITRATE (■), DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS (-) ET DE LA VITESSE DE CONSOMMATION D'OXYGENE PAR LA BIOMASSE  $QO_2X$  (TRAIT PLEIN GRAS) ET DETECTION DE LA FIN DE LA NITRIFICATION EN PHASE AEROBIE 1 A L'AIDE DU PROFIL D'EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS POUR LE CYCLE AUTOMATISE A L'ECHELLE FIGURE V-55 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM (O), IONS NITRITE ( ET NITRATE (■), DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS (-) ET DE LA VITESSE DE CONSOMMATION D'OXYGENE PAR LA BIOMASSE  $QO_2X$  (TRAIT PLEIN GRAS) ET DETECTION DE LA FIN DE LA NITRIFICATION EN PHASE AEROBIE 2 A L'AIDE DU PROFIL D'EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS POUR LE CYCLE AUTOMATISE A L'ECHELLE FIGURE V-56 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS AMMONIUM (O), IONS NITRITE ( $\Box$ ) ET NITRATE (■) ET DU POTENTIEL REDOX (TRAIT PLEIN) ET DETECTION DE LA FIN DE LA DENITRIFICATION EN PHASE ANOXIOUE A L'AIDE DU PROFIL D'EVOLUTION DU POTENTIEL REDOX, DETECTION DU POINT D'INFLEXION POUR LE CYCLE AUTOMATISE A L'ECHELLE FIGURE V-57 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS ORTHOPHOSPHATE ( $\times$ ), PHB ( $\blacklozenge$ ) ET GLYCOGENE ( $\Delta$ ) AU COURS DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT ET COMPARAISON AU PROFIL D'EVOLUTION DU PH (TRAIT PLEIN) ET DE LA DETECTION DE LA FIN DES PHASES FIGURE V-58 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS ORTHOPHOSPHATE ( $\times$ ), PHB ( $\blacklozenge$ ) ET GLYCOGENE ( $\Delta$ ) AU COURS DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT ET COMPARAISON AU PROFIL D'EVOLUTION DU DE LA CONCENTRATION EN OXYGENE DISSOUS (-) ET DE LA VITESSE DE CONSOMMATION D'OXYGENE (TRAIT GRAS), DETECTION DE LA FIN DES PHASES FIGURE V-59 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN IONS ORTHOPHOSPHATE (×), EN PHB  $(\blacklozenge)$  ET EN GLYCOGENE  $(\bigtriangleup)$  AU COURS DU CYCLE DE FONCTIONNEMENT ET COMPARAISON AU PROFIL D'EVOLUTION DU POTENTIEL REDOX (TRAIT PLEIN), DETECTION DE LA FIN DES PHASES ANOXIQUES POUR LES CYCLES AUTOMATISES A L'ECHELLE SEMI-INDUSTRIELLE 265 FIGURE V-60 : ETUDE DES POINTS DU CONTROLE DU PROCEDE SBR : CHOIX D'UNE METHODE 

Liste des abréviations

AGV : Acide gras volatil

- ASM : Activated Sludge Model
- C : Concentration en MES  $(g.L^{-1})$
- $C_0$ : Concentration initiale en MES (g.L<sup>-1</sup>)
- Cm : Charge massique (kg DBO<sub>5</sub>.kg MES<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup>)
- Cv : Charge volumique (kg DBO<sub>5</sub>.m<sup>-3</sup>.j<sup>-1</sup>)
- CO : Capacité d'oxygénation (kg.m<sup>-3</sup>.h<sup>-1</sup>)
- D : décantation
- DCO : Demande Chimique en Oxygène ( $mgO_2.L^{-1}$ )
- DBO<sub>5</sub> : Demande Biochimique en Oxygène sur 5 jours (mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>)
- COD : Carbone organique dissous mg  $C.L^{-1}$
- EH : Equivalent Habitant
- ERU : Eau Résiduaire Urbaine (mélange d'eaux usées domestiques et industrielles)
- GAO : Glycogen Accumulating Organisms
- HRT : Temps de rétention hydraulique en h ou en j
- $k_La$ : Coefficient de transfert d'oxygène (h<sup>-1</sup>)
- MES : Concentration en Matières en Suspensions (g.L<sup>-1</sup>)
- MVS : Concentration en Matières Volatiles en Suspension (g.L<sup>-1</sup>)
- MM : Concentration en Matières Minérales (g.L<sup>-1</sup>)
- NGL : Azote global mgN.L<sup>-1</sup>
- NTK : Azote Kjeldhal mgN.L<sup>-1</sup>
- Norg : Azote organique mgN.L<sup>-1</sup>
- N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>: Concentration en azote sous forme ammoniacale (mgN.L<sup>-1</sup>)
- N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>: Concentration en azote sous forme d'ions nitrate (mgN.L<sup>-1</sup>)
- N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>: Concentration en azote sous forme d'ions nitrite (mgN.L<sup>-1</sup>)
- N-NO<sub>X</sub>: Concentration en ions nitrate et nitrites (mgN.L<sup>-1</sup>)
- $P-PO_4^{3-}$ : Concentration en phosphore sous forme d'ions orthophosphate (mgP.L<sup>-1</sup>)
- PAO : Polyphosphates Accumulating Organisms
- PHA : Poly-beta-hydroxyalcanoates
- PHB : Poly-beta-hydroxybutyrates
- Ptotal : Concentration en phosphore total (mgP.L<sup>-1</sup>)
- R : Remplissage
- R': Repos
- $r_{O2}$ : Vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse (mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>)

- $qO_2$ : Vitesse spécifique de consommation d'oxygène (mgO<sub>2</sub>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>)
- STEP : Station d'épuration
- SRT : Sludge rétention time (j) ou âge des boues
- S : Concentration en substrat (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $S_I$ : Concentration en DCO inerte soluble (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $S_S$ : Concentration en DCO soluble facilement biodégradable (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $S_0$ : Concentration en oxygène dissous (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $S_{NH}$ : Concentration en azote ammoniacal (mgN.L<sup>-1</sup>)
- $S_{NO}$ : Concentration en azote nitrique et nitreux (mgN.L<sup>-1</sup>)
- $S_{ND}$ : Concentration en azote organique soluble biodégradable (mgN.L<sup>-1</sup>)
- $S_{NI}$ : Concentration en azote organique soluble inerte (mgN.L<sup>-1</sup>)
- SVI (Sludge Volume Index) : Indice de décantation ou index volumétrique de boue ml.g<sup>-1</sup>
- $\theta$ : Coefficient de température dans l'équation d'Arrhénius
- $v_0$  ou  $V_0$ : Vitesse maximale de décantation (m.h<sup>-1</sup>)
- V : Vidange
- X : Concentration des boues activées (g MVS.L<sup>-1</sup>)
- $X_{B,A}$ : Concentration en biomasse autotrophe (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $X_{B,H}$ : Concentration en biomasse hétérotrophe (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $X_I$ : Concentration en DCO inerte particulaire (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- $X_S$ : Concentration en DCO hydrolysable particulaire (mgDCO.L<sup>-1</sup>)
- X<sub>ND</sub> : Concentration en azote organique particulaire lentement biodégradable (mgN.L<sup>-1</sup>)
- $X_{NI}$ : Concentration en azote organique particulaire inerte (mgN.L<sup>-1</sup>)

#### INDICES

- 0 : Initial ou dans l'eau d'entrée à t0
- i : Initial pour les boues à t0
- m : Moyen

## INTRODUCTION GENERALE

## Introduction Générale

Minimiser les risques sanitaires engendrés par les eaux souillées, restreindre les impacts des rejets aqueux sur les milieux naturels, respecter les contraintes environnementales, minimiser la production de boues et la qualité des ces dernières, garantir les performances des installations de dépollution, maintenir la qualité des services publics d'assainissement, respecter les coûts de production et, plus prosaïquement, respecter à tout moment les directives européennes et les législations françaises sont les impératifs majeurs des exploitants de stations d'épuration, des gestionnaires des services des eaux et des responsables des collectivités territoriales.

La fiabilisation des unités de dépollution des eaux usées reste une gageure pour les concepteurs de stations. Ils doivent intégrer à leur création, la maîtrise de traitements biologiques versatiles, une matière première capricieuse à composition en différents constituants variables spatio-temporellement, et des exigences de traitement perpétuelles mais évolutives. Le tout pour le moindre coût.

Les réacteurs discontinus séquentiels bénéficient d'un regain d'intérêt depuis une dizaine d'années avec les travaux de BRENNER et coll. (1997), IRVINE et coll. (1997), KELLER et coll. (1997), (2001) et les développements proposés en France par l'INRA de Narbonne (DELGENES et coll., 1998, BERNET et coll., 1998, 2000, TORRIJOS et coll. 1997....). En effet, ces procédés offriraient des coûts d'investissement et d'exploitation réduits par rapport à un procédé à boues activées et auraient un large spectre d'applications, tant sur la typologie de l'eau à traiter que les éléments à éliminer. Scientifiquement, ils présentent l'avantage d'être soumis à un régime de fonctionnement discontinu, tant au niveau de l'alimentation en matière première, que de la fourniture d'oxygène. A la différence d'un procédé continu, ils dévoilent à l'observateur scientifique attentif, les évolutions de tous les composés et offrent ainsi les possibilités d'interprétation des phénomènes se déroulant en son sein, au cours du temps.

La conception d'un procédé d'épuration adaptatif, modulable, circonvenant les dysfonctionnements éventuels, nécessite la mise en place d'une méthodologie rigoureuse, l'utilisation d'outils du génie des procédés adaptés, la minimisation des expérimentations en laboratoire et leur validation stricte à pleine échelle, la conception de protocoles de contrôle simples mais robustes, et la vigilance sur les coûts engendrés.

Le travail présenté dans ce document s'appuie sur l'optimisation d'un réacteur discontinu séquentiel (Sequencing Batch Reactor ou SBR) devant traiter le carbone, l'azote, le phosphore et les matières en suspension (MES), et ce quelle que soit la composition de l'eau d'entrée, pour d'une part, proposer aux collectivités un système de traitement fiable, évolutif et modulable et d'autre part, pour valider une approche méthodologique rigoureuse susceptible d'être appliquée à tout type d'eaux (urbaines et industrielles), voire à d'autres procédés biologiques de traitement d'eau.

Cette méthodologie utilise comme fondement principal la validation des hypothèses de travail par un simulateur de procédé de traitement de l'eau (désigné sous le terme anglais de « Benchmark » dans ce document) proposé dans le cadre de l'action européenne concertée COST 624 «Optimal Management of Wastewater Systems ». Ce Benchmark associe un modèle de traitement des eaux globalement reconnu par la communauté scientifique internationale (ASM n°1 de HENZE et coll., 1986) et un modèle de décantation reposant sur des équations classiques de sédimentation de zones (TACKACS et coll., 1991). L'association de ces deux modèles permet de simuler le fonctionnement d'un système d'épuration à boues activées.

Les fonctions "objectifs" définies pour l'acceptation des résultats des simulations sont :

→ Le traitement des pollutions carbonées, azotées et/ou phosphorées par une gestion temporelle des cycles de fonctionnement.

→ Une réponse adaptée aux variations des charges organiques soit par un contrôle en ligne fiable des réactions, soit par une connaissance immédiate des entrants.

→ La gestion de la productivité des réacteurs par l'optimisation des vitesses de réaction.

 $\rightarrow$ Une assurance de bonne qualité de séparation liquide – solide *via* un contrôle de l'évolution structurelle des flocs bactériens.

Le résultat des simulations est associé à une série d'expérimentations, en laboratoire et sur pilote, dont les objectifs sont de valider « *a minima* » les hypothèses contenues dans les scénarios de fonctionnement, d'identifier les paramètres primordiaux et surtout, de comprendre, d'expliquer et de remédier aux dysfonctionnements éventuels mais récurrents.

La première partie du mémoire fait le point sur : 1) Les connaissances relatives au procédé SBR, en insistant particulièrement sur sa grande modularité et sa capacité à effectuer le traitement du carbone, de l'azote, du phosphore et des MES. 2) La formalisation des processus d'épuration biologique au travers de la description du modèle ASM1, et de méthodes d'identification de ses variables, et sur la formalisation des processus de décantation. 3) Les méthodes de contrôle et de fiabilisation du procédé SBR.

La deuxième partie est consacrée à la présentation des pilotes, des techniques et des méthodes utilisées.

La difficulté, dans la gestion d'un procédé SBR, est de définir la temporisation de chacune des phases. De manière originale, nous proposons dans la troisième partie de valider les données éparses de la bibliographique par l'utilisation du Benchmark. Ainsi, et de manière économique, nous définirons des cycles de fonctionnement théoriquement susceptibles de traiter de manière optimale le carbone, l'azote, le phosphore et les MES. Les meilleurs cycles seront testés expérimentalement.

Dans une quatrième partie, nous développons l'utilisation du Benchmark à l'élaboration de différentes stratégies d'amélioration de l'élimination de l'azote. Nous proposons à l'issue de cette étude un nouveau cycle de fonctionnement, long de 24 heures, avec ajout de carbone intermédiaire. Une étude expérimentale de la déphosphatation nous permettra d'en définir les points critiques.

Enfin, la cinquième partie, sera consacrée à la présentation de points de contrôle du procédé SBR à différents niveaux : qualité de l'eau d'entrée, de l'eau de sortie et de la décantation, et avancement des phases de réactions biologiques. Nous retiendrons une méthode de contrôle et de fiabilisation du fonctionnement, fondée sur l'utilisation conjointe de trois capteurs : pH, potentiel rédox, oxygène dissous, méthode mise en oeuvre à l'échelle semi-industrielle.

Enfin, nous conclurons par les perspectives technologiques et scientifiques offertes par cette étude.

# CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

L'étude bibliographique s'est attachée à faire le point sur les trois domaines nécessaires à la mise au point et à l'optimisation d'un procédé SBR. Ces trois domaines sont :

➤ La description du procédé SBR.

La modélisation des processus et l'identification des paramètres.

>Le contrôle et l'automatisation des réacteurs discontinus séquentiels.

Le plan de ce chapitre suit la logique qui nous a permis de finaliser le système d'épuration du procédé SBR (figure I-1) et d'établir la méthodologie d'étude.

Le premier chapitre présente précisément le procédé de réacteur séquentiel (SBR) en mettant l'accent sur les potentialités d'un tel système au traitement de composés spécifiques tels que le carbone, l'azote et le phosphore.

La formalisation des phénomènes d'épuration est rapportée dans le deuxième chapitre par la description des modèles mathématiques classiquement utilisés pour simuler les installations à boues activées. Nous insistons sur les méthodes d'identification des variables élaborées pour assurer la fiabilité des simulations.

Enfin nous décrirons les méthodes de contrôle, de fiabilisation et d'automatisation du SBR dans la dernière partie.



Figure I-1: Schéma de principe de la logique suivie lors de l'étude bibliographique.

### 1. <u>Application à l'étude d'un procédé biologique à</u> <u>culture libre : le SBR</u>

Les réacteurs discontinus séquentiels, communément appelés SBR (Sequencing Batch Reactor) regroupent des procédés dans lesquels les phases de réactions biologiques et les processus de décantation sont effectués au sein d'un bassin unique. Ces procédés, dont les premières implantations sont antérieures aux systèmes à boue activée, ont gagné un regain d'attractivité du fait de leurs avantages reconnus :efficacité, modularité, adaptabilité, automatisation possible.

De plus, le procédé SBR, en comparaison avec un procédé continu, exerce une pression de sélection en jouant sur les différentes cinétiques de croissance relativisant la présence de l'une ou l'autre des espèces de micro-organismes. La conséquence est la minimisation de l'apparition de bactéries filamenteuses par l'application de conditions d'alimentation et de non alimentation. D'autre part, le procédé SBR présente un intérêt par rapport aux procédés continus en relation avec les cinétiques de réactions : à la fin du remplissage les concentrations en substrat et donc les vitesses sont maximales.

Cette partie bibliographique décrit de manière exhaustive le fonctionnement des SBR et leurs applications ainsi que les variables d'actions et les systèmes mis en place pour en assurer la fiabilité au traitement contrôlé du carbone, de l'azote, du phosphore et des matières en suspension.

#### 1.1. <u>Définition du procédé</u>

#### 1.1.1. <u>Contexte historique et économique</u>

On pourrait dater les premières informations sur les SBR du début du 20ème siècle. Si les années 50 ont connu un faible développement à ce procédé, les années 70 ont véritablement activé l'intérêt des chercheurs pour ce procédé avec les études de IRVINE et coll. (1987) dans le cadre de son application à des eaux usées industrielles ou urbaines.

Les années 90 sont elles aussi marquées par le retour à un intérêt prononcé pour ce type de procédé et en particulier en ce qui concerne l'utilisation du SBR dans le traitement des effluents issus de l'industrie agroalimentaire ou de l'agriculture (BERNET et coll., 1998; TORRIJOS et coll., 1994, 1997).

A l'heure actuelle, certaines sociétés commercialisent des SBR de différents types permettant l'épuration d'un large panel d'eaux usées, notamment en Amérique du Nord et les pays d'application se situent en Amérique du Nord et du Sud, en Europe du Nord, et en Asie du Sud-Est, mais ce procédé est rarement utilisé à grande échelle en Europe centrale et du Sud.

#### 1.1.2. <u>Définition : description des différentes étapes</u>

Le procédé SBR (de l'anglais Sequencing Batch Reactor) est un procédé discontinu en culture mixte à biomasse en suspension. Le traitement des effluents urbains par réacteurs discontinus séquentiels constitue une solution alternative aux traitements par systèmes à boues activées continus en effectuant le traitement du carbone, la séparation liquide-solide et l'élimination des nutriments au sein d'un bassin unique grâce à une gestion adéquate des cycles temporels de réaction. L'alternance de phases aérées et anoxiques, suivie d'une période de décantation, conduit en théorie à l'élimination quasi totale des ions nitrate formés lors de la phase de nitrification aérobie, de la pollution carbonée et phosphorée.

Le fonctionnement d'un SBR se décompose en cinq opérations de base au cours d'un cycle de fonctionnement : le remplissage, la réaction, la décantation statique, la purge (vidange du réacteur), puis le repos (figure I-2).



Figure I-2: Les différentes étapes du cycle de fonctionnement d'un SBR

Les recommandations pour le temps imparti à chaque étape du cycle (remplissage, réaction, décantation statique, vidange, repos) sont fonction du degré et du type d'épuration souhaité.

Le tableau I-1 montre que la durée d'un cycle de traitement pour une eau usée résiduaire urbaine (ERU) s'étend de 4 à 36 heures.

Type d'effluent	Eléments visés	Durée du cycle	Auteurs
		(h)	
Effluent synthétique	CNP	8	LEE et coll.
acétate de sodium			(2001) b)
Effluent synthétique	CNP	12	BELIA et SMITH
acétate			(1997)
Eau usée	CNP	8	CUEVAS – RODRIGUEZ
			et coll. (1998)
Eau usée urbaine	CNP	36	GARZON-ZUNIGA et
			GONZALES-MARTINEZ
			(1996)
Eau usée urbaine pré	CNP	4	BERNADES et coll.
décantée			(1996) a)
Eau usée petite collectivité	CNP	6, 8, 12	RIM et coll.(1997)
-			
Eau usée	CNP	12	UMBLE et KETCHUM,
			1997
Eau résiduaire urbaine	CNP	6	BANAS et coll. (1999)
			KABACINSKI et coll.
			(1998)
Eau résiduaire urbaine	CN	8 été	OLESZKIEWICZ et
		12 (hiver)	BERQUIST (1988)
Eau usée urbaine	CNP	12	MUNOZ-COLUNGA et
			GONZALEZ-
			MARTINEZ
			(1996)
Eau usée urbaine, rajout	CNP	8	KIM et coll. (2001)
acétate			
Eau usée urbaine	CNP	4	DEMOULIN et coll.
Autriche			(1997)
Eau usée urbaine	CNP	6	JOHANSEN et coll.
Danemark			(1997)
Eau résiduaire urbaine	CNP	4	KELLER et coll. (2001)

Tableau I-1 : Exemples de durées globales des cycles de fonctionnement pour le traitement des ERU réelles ou de synthèse pour un procédé SBR

#### 1.1.2.1. Le remplissage

Cette période correspond à la réception de l'effluent à traiter et est fonction du débit d'entrée. Les différents types de remplissage sont reportés dans le tableau I-2.

#### • Les différents modes de remplissage et leur intérêt

Le remplissage peut être statique, mélangé ou aéré, en fonction des objectifs du traitement. Un remplissage statique permet de réduire les coûts énergétiques et d'avoir une forte concentration en substrat à la fin du remplissage.

Un remplissage en anoxie et sous agitation favorise les phénomènes de dénitrification pour autant que des ions nitrate soient initialement présents, tout en induisant des conditions anaérobies propices à l'élimination du phosphore. Un remplissage aérobie présente l'avantage de dégrader les polluants au fur et à mesure de leur arrivée dans le réacteur et de circonvenir à d'éventuelles inhibitions par le substrat ou par un composant de l'effluent. Le gradient de concentration du remplissage discontinu évite le développement de bactéries filamenteuses en favorisant la croissance des bactéries formant des flocs à condition que l'azote ne soit pas un facteur limitant (SHEKER et coll., 1993).

#### • Les dynamiques de remplissage

Différentes stratégies de remplissage ont été envisagées comme le **mode de remplissage quasi continu** ou le **remplissage pendant les phases de décantation et de repos**. Enfin, le procédé SBR peut être utilisé en mode « alimentation continue ». Dans ce cas, une cuve séparée est utilisée pour la décantation et la concentration (MANGAT et ELEFSNIOTIS, 1999).

Le remplissage quasi continu aboutit à des performances identiques à celles d'un SBR classique (LIN et CHENG, 2001) et ce à moindres coûts. La dénitrification exogène est ainsi favorisée en fournissant de manière permanente une source de carbone (SCHLEYPEN et coll., 1997). La nitrification, la dénitrification et la déphosphatation sont plus stables que dans les systèmes classiques et ce pour une charge équivalente. D'autres auteurs ont choisi de valoriser les phases de repos, de décantation et de vidange pour effectuer le remplissage permettant ainsi d'augmenter la productivité du réacteur (ARNZ et coll 2000) et en favorisant la dénitrification (US Patent No 5,525,231), (KELLER et coll., 2001).

#### • Etude du ratio temps de remplissage / temps de réaction

Le tableau I-2 montre que, pour un effluent toxique, la durée de remplissage varie de 1% à 17% du temps total d'un cycle de fonctionnement.

Dans le cas des eaux usées très chargées en matières organiques comme les abattoirs, le temps de remplissage représente 30 à 40% de la durée totale, alors que pour d'autres effluents issus de l'industrie agro-alimentaire ce pourcentage est de l'ordre de 1 à 5%. Dans le cas des **eaux usées urbaines** les **temps de remplissage** sont très variables et vont de 1 à 25 % de la **durée totale du cycle (soit en moyenne 8%)**. Selon FRANTA et WILDERER (1997) une phase de remplissage courte favorise les gradients de concentration et améliore les vitesses d'élimination.

Type d'effluent	Elément visé	% durée totale	Ratio	Auteurs
(Durée cycle)		(Type de remplissage)	$t_{remplissage}/t_{réaction}$	
Eau usée synthétique	Ν	1%	0,01	GLASS et
nitrates et en sels		(Anoxique)		(1000)
Acide dichlorophénoxy		1%3%4%	0.01	MANGAT et
Acétique	С	(Aérobie)	0.04	ELEFNIOTIS (1999)
3HRT : 24, 12, 8h (6h)		× ,	0,05	, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
Effluent synthétique acétate de sodium	CNP	6% (Anaérobie)	0,08	LEE et coll. (2001) b)
Effluent synthétique	CNP	8%	0,14	BELIA et SMITH
(acétate)		(Anaérobie)	- ,	(1997)
Eaux de nettoyage de	C,N	4%	0,05	ZILVERTANT
containers (substances toxiques)		(Aérobie)		(1997)
(24h)				
Hydrolysat gaz	С	17%	0,22	IRVINE et coll.
moutarde (thiodiglycol +		(Aerobie)		(1997)
sels mineraux)		(10% de la saturation)		
Phénol à forte charge	С	17%	0.22	YOONG et LANT
(4h)	C C	(Anoxique)	•,	(2001)
Eaux usées d'abattoir	C,N,P	42%	0,83	KELLER et coll.
(Australie)		(Anoxique)		(1997)
(6h)	~			
Eaux usées d'usine	С	12,5%	0,2	LAUGHLIN et coll.
(Mexique) (8h)		(Anoxique)		(1999)
Eaux de lavage des	C,N	3%	0,04	MC CARTHY et
pommes de terre (USA) (8h)		(Anoxique)		coll. (1992)
Effluent vinicole	C, N, P	2%	0,025	TORRIJOS et
(France) (24h)	C N D	(Aérobie)	0.004	MOLETTA (1997)
Matteres de vidange $(24 \text{ h})$	C, N,P	0,4% (Ansérohia)	0,004	(1907)
Lixiviat ieune	С	0.6%	0.007	TIMUR et OZTURK
(3, 5  ans) (24h)	C	(Anaérobie)	0,007	(1999)
(0,0,0,0) (2,0)		(1		(1777)
Lixiviat de décharge	C,N,P	8%	0,1	LOUKIDOU et
(24h)		(Anoxique)		ZOUBOULIS (2001)
Lixiviat de charge jeune	C, N	8,3%	0,1	YALMAZ et
(24h)		(Remplissage double		OZTURK (2001)
		anoxique)		
Lixiviat mur (6h)	C, N	17% (Aérobie)	0,22	DOYLE et coll. 2001
Effluent tannerie	C,N	4%	0,044	CARRUCCI et coll.
(6h)		(Anoxique)		(1999) a)
Effluent laiterie	C.N	2%, 2%	0,025	GARRIDO et
(24h)	- ,- *	(Anoxique remplissage	-,+	coll. (2001)
		double)		

Tableau I-2 : Exemples de pourcentages du temps de remplissage par rapport au temps global et proportion du temps de remplissage par rapport au temps de réaction dans un procédé SBR

Matières de vidange	C.N	1%	0,02	LEE et coll.
(48h)	- 3	(Anaérobie)	- ) -	(2001) a)
(101)		(1		(2001) (1)
Effluent brasserie	CNP	5%	0.06	RODRIGUES et coll
(10b)	C, IV, I	(Anovique)	0,00	(2001)
Effluent fromogenie	CND	2 7%	0.022	COMEAU at call
(12b)	C,N,P	2,770	0,032	
	CND	(Anoxique)	0.57	(1996)
Effluent abattoir	C,N,P	33%	0,57	POCHANA et
(6h)				KELLER (1999)
Effluent industriel	CNP	2%	0,023	DELGENES et coll.
SBR		(Anoxique)		(1998)
(6h)				
Εου υςόο	CND	10/	0.016	CHEVAS
Eau usee	CINF	170	0,010	DODDICUEZ at
(811)		(Allaeloble)		
	CNID	(0/ 00/	0.07	<u>coll. (1998)</u>
Eau usee urbaine	CNP	6% 2%	0,07	GARZON-ZUNIGA
(36h)		(Anaerobie)		et GONZALES-
				MARTINEZ (1996).
Eau usée urbaine pré	CNP	10% puis 5%	0,17	BERNADES et coll.
décantée		(Double remplissage)		(1996) a)
(4h)				
Eau usée petite	CNP	5,5%; 4%; 2,75	0,076	RIM et coll. (1997)
collectivité		(Anoxique)	0,05	
(6, 8, 12 h)		· · · ·	0,03	
Eau usée en vue	CNP	4%	0,06	UMBLE et
utilisation aquaculture12h		(Anoxique)	,	KETCHUM (1997)
Eau usée pollution	CNP	33%	1	BANAS et coll.
effluent tannerie		(Anoxique puis Aérobie)		(1999)
(6h)		(i monique paie i ferecite)		KABACINSKI et
(01)				coll (1998)
Fau résiduaire Urbaine	CN	25% ou 17%	0.5	OI ESZKIEWICZ et
$(8 h \text{ \acute{e}t\acute{e}}) (12 h \text{ hiver})$	CIV	(Anoxique)	0,5	BEROLUST (1988)
		(Alloxique)	0,25	DERQUIST (1988)
Eau usée urbaine	CNP	2%	0,02	MUNOZ-
(rajout de mélasse pour la		(Anaérobie)	ŕ	COLUNGA et
charge)				GONZALEZ-
(12h)				MARTINEZ
(1211)				(1996)
Eau usée urbaine	CNP	6%	0.08	KIM et coll (2001)
rajout acétate	0111	(Anoxique)	0,00	
(8h)		(mioxique)		
(01)				
Eau usée urbaine	CNP	Continu anoxique	/	DEMOULIN et coll
Autriche	0111		,	(1997)
(4h)				(1997)
()				
Eau usée urbaine	CNP	14%	0.25	JOHANSEN et coll
Danemark	0.11	(Anoxique)	0,20	(1997)
(6h)		(i monique)		

#### 1.1.2.2. <u>La réaction</u>

Le temps et les conditions imposées aux phases de réaction (anoxiques, anaérobies ou aérobies) sont fonctions de la qualité de l'effluent que l'on veut obtenir en sortie et du type d'élément que l'on souhaite traiter. La stratégie développée au cours de la phase de réaction doit favoriser le développement de grandes catégories de microorganismes aérobies autotrophes et hétérotrophes floculants dénitrifiants, capables d'assurer la fermentation, d'accumuler le phosphore (PAO)...

Le séquençage de la phase de réaction est l'un des points les plus complexes si l'on veut optimiser à la fois le traitement du carbone, de l'azote et du phosphore. Le tableau I-3 montre que s'il s'agit d'abattre simplement de la DCO une phase d'aération continue suffit. La période d'aération doit être prolongée si l'on veut obtenir la nitrification de l'effluent. L'aération peut être interrompue ou séquencée si une dénitrification est exigée. Après une longue période d'anoxie, une courte période d'aération est recommandée afin d'éliminer les bulles d'azote et de faciliter la décantation.

Type d'effluent (Durée cycle)	Elément visé	Phase de réaction % durée totale (Séquence)	Auteurs
Eau usée synthétique	Ν	96%	GLASS et
Fortes concentrations en nitrates et en sels		(Anoxique)	SILVERSTEIN (1999)
Acide dichlorophénoxy-acétique	С	92%84%79% (Aérobie)	MANGAT et ELEFNIOTIS (1999)
Effluent synthétique	CNP	81%	LEE et coll.
(acétate de sodium)		(Anaérobie, aérobie, anoxie aérobie)	(2001) b)
Effluent synthétique	CNP	58%	BELIA et SMITH
acétate		(Anaérobie aérobie)	(1997)
Eaux de nettoyage de containers	C,N	75%	ZILVERTANT (1997)
(substances toxiques) (Pays bas)		(Aérobie)	
Hydrolysat gaz moutarde	С	75%	IRVINE et coll. (1997)
(thiodiglycol + sels minéraux)		(Aérobie)	
(24h)		(10% au dessus de la sat)	
Phénol à forte charge	С	75%	YOONG et LANT
(4h)		(Aérobie)	(2001)
Eaux usées d'abattoir	C,N,P	50%	KELLER et coll. (1997)
(Australie) (6h)		(Aérobie anoxie aérobie)	
Eaux usées d'usine	С	62,5%	LAUGHLIN et coll.
d'embouteillage (Mexique) (8h)		(Aérobie)	(1999)
Eaux de lavage des pommes de	C,N	78%	MC CARTHY et coll.
terre (USA) (8h)		(Anoxie aérobie anoxie aérobie)	(1992)
Effluent teinturerie	С	42%	FU et coll. (2001)
(48h)		(Anoxie)	
Effluent vinicole	C, N, P	83%	TORRIJOS et
(France) (24h)		(Aérobie)	MOLETTA (1997)
Matières de vidange	C, N,P	99%	CHOI et coll.
(24h)		(Anaérobie aérobie anoxie)	(1997)
Lixiviat jeune	С	93%	TIMUR et OZTURK
(3,5 ans) (24h)		(Anaérobie)	(1999)

Tableau I-3 : Pourcentage du temps de réaction par rapport au temps global, type de séquence réalisée

Lixiviat de décharge	C,N,P	83%	LOUKIDOU et
<u>(24h)</u>		(Aérobie/anoxie) <sup>3</sup>	ZOUBOULIS (2001)
Lixiviat de décharge jeune	C, N	83%	YALMAZ et OZTURK
(24h)		(Aérobie, anoxie	(2001)
		aérobie)	
Lixiviat mur	C, N	75%	DOYLE et coll. (2001)
(6h)		(Aérobie)	
Effluent tannerie	C,N	83%	CARRUCCI et coll.
(6h)		(Anoxie, aérobie)	(1999) a)
Effluent laiterie	C,N	81%	GARRIDO et
(24h)		(Anoxie, aérobie, anoxie)	coll. (2001)
Matières de vidange	C,N	50%	LEE et coll.
(48h)		(Anaérobie)	(2001) a)
Effluent brasserie	C, N, P	80%	RODRIGUES et coll.
(10h)		(Anoxie, aérobie, anoxie)	(2001)
lisier de porc	C,N,P	83%	TILCHE et coll. (1999)
(24h)		$(2h \text{ anoxie}, 2h \text{ aérobie})^5$	
Effluent fromagerie	C,N,P	85%	COMEAU et coll.
(12h)		(Anoxie, aérobie, anoxie,	(1996)
		aérobie)	
Effluent abattoir	C,N,P	58%	POCHANA et KELLER
(6h)	- 3 - 3	(Anoxie, aérobie)	(1999)
Effluent industriel	CNP	92%	DELGENES et coll.
(6h)		(Anaérobie aérobie)	(1998)
Eau usée	CNP	91%	CUEVAS –
	enti	(Anaérobie aérobie)	RODRIGUEZ et
		(i indereorie, dereorie)	coll (1998)
Fau usée urbaine	CNP	88% 96%	GARZON-ZUNIGA et
(8h  ou  24h)	eru	(Anaérobie aérobie anoxie	GONZALES-
(011 04 2411)		aérobie)	MARTINEZ (1996)
Fau usée urbaine	CNP	88%	BERNADES et coll
Ah	CIVI	(Aérobie anoxie(dont	(1996) a)
711		remplissage) aérobie)	(1990) a)
Fau usée petite collectivité	CNP	72% 81% 81%	RIM et coll (1997)
$(6 \times 12h)$	CINI	$(\Delta naérobie aérobie)$	Kiwi et con. (1997)
(0, 0, 121)	CND	70%	LIMPLE at KETCHIIM
(12h)	CINI	(Aérobie)	(1997)
Equ usée pollution effluent	CND	220/	$\frac{(1997)}{\text{BANAS et coll} (1000)}$
tannaria	CINI	3370	KARACINSKI at coll
(6b)			(1008)
Equiperation et industrielle	CN	50% on 67%	OI ESZKIEWICZ at
(8 h átá) (12h hiver)	CN	(A árabia)	DEDOLUST (1099)
<u> </u>	CND		MUNOZ COLUNCA at
Eau usee urbaine (rajout de	CINP	9370 (Anaénahia aénahia)	MUNUZ-COLUNGA EL
(12b)		(Anaerobie, aerobie)	GUNZALEZ- MADTINEZ (1006)
	CNID	750/	MARTINEZ (1990)
Eau usee urbaine, rajout acetate	CNP		KIM et coll. (2001)
<u>(8n)</u>		(Anoxie ,aerobie)	
Eau usee urbaine Autriche	CNP	A / 1· ·	DEMOULIN et coll.
(4h)	0.75	Aerobie anoxie	(1997)
Eau usee urbaine Danemark	CNP	57%	JOHANSEN et coll.
(6h)		(Anoxie, aérobie)'	(1997)

Si l'on veut traiter le phosphore, une phase anaérobie (souvent assurée pendant la phase de remplissage) est nécessaire en préalable de la phase aérobie qui permet la reconsommation du phosphore (voir tableau I-3). Dans tous les cas ou presque la phase de réaction représente plus de 70% du temps total de la séquence.

L'optimisation de l'enchaînement des différentes phases peut être plus ou moins complexe et dépend bien souvent de la disponibilité ou non, au cours du temps, de carbone organique soluble facilement biodégradable. Ce dernier étant nécessaire à la fois pour la déphosphatation et pour la dénitrification. Différentes astuces ont été développées pour palier à ces problèmes, elles seront explicitées dans les parties concernant spécifiquement le traitement du carbone et de l'azote (CASELLAS et coll., sous presse ; RODRIGUES et coll., 2001)

#### 1.1.2.3. La décantation

Selon de nombreux auteurs, le procédé SBR offre une situation idéale pour la décantation (MC CARTHY et coll., 1992), et les phénomènes de bulking filamenteux sont rarement observés (YANG et coll., 1999). L'indice de décantation (SVI), lorsqu'il est mentionné, se situe le plus souvent dans une gamme de valeur comprise entre 50 et 150 ml.g<sup>-1</sup> (tableau I-4). Bien que l'on considère souvent cette phase comme biochimiquement inactive, des phénomènes microbiologiques biochimiques peuvent se produire: pour KOCH et coll. (1999), 37% de la dénitrification se déroule pendant la décantation, KELLER et coll. (2001) montrent qu'un relargage d'ions orthophosphate a lieu dans le voile de boue.

Effluent	SVI (ml.g <sup>-1</sup> )	Auteurs
Effluent papeterie	90 et 170	FRANTA et WILDERER (1997)
Effluent tannerie	120	CARUCCI et coll. (1999) a)
Effluent laiterie	100 à 150	GARRIDO et coll. (2001)
Effluent raffinerie	100	HUDSON et coll. (2001)
Lixiviat mur	< 40	DOYLE et coll. (2001)
Effluent brasserie	200 à 115	RODRIGUES et coll. (2001)
Eau usée urbaine	100	DAGOT et coll. (2001) b)
Eau usée urbaine	<80	CUEVAS-RODRIGUES et coll.
		(1998)
Effluent fromagerie	50-100	COMEAU et coll. (1996)
Eau usée urbaine	100 et 170	RIM et coll.(1997)
Eau usée urbaine	125	KELLER et coll.(2001)
Lixiviat	25 à 75	ZALOUM et ABBOTT (1997)
Eau usée domestique	54 à 92	MUNCH et coll. (1996)
Eau usée synthétique	100 et 160	YANG et coll. (1999)
Eau usée urbaine	80 à 100	BELIA et SMITH (1997)

Tableau I-4 : Exemples d'indices de décantation dans un procédé SBR

Les bons résultats obtenus en terme de décantation dans un SBR peuvent être expliqués par différents paramètres intrinsèques au fonctionnement de ce procédé : création d'un gradient de concentration pendant le remplissage et alternance de phases d'alimentation et de diète (CHARMOT et coll., 1997).

Le temps de décantation est calculé en fonction de la hauteur que l'on souhaite donner au voile de boue à la fin de la phase et de la concentration en MES. Les valeurs classiques de décantation varient de 0,5 heure à 1 heure sans excéder 4 heures.

Les différents temps de décantation appliqués dans un SBR sont reportés dans le tableau I-5 et exprimés en pourcentage de la durée totale et du ratio par rapport au temps de réaction. L'analyse du tableau montre que quel que soit le type d'effluent considéré, le pourcentage du temps de décantation varie de 2/3% à 16% et le **ratio temps de décantation sur temps de réaction** va de 0,02 à 1 pour se situer le plus souvent dans le cas d'une **eau usée urbaine** aux alentours de **0,1 à 0,2**.

Type d'effluent	Elément visé	Phase de décantation	Ratio	Auteurs
(Durée cycle)		% durée totale	t <sub>décantation</sub> /t <sub>réaction</sub>	
Eau usée synthétique	Ν	2%	0,02	GLASS et
fortes concentrations en				SILVERSTEIN
nitrates et en sels		(0) (00)		(1999)
Acide dichlorophénoxy	C	6%9%	0,07	MANGAT et
acetique	С		0,11	ELEFNIOTIS(1999)
(3HR1) 24, 12, 8			0,10	
	CNP	12 5%	0.15	LEE et coll b)
acétate de sodium	CIVI	12,570	0,15	(2001)
Effluent synthétique	CNP	17%	0.28	BELIA et SMITH
acétate	eru	1770	0,20	(1997)
Eaux de nettoyage de	C,N	16%	0,22	ZILVERTANT
containers (substances	,		,	(1997)
toxiques)				
(Pays bas)				
Hydrolysat gaz	С	4%	0,05	IRVINE et coll.
moutarde :				(1997)
I hiodiglycol+ sels				
(24b)				
Phénol à forte charge	С	12 5%	0.17	VOONG et LANT
(4h)	C	12,570	0,17	(2001)
Eaux usées d'abattoir	C.N.P	5.5%	0.11	KELLER et coll.
(Australie)	- 3 - 3	- )	- 1	(1997)
(6h)				
Eaux usées d'usine	С	12,5%	0,2	LAUGHLIN et coll.
d'embouteillage				(1999)
(Mexique) (8h)				
Eaury de lavage das	CN	12 50/	0.16	MC CADTUV at
Eaux de lavage des	C,N	12,5%	0,10	MC CARTHY et
(8h)				coll. (1992)
Effluent teinturerie	С	8 3%	0.2	FU et coll (2001)
(48h)	e	0,570	0,2	10 6 60 6011. (2001)
Effluent vinicole	C, N, P	12,5%	0,15	TORRIJOS et
(France)		,	,	MOLETTA (1997)
(24h)				
Matières de vidange	C, N,P	0,4%	0,004	CHOI et coll.
(24h)				(1997)
Lixiviat jeune	С	5%	0,05	TIMUR et OZTURK
(3, 5  ans)				(1999)
(24h)	CND	00/	0.1	
LIXIVIAT de decharge	C,N,P	8%0	0,1	TOURIDOU et
(2411)				20000013 (2001)

Tableau I-5 : Exemples de pourcentages du temps de décantation par rapport au temps global et proportion du temps de décantation par rapport au temps de réaction dans un procédé SBR

Lixiviat de charge jeune (24h)	C, N	7%	0,08	YALMAZ et OZTURK (2001)
Lixiviat mur (6h)	C, N	5%	0,06	DOYLE et coll. (2001)
Effluent tannerie (6h)	C,N	17%	0,2	CARRUCCI et coll. (1999) a)
Effluent laiterie (24h)	C,N	4%	0,05	GARRIDO et coll. (2001)
Matières de vidange (48h)	C,N	50%	1	LEE et coll. (2001) a)
Traitement effluent brasserie (10h)	C, N, P	10%	0,13	RODRIGUES et coll. (2001)
Traitement lisier de porc (24h)	C,N,P	7,5%	0,075	TILCHE et coll. (1999)
Effluent fromagerie (12h)	C,N,P	12,5%	0,15	COMEAU et coll. (1996)
Effluent abattoir (6h)	C,N,P	8%	0,14	POCHANA et KELLER (1999)
effluent industriel (6h)	CNP	4%	0,045	DELGENES et coll. (1998)
Eau usée	CNP	6%	0,07	CUEVAS – RODRIGUEZ et coll. (1998)
Eau usée urbaine pré décantée (4h)	CNP	12,5%	0,14	BERNADES et coll. (1996) a)
Eau usée petite	CNP	17%, 10%, 8%	0,23	RIM et coll. (1997)
collectivité			0,12	
(6, 8, 12h)	CND	Q0/	0,10	LIMDI E at
(12h)	CIVI	070	0,12	KETCHUM (1997)
Eau usée domestique et effluent tannerie (6h)	CNP	17%	0,5	BANAS et coll. 1999 KABACINSKI et coll. (1998)
Eau usée urbaine et	CN	12,5% ou 8%	0,25	OLESZKIEWICZ et
industrielle (8 h été) (12h hiver)			0,13	BERQUISST (1988)
Eau usée urbaine, rajout acétate (8h)	CNP	6%	0,08	KIM et coll. (2001)
Eau usée urbaine Danemark (6h)	CNP	13%	0,2 3	JOHANSEN et coll. (1997)

La présence de composés de stockage et notamment ceux impliqués dans la déphosphatation a une influence directe sur les propriétés de décantation des boues comme l'index volumétrique de boue et la vitesse de décantation (SCHULER et coll., 2001; KRISHNA et VANLOOSDRECHT, 1999). La présence de polyphosphates induit une augmentation de la densité de la biomasse qui est proportionnelle au contenu de la biomasse en phosphates (SCHULER et coll., 2001).

#### 1.1.2.4. La vidange

Cette étape permet d'éliminer l'effluent clarifié du réacteur. Le temps qui lui est impartit dépend des caractéristiques hydrauliques du système.

#### 1.1.2.5. <u>Le repos</u>

Théoriquement, cette étape favorise la lyse des bactéries, la consommation des substances de réserve, et la régulation globale de la population bactérienne. Cette phase relativement peu étudiée semble d'après toutes les références de la littérature indispensable au bon fonctionnement des SBR (NG et DROSTE, 1989). Elle soumet les boues à une période de diète favorisant une meilleure décantation et une régénération de la flore bactérienne.

#### 1.2. <u>Mise en œuvre</u>

#### 1.2.1. <u>Type d' effluent traité</u>

De part sa très grande modularité, le procédé SBR permet de traiter avec succès une très grande variété d'effluents, des eaux urbaines « classiques » jusqu'aux eaux usées contenant des produits toxiques ou de fortes concentrations en sels, et enfin des eaux usées industrielles.

#### 1.2.1.1. <u>Effluents toxiques (industriels ou synthétiques)</u>

Le SBR apparaît comme un outil approprié de sélection et d'acclimatation d'une biomasse résistante à un effluent toxique (LOVE et coll., 1998 ; CARRUCCI et coll. a), 1999 ). Des expériences ont été menées sur des effluents contenant des produits toxiques ou de fortes concentrations en sels (LEE et coll. a), 2001 ; WOOLARD et IRVINE, 1995) ou des colorants (PANSWAD et coll., 2001). Ces effluents sont soit synthétiques soit d'origine industrielle. Dans tous les cas, l'efficacité de fonctionnement du SBR a été vérifiée (voir ANNEXE 1).

Pour JUNESON et coll. (2001), CARRUCCI et coll. a) (1999), le SBR est plus efficace qu'un simple batch ou qu'un procédé continu, avec une période d'acclimatation très courte (5 jours), une plus grande versatilité (cinétiques plus rapides) et la possibilité de pouvoir travailler à de plus fortes charges.

Le traitement de produits toxiques nécessite souvent quelques précautions préalables pour réduire la toxicité, et pour éviter une alimentation carencée par l'ajout de compléments nutritionnels comme les sels d'ammonium, les sels minéraux, le phosphore (FU et coll., 2001 ; YOONG et LANT, 2001 ; MANGAT et ELEFNIOTIS, 1999 ; IRVINE et coll., 1997).

L'acclimatation constitue une étape nécessaire dans le cadre du traitement d'effluents toxiques, elle peut être plus ou moins longue : de quelques jours (JUNESON et coll , 2001), à plusieurs mois (WOOLARD et IRVINE, 1995 ; MANGAT et ELEFNIOTIS, 1999).

Les paramètres de fonctionnement comme la température (IRVINE et coll., 1997), le pH (YOONG et LANT, 2001 ; IRVINE et coll., 1997), la concentration en oxygène dissous (IRVINE et coll., 1997), la vitesse d'agitation (IRVINE et coll., 1997), l'âge des boues (40 jours) et le temps de séjour (53 h) (HUDSON et coll., 2001) sont dépendants de l'effluent à traiter.

#### 1.2.1.2. <u>Eaux usées industrielles, les lixiviats de décharges</u>

Le traitement des eaux usées industrielles représente un marché très important pour le SBR : on le retrouve dans de nombreux secteurs d'activité, avec une certaine prédominance pour l'industrie agro-alimentaire. Les performances épuratoires obtenues sont reportées dans le tableau en ANNEXE 2.

Le traitement de ce type d'effluents complexes nécessite également une phase d'acclimatation. Cette phase peut être plus ou moins longue : 7 jours d'acclimatation des boues de station d'épuration pour un effluent vinicole (TORRIJOS et MOLETTA, 1997), un mois pour le lixiviat de décharge (DIAMOPOULOS et coll., 1997), et 82 jours pour le traitement du lisier de porc (BERNET et coll., 2000).

De manière globale le traitement des effluents industriels (FRANTA et WILDERER, 1997) et en particulier des lixiviats (DIAMOPOULOS et coll., 1997; YALMAZ et OZTURK, 2001; DOYLE et coll., 2001) nécessite le rajout de compléments nutritionnels (sels et/ou azote, phosphore) pour assurer les besoins de la biomasse.

Dans certains cas, si l'effluent contient beaucoup de DCO réfractaire comme c'est le cas pour les lixiviats ou les effluents de tannerie (CARRUCCI et coll., 1999 a)), un traitement complémentaire est nécessaire.

#### 1.2.1.3. Eaux usées urbaines réelles ou de synthèse

Le tableau I-6 permet d'évaluer l'efficacité du SBR pour le traitement d'eaux usées urbaines réelles ou de synthèse.

Type d'eau usée	Elément visé	% abattement	Auteurs
Eau usée domestique IOWA	C,N,P	80% NGL 50% P	IRVINE et coll. (1987)
Eau usée domestique (3 stations aux USA)	C,N,P	96,36% <b>DBO</b> <sub>5</sub> 63%, 65%, 82% <b>NTK</b> 33%, 55%, 92% <b>P</b> 93%94%98% <b>DBO</b> <sub>5</sub>	MELCER et coll. (1987)
Eau usée domestique	C,N,P	66 à 81% N inorganique	CUEVAS –RODRIGUEZ et coll. (1998)
Eau usée urbaine	C,N,P	89% DCO 75% PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> 98 % N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 87% N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	GARZON-ŻUNIGA et GONZALES-MARTINEZ (1996)
Eau usée urbaine	C N P	83% NGL 86% Ptotal	BERNADES et coll. (1996) a)
Eau usée petite collectivité	CNP	85,6% MES 69 ,8% NGL 76,9% Ptotal 94,5% DBO5	RIM et coll. (1997)
Eau usée	CNP	90% MES 89% N-NH <sub>3</sub> 98% DBO <sub>5</sub>	UMBLE et KETCHUM, (1997)
Eau usée pollution effluent tannerie	CNP	95% MES 91% DCO 64% NGL 89% P 96 % DBO₅	BANAS et coll. (1999) KABACINSKI et coll. (1998)
Eau usée urbaine	CNP	<b>CNP</b> >90%	KELLER et coll. (2001)
Eau usée urbaine et industrielle	CN	80% DCO 90% NTK	OLESZKIEWICZ et BERQUIST (1988)
Eau usée urbaine (rajout de mélasse)	CNP	88,5% DCO 92% P	MUNOZ-COLUNGA et GONZALEZ- MARTINEZ (1996)
Eau usée urbaine 20000 à 400000 eq hab	CNP	87% NGL 89% P	DEMOULIN et coll. (1997)
Eau usée urbaine Danemark 200 EH	CNP	86% DCO 80% NGL 63% P	JOHANSEN et coll. (1997)
Eau usée reconstituée	C,N,P	94% <b>DBO</b> 5 71% <b>NGL</b> 77% <b>P</b>	YANG et coll. (1999)
Eau usée urbaine, rajout acétate	CNP	90% DCO 98% NGL 95% P	KIM et coll. (2001)
Eau usée reconstituée	CNP	90% DCO 90% NGL	BELIA et SMITH (1997)
Eau usée reconstituée	C,N	95%DCO 90%NGL	YOO et coll. (1999)
Eau usée reconstituée	CNP	92%DCO 88% NGL 100%P	LEE et coll. (2001) a)

#### Tableau I-6 : Résultats obtenus après traitement d'eaux usées urbaines avec un SBR

Le choix déterminant pour le passage à un procédé SBR dans une municipalité est le plus souvent lié à l'atteinte des limites du précédent système et ceci notamment en terme de variations de charge ou de variations de température. Ainsi, en Amérique du Nord, les grandes amplitudes de température ont conduit les autorités à adopter ce genre de procédé (MELCER et coll., 1987). Si dans certains cas le passage d'un procédé classique à boues activées à un procédé SBR représente une modification totale des installations, dans d'autres cas, une transformation progressive est possible (IRVINE et coll., 1987).

#### 1.2.2. <u>Gestion des flux : nombre de réacteur, disposition</u>

#### 1.2.2.1. <u>Un seul SBR</u>

La plupart des installations se composent d'un seul SBR. Dans ce cas, celui-ci est précédé d'un bassin tampon notamment si la forte charge carbonée de l'effluent nécessite un prétraitement anaérobie (HOUBRON et coll., 1998; KELLER et coll., 1997), ou pour stocker les effluents d'une journée (DEMUYNCK et coll., 1994; TORRIJOS et coll., 1994, TORRIJOS et MOLETTA, 1997). Ces installations sont utilisées quand les débits sont faibles ou bien lorsque la production concerne uniquement certaines parties de la journée (NG et DROSTE, 1989; RIM et coll., 1997). Dans d'autres cas, la gestion des flux avec un seul SBR est assurée par l'adaptation de la durée des cycles à la quantité d'eau à traiter : pour RIM et coll. (1997) le nombre de cycles par jour varie ainsi de 2 à 4.

#### 1.2.2.2. Plusieurs SBR

Quand les débits sont plus importants ou de nature continue, les procédés mettant en jeu plusieurs SBR sont plus appropriés (MANGAT et ELEFNIOTIS, 1999).

#### • Plusieurs SBR en série

L'enchaînement le plus courant est constitué par **deux réacteurs**, ce qui permet d'offrir des **conditions d'aération ou de température différentes**. Ainsi FU et coll. (2001) obtiennent de meilleurs résultats pour le traitement d'effluents de teinturerie en utilisant deux réacteurs séparés l'un aérobie et l'autre anaérobie.

BERNET et coll. (1998 et 2000), utilisent deux SBR l'un aérobie et l'autre anaérobie pour le traitement du lisier.

Le traitement d'effluents de laiteries fortement chargés en matière organique nécessite souvent deux réacteurs en série : un réacteur thermophile (55°C) en amont traitant une grosse partie de la charge organique et un réacteur mésophile (35°C) en aval (WELPER et coll., 1997; GARRIDO et coll., 2001).
L'utilisation de deux réacteurs peut se révéler intéressante si l'on veut **traiter simultanément le carbone, l'azote et le phosphore** (BERNADES et coll. a), 1996). Un premier SBR permet d'augmenter la concentration en DCO biodégradable (formation d'acides gras volatils) utilisée ensuite dans un second SBR (CUEVAS–RODRIGUEZ et coll., 1998). La recirculation du réacteur anoxique vers le réacteur anaérobie permet de favoriser l'élimination de l'azote et de réduire les besoins en DCO (50% par rapport à un système classique), et en oxygène de 30% (KUBA et coll., 1996).

Enfin l'utilisation de plusieurs réacteurs en série permet **d'appréhender la toxicité** de certains effluents (MANGAT et ELEFNIOTIS 1999, MEKONEN et coll., 2001).

#### • SBR en parallèle : Répartition des flux

Lorsqu'il s'agit d'utiliser plusieurs SBR en remplacement d'un procédé continu, la gestion des flux d'arrivée est assurée par des configurations de réacteurs en parallèles et non en série comme cela était le cas précédemment. Le mode de fonctionnement en parallèle permet de s'adapter facilement à des variations de charge hydraulique, par exemple si le nombre d'équivalents habitants augmente. La répartition de l'effluent est gérée par un bassin tampon. L'effluent est alors envoyé successivement vers l'un ou l'autre des réacteurs (CHOI et coll., 1997). Dans certains cas l'effluent peut être envoyé de manière continue et simultanée vers les deux réacteurs (DEMOULIN et coll., 1997).

SCHLEYPEN et coll. (1997) fixent les limites d'utilisation : un seul SBR si le nombre d'équivalents habitants est inférieur à 500, et 2 SBR s'il est supérieur. BANAS et coll. (1999), et KABACINSKI et coll. (1998) montrent qu'il a suffit de rajouter un troisième SBR pour s'adapter à une modification de l'environnement socio-économique (développement des industries de tanneries ce qui induit la présence de chrome dans les eaux usées et un doublement de la quantité d'azote en entrée).

#### 1.2.2.3. <u>SBR en complément d'un autre traitement</u>

Lorsque l'effluent à traiter contient de fortes charges organiques il est souvent nécessaire d'effectuer un pré-traitement de l'effluent. Pour des effluents très chargés comme les eaux usées de brasserie (RODRIGUES et coll., 2001), d'abattoir (POCHANA et KELLER, 1999) ou les lixiviats de décharge (ZALOUM et ABBOTT, 1997) le pré-traitement est de type anaérobie. Il peut arriver que les pré-traitements soient plus complexes pour favoriser l'élimination de l'azote et du phosphore. DELGENES et coll. (1998) montrent que le couplage du SBR à la suite d'un réacteur acidogène (production d'AGV et dénitrification) et d'un réacteur méthanogène (production de biogaz) permet l'économie d'une source de carbone pour la déphosphatation dans le SBR, des AGV étant apportés pour induire la phase aérobie de déphosphatation biologique.

#### 1.2.3. Paramètres influant sur le fonctionnement

L'optimisation du fonctionnement d'un procédé discontinu séquentiel nécessite, comme dans tout procédé, la maîtrise des variables de fonctionnement et ce pour pouvoir répondre à plusieurs objectifs :

- le traitement des pollutions carbonées, azotées, phosphorées, des matières en suspension,
- la réduction de la production globale de boue,
- la stabilisation du système,
- l'augmentation de la productivité du réacteur,
- la définition des variables de contrôle des opérations de traitement,
- l'assurance de la modularité du SBR, c'est à dire sa réponse à toute perturbation des intrants.

Ce chapitre met en avant l'importance que revêtent les temps de séjour du solide et du liquide (même en fonctionnement «pseudo-continu »), le taux de renouvellement du réacteur (paramètre spécifique aux SBR), la charge polluante, la vitesse d'agitation et l'apport d'oxygène.

## 1.2.3.1. <u>Âge des boues, temps de séjour hydraulique, taux de</u> renouvellement

#### 1.2.3.1.1. <u>Âge des boues et production de boues</u>

Dans un procédé à boues activées, la purge de boue permet de réguler le temps de séjour solide (l'âge des boues), et ainsi le taux de renouvellement des microorganismes *via* la maîtrise du taux de croissance global de l'écosystème bactérien. Dans un procédé discontinu, la notion d'âge des boues est plus floue car le taux de croissance n'est pas constant au cours d'un cycle de fonctionnement. La purge de boue se contrôle par l'utilisation de la hauteur de boue au sein du réacteur, en considérant que les phénomènes de compression des solides sont constants au cours du fonctionnement. Ainsi une purge trop faible provoque une remontée du voile de boue et une baisse des activités spécifiques des microorganismes, tandis qu'une purge trop forte modifie l'écosystème actif et augmente la quantité de boue à traiter. Pour DOCKHORN et coll. (2001), lorsque l'âge des boues augmente (4 à 20 jours) l'efficacité du traitement augmente et, d'autre part, pour un âge des boues de 20 jours l'efficacité du SBR est de 7 à 12% supérieure à celle d'un réacteur infiniment mélangé.

Les tableaux I-7 et I-8 donnent des exemples d'âges des boues et de production de boues en fonction des différents effluents traités dans un SBR . Les productions de boues reportées dans le tableau I-8 sont dépendantes de la charge d'entrée (cf tableau I-10).

Type d'effluent	Elément visé	Âge des boues	Auteurs
		(j)	
Lixiviat de décharge	C,N	infini	DOYLE et coll. (2001)
Lixiviats de décharge		15 et 25	FRANTA et WILDERER (1997)
Effluent synthétique	CNP	12 18	LEE et coll. (2001) a)
acétate de sodium			
Effluent synthétique	CNP	10	BELIA et SMITH (1997)
acétate			
herbicide	composé	20	MANGAT et ELEFSNIOTIS (1999)
Hydrolysat gaz	С	15	IRVINE et coll. (1997)
moutarde :thiodiglycol +			
sels minéraux			
Effluent papeterie	С	20	FRANTA et WILDERER
			(1997)
Effluent tannerie	CN	17	CARRUCCI et coll.
			(1999) a)
Effluent brasserie	CNP	37	RODRIGUES et coll. (2001)
Effluent amidon	CN	20	MC CARTHY et coll. (1992)
Phénol à forte charge	С	4	YALMAZ et OZTURK (2001)
Effluent fromagerie	CNP	20	COMEAU et coll. (1996)
Effluent abattoir	CNP	15	POCHANA et KELLER (1999)
Effluent industriel	CNP	12	DELGENES et coll. (1998)
Eau usée urbaine	CNP	23	KELLER et coll. (2001)
Effluent urbain		7	SCHLEYPEN et coll. (1997)
Eau usée urbaine et	CN	15 à 60	OLESZKIEWICZ et BERQUIST
industrielle			(1988)
Eau usée urbaine	CNP	10	DEMOULIN et coll. (1997)
Eau usée urbaine	CNP	28	JOHANSEN et coll. (1997)
Effluent synthétique	CNP	12	LEE et coll. (2001) a)
Eau usée urbaine	CNP	12	KIM et coll. (2001)

#### Tableau I-8 : Exemples de productions de boues dans un SBR

Type d'effluent	Production de boue	Auteurs
Matières de vidange	0,4 kg MVS. kg DCO <sup>-1</sup>	CHOI et coll. (1997)
Eau usée urbaine	0,858 kg.j <sup>-1</sup> soit 0,32 kg boues.kg DBO <sub>5</sub> <sup>-1</sup> éliminée	RIM et coll. (1997)
Eau usée urbaine polluée	1 à 1,2 kg MES.kg DBO <sub>5</sub> éliminée	BANAS et coll. (1999)
Eau usée synthétique	0,28 g MES.g DBO <sub>5</sub> <sup>-1</sup> éliminée	YANG et coll. (1999)
Effluent vinicole	0,21 kgMES. kg DCO <sup>-1</sup> totale	TORRIJOS et MOLETTA (1997)

#### • Optimisation de l'âge des boues

Il existe une grande disparité dans la bibliographie concernant l'utilisation d'un âge de boue optimal dans un SBR. Certains auteurs montrent que l'on peut atteindre de fortes vitesses de nitrification et de dénitrification sans purger le procédé (âge des boues infini). Cependant on atteint alors de fortes concentrations en biomasse contrecarrant le transfert d'oxygène dans le milieu (DOYLE et coll., 2001). Comme dans les procédés à boue activée, la maîtrise de l'âge des boues est fondamentale pour permettre la nitrification de l'effluent.

Afin de permettre la croissance et l'activité des germes autotrophes responsables de la nitrification (KELLER et coll., 1997), il est impératif de maintenir un âge de boue de 10 à 15 jours (soit 12 jours en moyenne) pour des températures de zones tempérées (OLESZKIEWICZ et BERQUIST, 1988; GARZON-ZUNIGA et GONZALES-MARTINEZ, 1996; SOMMANAWAN, 1999). MEGANCK et coll., (1985) proposent un calcul de l'âge des boues optimal pour une nitrification complète par la formule suivante (équation I-1) :

âge des boues =  $6,5*0,914\exp(T-20)$  Équation I-1

L'âge des boues a une influence sur la biofloculation (adsorption de la matière organique) et sur les propriétés physico-chimiques des boues en modifiant la composition des exopolyssaccharides. Si l'âge des boues est élevé, les flocs sont plus hydrophobes et chargés moins négativement qu'à un âge des boues plus faible (LIAO et coll., 2001).

#### • <u>Gestion de la purge de boues</u>

Bien que cette opération soit cruciale pour le dimensionnement des opérations unitaires aval de traitement des boues, peu d'auteurs abordent le problème de la purge de boue et de son contrôle.

Le plus souvent, la gestion de la purge de boue se fait de manière fixe en imposant un volume de boue extrait par jour et en adaptant le volume purgé à la quantité de boues produites. TORRIJOS et MOLETTA, (1997) proposent une gestion simple de la purge de boue : une quantité de boues est éliminée quand le niveau de boues atteint le niveau de la vidange du liquide. HAKER, (1999) gèrent la purge de boue grâce à la mesure des matières en suspension à l'aide d'un capteur.

#### • <u>Réduction de la production de boue</u>

Comme dans tous les procédés à boues activées la génération de boues pose le problème de leur traitement (BANAS et coll., 1999). Dans un cadre de minimisation des quantités de boue à traiter, LIU et TAY (2001) proposent de réduire le volume de boues produites plutôt que d'envisager leur traitement :

• Soit en agissant sur le catabolisme plutôt que sur l'anabolisme, en intégrant une phase anaérobie dans le cycle (GARRIDO et coll., 2001), en exerçant une gestion très fine de la charge massique (LIU et coll., 1997; LIU 2000), ou par l'utilisation d'un agent découplant (PNP) (LOW et coll., 2000). L'utilisation du procédé SBR intégrant une phase anaérobie permettrait de réduire la production de boue de 20 à 65% par rapport à un procédé classique.

- Soit en jouant sur la configuration des réacteurs par l'enchaînement de plusieurs SBR (KUBA et coll., 1996) conduisant à une réduction de 50% de la production de boue.
- Soit par l'alternance de phases aérobies et anoxiques permettant d'obtenir un effluent de grande qualité, tout en réduisant de 15% la production de boues (IP et coll., 1987).

#### 1.2.3.1.2. <u>Temps de séjour hydraulique</u>

Les temps de séjours hydrauliques ont également une influence importante sur les performances du traitement appliqué en mode SBR et sont fonction de la complexité des effluents à traiter.

Les différents temps de séjours hydrauliques reportés dans le tableau I-9 sont extrêmement variés.

Type d'effluent	Taux de renouvellement (%)	Temps de séjour hydraulique (j)	Auteurs
	Eff	luents toxiques	
Acide dichlorophénoxy Acétique	20	0,5 à 2	MANGAT et ELEFNIOTIS (1999)
(2-éthylhexyl) phtalate	?	3 à 30	JUNESON et coll. (2001)
Nitrates et fluoride	80	3 à 7	MEKONEN et coll. (2001)
Hydrolysat gaz moutarde : thiodiglycol	?	10	IRVINE et coll. (1997)
Phénol à forte charge	?	10	YOONG et LANT (2001)
	Efflu	ients industriels	
Lait non gras sec	?	0,12 à 0,75	WELPER et coll. (1997)
Matières de vidange	?	1,3	CHOI et coll. (1997)
Effluent tannerie	30	0,3	CARRUCCI et coll. a) (1999)
Matières de vidange	20	10	LEE et coll. a) (2001)
Effluent brasserie	30 60	1,2 1,9	RODRIGUES et coll. (2001)
Lisier de porc	?	10	TILCHE et coll. (1999)
Effluent fromagerie	?	2	COMEAU et coll. (1996)
Effluent abattoir après lagune anaérobie	20	1,5	POCHANA et KELLER (1999)
Effluent industriel	33	18	DELGENES et coll. (1998)
Effluent patate	17	2	MC CARTHY et coll. (1992)

Lixiviat jeune (3, 5 ans)	50	3	TIMUR et OZTURK (1999)
Lixiviat de décharge âgé	35	<1	LIN et CHENG (2001)
(>5ans)			
Lixiviat de décharge	14	20	LOUKIDOU et ZOUBOULIS
(partiellement stabilisé)			(2001)
Lixiviat de décharge et eau	50	2	DIAMOPOULOS et coll.
usée			(1997)
Lixiviat de décharge		>3	ZALOUM et ABBOTT (1997)
Lixiviat de charge jeune	55	2	YALMAZ et OZTURK (2001)
Lixiviat mûr	50	5	DOYLE et coll. (2001)

#### Lixiviats de décharges

Eau usée urbaine					
Eau usée urbaine	86,5	?	GARZON-ZUNIGA et		
			GONZALES-MARTINEZ (1996)		
Eau usée	25	2	UMBLE et KETCHUM (1997)		
Eau usée urbaine	?	2	KELLER et coll. (2001)		
Eau usée urbaine et	50	1	OLESZKIEWICZ et BERQUIST		
industrielle			(1988)		
Eau usée domestique	66	0,5	PARK et coll. (2001) a)		
Eau usée urbaine	50	1	KIM et coll. (2001) a)		
Effluent synthétique	50	0,66	LEE et coll. (2001) b)		
Effluent synthétique	50	1	PRIBYL et coll. (1997)		

IRVINE et coll. (1997) montrent que si le temps de rétention hydraulique (HRT) passe de huit jours à quatre jours l'abattement du carbone organique total passe de 90% à moins de 50%.

TORRIJOS et MOLETTA, (1997) ont observé dans le cadre du traitement d'effluents vinicoles qu'une forte variation de la charge hydraulique (augmentation de 80% de la charge entrante) produit une augmentation temporaire des MES dans l'eau de sortie pendant quelques jours.

Pour une eau usée urbaine les temps de rétentions hydrauliques se situent aux alentours de 1 à 2 jours.

#### 1.2.3.1.3. <u>Taux de renouvellement du réacteur</u>

Le taux de renouvellement du réacteur correspond à la proportion d'effluent soutirée par rapport à la quantité de boue décantée restant dans le réacteur. L'analyse du tableau I-9 montre que les taux de renouvellement appliqués sont extrêmement disparates : ils se situent entre 20 et 86,5 %. Dans le cas d'une **eau usée urbaine**, le taux de renouvellement est de **50%**. Certains auteurs montrent qu'en faisant varier le taux de renouvellement, on peut agir sur l'efficacité du traitement. Pour RIM et coll. (1997) le traitement est stable pour un taux de renouvellement du réacteur inférieur à 35%. KRAMPE et coll. (2001) en faisant varier le taux de renouvellement de 10 à 30%, montrent que les faibles ratios conduisent à de faibles valeurs de concentration dans l'eau de sortie, mais à des vitesses de conversion plus lentes et vice versa si on augmente le ratio.

#### 1.2.3.2. <u>Température</u>

La variation de la température a des répercussions sur les cinétiques bactériennes et sur la solubilité de l'oxygène. Du fait de son concept discontinu, le SBR peut être confronté à des variations journalière de température au sein de la liqueur mixte, variations n'étant pas sans conséquence sur les taux d'abattement des composés. L'élimination de la DCO est sensible à l'augmentation de température (surtout en anaérobie) (BRITO et coll., 1997). Lorsque la température augmente (5°C à 25°C), l'efficacité du traitement augmente (DOCKHORN et coll., 2001). BAETENS et coll. (1999) montrent qu'il existe une forte corrélation entre la température et la nitrification en mode SBR : quand la température diminue la vitesse de nitrification diminue aussi. Ce phénomène est représenté par une loi d'Arrhénius ( $\theta$ =13°C cf équation I-4). Cependant OLESZKIEWICZ et BERQUIST (1988) préfèrent représenter la réaction à la diminution de la température par l'existence de paliers discontinus.

Si une augmentation de quelques degrés centigrades induit une meilleure nitrification de l'effluent (DOCKHORN et coll., 2001; SOMMANAWAN, 1999), inversement quand la température passe en dessous de 10°C, la vitesse de nitrification chute de moitié (RIM et coll., 1997). C'est à basse température que se posent le plus de problèmes en Pologne (BANAS et coll., 1999; KABACINSKI et coll., 1998) ou au Canada (ZALOUM et ABBOTT, 1997). Cependant, l'allongement de la phase aérobie permet de maintenir une bonne élimination de la DCO (OLESZKIEWICZ et BERQUIST, 1988). Cependant lorsque le climat est tempéré et le volume réactionnel suffisant, l'énergie dégagée par l'assimilation biologique des éléments suffit à maintenir une température constante (15°C) à l'intérieur du réacteur (CHOI et coll., 1997 ; TORRIJOS et MOLETTA , 1997).

Enfin, la température influence les propriétés de décantation. Quand la température augmente, l'indice de décantation augmente car la densité des flocs diminue (diminution de la formation de composés de stockage comme le PHB). Au delà de 35°C des problèmes de mousses et de bulking filamenteux apparaissent. Si en plus l'âge de boue est faible, l'influence de la température est encore plus marquée (KRISHNA et VANLOOSDRECHT, 1999).

#### 1.2.3.3. La charge polluante

Les procédés sont caractérisés par leur charge hydraulique (m<sup>3</sup> d'eau traitée par m<sup>3</sup> d'aérateur et par jour), leur charge organique ou volumique (kg DBO<sub>5</sub> appliquée par m<sup>3</sup> d'aérateur et par jour), leur charge biologique ou massique (kg DBO<sub>5</sub> appliqués par kg biomasse et par jour) et par les temps de séjour liquide et solide (âge des boues) (tableau I-10).

Le fonctionnement du SBR est défini par la mesure de la charge polluante (massique ou volumique) même si cette notion s'adapte mieux à un flux et donc à un procédé continu. Le tableau I-11 ci-après reporte les différentes charges et les concentrations en éléments polluants rencontrées dans la littérature.

	Faible charge	Moyenne charge	Forte charge
Charge volumique (kg DBO <sub>5</sub> .m <sup>-3</sup> .j <sup>-1</sup> )	0,125- 0,5	0,6 - 1,6	2-6
Charge masssique (kg DBO <sub>5</sub> .kg MES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup> )	0,02-0,1	0,2-0,5	1,5 -5
Temps de séjour (h)	12h – plusieurs jours	2 - 4	2 - 3
Consommation d'O <sub>2</sub> (kg O <sub>2</sub> .kg DBO <sub>5</sub> <sup>-1</sup> )	1,5 - 2	0,5 - 1	0,3 - 0,5
Production de boue (kg MES. kg DBO <sub>5</sub> <sup>-1</sup> )	0,15	0,55	0,75

# Tableau I-10 : Classification et caractéristiques des procédés à boues activées pour les eaux usées urbaines (FORSTER, 1977)

# Tableau I-11 : Exemples de concentrations d'effluent et de charges massiques ou volumiques pouvant être traitées dans un procédé SBR

Type d'effluent	Concentration	Charge massique ou volumique	Auteurs
Effluent de fromagerie	60-100mgP.L <sup>-1</sup>	?	COMEAU et coll. (1996)
Lait non gras sec	$16,5 \text{ gO}_2.\text{L}^{-1}$	$22g O_2.L^{-1}.j^{-1}$	WELPER et coll. (1997)
Lixiviat de décharge	300-900 mgNGL.L <sup>-1</sup>	?	DOYLE et coll. 2001
Eau usée synthétique	$1000 \text{mg O}_2.\text{L}^{-1}$	5 à 6 kg $O_2$ .m <sup>-3</sup> .j <sup>-1</sup>	BRITO et coll.(1997)
Effluent industriel laiterie	22 g $O_2.L^{-1}$	0,12 à 0,2 g COT.g MVS <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	IRVINE et coll. (1997)
Lixiviat de décharge	3 à 9 g $O_2.L^{-1}$	$3 \text{ g O}_2.\text{g MVS}^{-1}.\text{j}^{-1}$	KENNEDY et LENTZ (2000)
Eau usée synthétique	$1000 \text{ mg O}_2.\text{L}^{-1}$	0, 3 et 0,6 kg O <sub>2</sub> .kg MES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	PRIBYL et coll. (1997)
Effluent synthétique		0,3 mg O <sub>2</sub> .g MVS <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	BELIA et SMITH (1997)
Effluent vinicole (France)	2 à 9 kg.m <sup>-3</sup>	0,25 kg O <sub>2</sub> .kg MES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	TORRIJOS et MOLETTA (1997)
Lixiviat jeune (3,5 ans)	3800 à 15900 mg O <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup>	0 ,2 à 1,9 g O <sub>2</sub> .g MVS <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup> 1 L.j <sup>-1</sup>	TIMUR et OZTURK (1999)
Phénol à forte charge	Phénol 1300 mg.L <sup>-1</sup>	3,12 kg phénol.m <sup>-3</sup> .j <sup>-1</sup> 2,1 g O <sub>2</sub> .g MVS <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	YOONG et LANT (2001)
Effluent laiterie	$10 \text{ kg O}_2.\text{m}^{-3}$	$1,4 \text{ kg O}_2.\text{m}^{-3}.\text{j}^{-1}$	GARRIDO et
	$0,2 \text{ kg N} .\text{m}^{-3}$		coll. (2001)
Lixiviat mur	$300 \text{ à } 900 \text{ mgN.L}^{-1}$	?	DOYLE et coll. (2001)
Matières de vidange	4650 mg N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> .L <sup>-1</sup>	23,1 kg $O_2$ .m <sup>-3</sup> .j <sup>-1</sup>	LEE et coll. (2001) a)
Effluent brasserie	400-2000 mg O <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup>	0,086 kgN.m <sup>-3</sup> .j <sup>-1</sup>	RODRIGUES et coll. (2001)
Eau usée		0,04-0,06 kgDBO <sub>5</sub> .kgMES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	BANAS et coll. (1999) KABACINSKI et coll. (1998)
Eau usée domestique		0,13	IRVINE et coll.
		kg DBO <sub>5</sub> .kg MES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	(1987)
Eau usée domestique		0,041 ; 0,062 ; 0,308 kg DBO <sub>5</sub> /kg MES /J	MELCER et coll. (1987)
Eau usée domestique	85 mg $O_2.L^{-1}$	0,1 kg O <sub>2</sub> .kgMVS <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup>	DEMOULIN et coll.
	78 mg N.L <sup>-1</sup>		(1997)
Eau usée domestique	$350 \text{ mg O}_2.\text{L}^{-1}$ 28 mg N.L <sup>-1</sup>	$0,1 \text{ kg O}_2.\text{kgMVS}^{-1}.\text{j}^{-1}$	JOHANSEN et coll. (1997)
Eau usée urbaine	$386 \text{ mg O}_2.\text{L}^{-1}$	0,13 à 0,35	CUEVAS-RODRIGUES
		$kg O_2.kg MES^{-}.j^{-}$	et coll. (1998)

#### • Possibilité de traiter de larges gammes de charges massiques

L'un des principaux avantages du SBR est qu'il permet de traiter des effluents fortement chargés. Un certain nombre d'auteurs montrent la faisabilité d'un traitement à fortes charges avec le procédé SBR (LEE et coll., 2001 a); GARRIDO et coll., 2001 ; YOONG et LANT, 2001; WELPER et coll., 1997; BRITO et coll., 1997). Parallèlement, le tableau I-11 montre que le SBR peut tout aussi bien s'adapter à des charges moyennes ou faibles.

#### • Effets d'une variation de charge massique

Il semblerait qu'il y ait un désaccord dans la littérature concernant l'instabilité du procédé face à des variations de charges. MELCER et coll. (1987), TORRIJOS et coll. (1997), LAUGHLIN et coll. (1999), soulignent qu'une variation de la charge de 4 à 500 mg.L<sup>-1</sup> n'affecte que légèrement l'efficacité du SBR.

Pourtant d'autres auteurs mentionnent des effets négatifs dus à une augmentation de charge :

- Perte d'efficacité du système sur le traitement global (LAUGHLIN et coll., 1999; WELPER et coll., 1997; IRVINE et coll., 1997) ou sur la nitrification et la déphosphatation (MUNOZ-COLUNGA et GONZALEZ-MARTINEZ, 1996). En fonction des effluents les auteurs ont défini des seuils de charges au delà desquels l'efficacité du système était fortement affectée.
- Détérioration de la qualité de l'eau de sortie par rapport à sa teneur en matières en suspension. Les baisses de charge induisent des conditions de privation de la source de carbone qui conduisent à l'augmentation du relargage d'exopolysaccharides, et à une déstructuration du floc bactérien « phénomène de pin point » (FU et coll., 2001, CHARMOT et coll., 1997), ce qui a terme se traduit par une augmentation de la turbidité et de la concentration en DCO dans l'eau de sortie. Ces variations se répercutent aussi sur l'indice de décantation : pour CUEVAS–RODRIGUEZ et coll., (1998) une variation de charge de 0,13 à 0,35 kgDCO.kgMES<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup> induit une diminution du SVI alors que pour OLESZKIEWICZ et BERQUIST (1988), dans certaines conditions de basses températures, une variation de la charge induit au contraire une augmentation du SVI (devient supérieur à 150ml.g<sup>-1</sup>).

PRIBYL et coll. (1997), définissent une gamme de fonctionnement optimale avec un procédé SBR : les plus faibles taux de relargage de DCO sont obtenus pour un âge des boues compris entre 5 et 15 jours et une charge massique comprise entre 0, 3 et 0,6 kg DCO.kg  $MES^{-1}.j^{-1}$ .

#### 1.2.3.4. Puissance d'agitation et apport d'oxygène

#### • <u>Apport d'oxygène</u>

La gestion de l'apport d'oxygène au sein d'un SBR est importante car la fourniture d'air constitue un poste important en terme de coût énergétique. Dans un but d'optimisation, l'oxygène doit être généré de manière à fournir strictement les besoins de la biomasse pour la dégradation du susbtrat. IRVINE et coll. (1997), proposent une régulation à 10% de la saturation, et CHOI et coll. (1997) régulent la concentration en oxygène dissous de 2 à 3,3 mg.L<sup>-1</sup>.

Dans certains cas, la concentration en oxygène dissous est maintenue à un seuil très faible de manière à générer des zones anoxiques à l'intérieur des flocs et à effectuer simultanément la nitrification et la dénitrification (RODRIGUES et coll., 2001). Si la concentration en oxygène dissous est inférieure à 1 mg.L<sup>-1</sup> en début de phase aérobie, PARK et coll. (2001) a) observent une émission de N<sub>2</sub>O; ce résultat est confirmé par YOO et coll. (1999) qui maintiennent la valeur de la concentration en oxygène dissous aux alentours de 2 à 2,5 mg.L<sup>-1</sup> pendant une durée d'aération optimale qui est de 12h.j<sup>-1</sup>.

D'autre part, une mauvaise gestion de l'apport d'oxygène peut perturber la décantation : STARKEY et KARR (1984) constatent une augmentation de la turbidité de l'effluent si la concentration en oxygène dissous est constamment inférieure à 1 mg.L<sup>-1</sup> et la charge organique élevée. Le rallongement de la phase aérobie induit une destruction des flocs bactériens et une augmentation de la concentration en MES dans l'eau de sortie (RIM et coll., 1997).

L'oxygène peut être apporté de manière continue ou séquencée. LIAO et LEE, (1996) montrent que l'alternance de courtes phases d'aération et de non aération peut avoir un effet significatif sur le transfert d'oxygène.

Peu d'informations existent sur les modes d'aération dans les SBR en particulier car les systèmes d'aération utilisés sont ceux couramment employés en station d'épuration. Cependant KETCHUM (1997) et SOMMANAWAN (1999) préconisent l'utilisation de la technique des hydrojets qui couplent l'agitation et l'aération.

Il est possible d'économiser de l'oxygène par un prétraitement anaérobie. Cela permet d'éliminer 40% de la DCO d'entrée ou 70% de la DBO<sub>5</sub>, ce qui induit aussi une réduction des besoins en oxygène de 40 à 53%, (CHOI et coll., 1997; RIM et coll., 1997).

#### Puissance d'agitation

La puissance d'agitation a pour but de favoriser la mise en suspension des boues et d'assurer le transfert d'oxygène et le contact microorganismes / substrat. Cependant, celle-ci est limitée par les contraintes de cisaillement afin de ne pas déstructurer les flocs bactériens.

L'augmentation de la puissance d'agitation permet dans une certaine mesure d'améliorer les performances du réacteur et de réduire la durée globale du cycle : RATUSZNEI et coll. (2001), testant des gammes de vitesse allant de 0 à 750 rpm, modélisent l'effet de la vitesse d'agitation par une cinétique d'ordre 1. Pour CASSIDY et IRVINE (2001) qui ont testés différentes vitesses d'agitation (300 à 700 rpm), la puissance d'agitation a un effet indirect sur l'abattement en agissant sur la taille des agrégats bactériens : quand la puissance d'agitation diminue, la taille des agrégats augmente et le taux d'abattement diminue.

La puissance d'agitation en modifiant la taille des agrégats, a une influence sur l'indice de décantation (CASSIDY et IRVINE, 2001), et peut provoquer une augmentation de l'indice de décantation (COMEAU et coll., 1996).

## 1.3. <u>Optimisation du traitement du carbone, de l'azote et du</u> phosphore et amélioration de la décantation

#### 1.3.1. Optimisation du traitement du carbone

Le traitement du carbone par un procédé séquentiel ne pose pas réellement de problème pour autant que les paramètres présentés précédemment soit respectés et que l'on maîtrise la composition de l'effluent d'entrée. Pour certains auteurs, il semblerait même que l'abattement de la pollution carbonée soit indépendant des variations de charge (0,13 à 0,35 kgDCO.kgMES<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup>) ( CUEVAS-RODRIGUES et coll., 1998), de la durée du cycle (6 à 12h) (RIM et coll., 1997), du ratio temps d'anoxie / temps aérobie (PANSWAD et coll., 2001) ou du nombre de cycles par jours (YANG et coll., 1999).

#### 1.3.2. Optimisation du traitement de l'azote

#### 1.3.2.1. Principe de l'épuration biologique de l'azote

Dans les eaux résiduaires, l'azote se trouve sous forme d'azote ammoniacal et d'azote organique. L'azote organique est converti en azote ammoniacal par un processus d'ammonification. Une partie de l'azote ammoniacal (5 à 10%) est directement assimilée par la biomasse tandis que la majeure partie peut subir selon les conditions opératoires ou environnementales, des processus biologiques de nitrification; les ions nitrates ainsi formés sont réduits en N<sub>2</sub> gazeux par un processus biologiques de dénitrification (figure I-3).



Figure I-3 : Les différentes étapes de l'élimination biologique de l'azote

1) La nitrification autotrophe aérobie correspond à l'oxydation des ions ammonium en ions nitrite (réaction de nitritation effectuée notamment par les microorganismes du genre *Nitrosomonas*) et ions nitrate (réaction de nitratation effectuée notamment par les microorganismes du genre *Nitrobacter*) selon les réactions (I-2) et (I-3) (EDELINE, 1993) :

Nitritation :

$$55NH_4^+ + 76O_2 + 109HCO_3^- \rightarrow C_5H_7NO_2 + 54NO_2^- + 57H_2O + 104H_2CO_3$$
 Équation I-2

Nitratation:

$$400NO_2^- + NH_4^+ + 4H_2CO_3 + HCO_3^- + 195O_2 \rightarrow C_5H_7NO_2 + 3H_2O + 400NO_3^-$$
 Équation I-3

La flore nitrifiante utilise le carbone sous forme minérale et présente des taux de croissance faibles, les répercussions sur la conception de procédés sont l'application de temps de séjour solide (âge des boues) supérieurs à 12 jours en fonction de la température de l'eau. Cette étape est limitante dans le processus global d'élimination de l'azote. L'influence de la température sur la flore nitrifiante est soumise à la **loi d'Arrhénius** (équation I-4):

 $\mu = \mu_{15} \theta^{(T-15)}$  Équation I-4

avec une valeur de  $\theta$  comprise entre 1,054 et 1,127 pour *Nitrosomonas* ou entre 1,06 et 1,07 pour *Nitrobacter* (EDELINE, 1993).

Le processus de nitrification conduit à une diminution du pH du milieu du fait de l'utilisation du carbone aqueux  $(H_2CO_3)$ .

2) la **dénitrification hétérotrophe** consiste en la réduction des ions nitrate en diazote gazeux par une flore banale anaérobie facultative (certains *Pseudomonas*.sp ). Elle nécessite une source de carbone pouvant provenir soit de l'effluent à traiter, soit d'un apport de carbone synthétique (on parlera dans les deux cas de dénitrification exogène –équation I-5), soit d'une source de carbone liée aux microorganismes dénitrifiants (on parlera alors de dénitrification endogène – équation I-6). La dénitrification endogène est considérée classiquement comme une cinétique jusqu'à cinq fois plus lente que celle de la dénitrification exogène (METCALF ET EDDY, 1991) :

Dénitrification exogène

$$\begin{split} NO_{3}^{-} + 0.345C_{10}H_{19}NO_{3} + H^{+} + 0.267HCO_{3}^{-} + 0.267NH_{4}^{+} \\ \rightarrow 0.5N_{2} + 0.655CO_{2} + 0.612C_{5}H_{7}O_{2}N + 2.3H_{2}O \end{split}$$

Équation I-5

#### Dénitrification endogène (CHRISTENSEN et HARREMOES, 1978)

 $NO_3^- + 0.25C_5H_7NO_2 \rightarrow 0.5N_2 + 1.25CO_2 + 0.25NH_3 + OH^-$  Équation I-6

La réduction des nitrates conduit à l'utilisation de 3,5 et 6 gDCO.gN<sup>-1</sup> selon que l'on considère ou non la formation de biomasse (EDELINE, 1993).

Les vitesses de nitrification et de dénitrification habituellement rencontrées dans les processus à boues activées sont reportées dans le tableau I-12 :

Tableau I-12 : Vitesses de nitrification et	le dénitrification	usuellement	rencontrées	dans les	procédés a	à
boues activées (METCALF et EDDY, 1991	)					

Vitesse de nitrification (mgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> .g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Vitesse de dénitrification (mgN-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> .g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )
2 (10°C)	0,5-1,5(endogène) (20°C)
11,5 (25°C)	2,7(exogène) (20°C)

La production de  $CO_2$  au cours du processus de dénitrification induit une remontée du pH et une recharge de l'alcalinité bicarbonatée.

## 1.3.2.2. <u>Caractéristiques du traitement de l'azote dans un</u> <u>SBR</u>

La plupart du temps dans un SBR, nitrification et dénitrification sont conduites selon deux étapes séparées dans le temps et correspondant à des périodes d'aération ou d'arrêt de l'aération. Les différentes vitesses de nitrification et de dénitrification obtenues avec un procédé SBR sont reportées dans le tableau I-13 ci-après :

Tableau I-13 :Exemp	les de vitesses d	e nitrification et	de dénitrification	dans un SBR
---------------------	-------------------	--------------------	--------------------	-------------

Auteurs	Nitrification (mg N-NH <sup>+</sup> g MVS <sup>-1</sup> h <sup>-1</sup> )	Dénitrification exogène (mg N-NO <sup>-</sup> g MVS <sup>-1</sup> h <sup>-1</sup> )	Dénitrification endogène (mg N-NO 2 <sup>-</sup> g MVS <sup>-1</sup> h <sup>-1</sup> )		
CHOL et coll	$0.83 \ge 1.08$ (nitratation)	10.05 (C facilement	0.12		
(1997)	$2,75 \ge 3$ Nitritation	biodégradable)	0,12		
(1997)	2,75 a 5 Millitation	1 33 (C lentement			
		hiodágradable)			
VALMA7 of	0.58(1)				
	0,38 (1)	9,03(2)			
(2001) Liminist	4,79(2)	12,88 (3)			
$\frac{(2001) \text{ Lixiviat}}{\text{DOVLE at a sill (2001)}}$	10,53 (3)				
DOYLE et coll. (2001)	36,6				
		1.50			
RODRIGUES et coll.	5,3  a  7,3  (sans pre anoxie)	1,58			
(2001)	1,83 à 2,38 (avec pré				
Effluent brasserie	anoxie)				
RIM et coll. (1997)	1 à 2,1	3,3 à 7			
Eau usée petite	0,5 (<10°C)				
collectivité					
BANAS et coll.	1,6	5,4 à 8,7			
(1999) eau usée					
urbaine, effluent					
tannerie					
OLESZKIEWICZ et	0, 33 (2°C)	0,875 (à 15°C)			
BERQUIST (1988)	· 、 /	0,125 (à 2°C)			
effluent urbain et					
industriel					
YANG et coll. (1999)	1.6		4.8		
	7 -		<b>y</b> -		
DELGENES et coll	0.11				
(1998)	0,11				
$\frac{(1770)}{\text{KIM et coll}}$	12356		07314		
(FURUMAL et coll	4,2 a 5,0		0,7 a 1,4 0,4 a 3,7		
$(1000) \cdot CHANG at$			0,4 a 5,7		
(1333), CHANG EL					
(EUDIMAL at an )					
$(\Gamma \cup K \cup W A I \in COII.$	2340				
(1999); AKIAN et	2 a 4,9				
coll. (1998))					
CADIICCI at aa <sup>11</sup>		10.4	2.0		
			/ 0		

Les SBR sont utilisés pour éliminer l'azote d'effluents très chargés en cet élément. HENDERSON et coll. (1997) obtiennent 100% d'élimination de l'azote à partir d'un effluent contenant 202 mg.L<sup>-1</sup> d'azote total. KELLER et coll., (1997) arrivent à 89% d'élimination de l'azote total à partir d'un effluent contenant 200 mg.L<sup>-1</sup> d'azote Kjeldhal.

Cependant la dénitrification est souvent limitée par le manque de carbone disponible (CARRUCCI et coll., 1996 ; CASELLAS et coll., 2002).

#### 1.3.2.3. <u>Amélioration de l'élimination de l'azote</u>

Une mauvaise gestion de l'apport du carbone ou de l'oxygène peut engendrer une élimination incomplète de l'azote. Afin d'éliminer l'azote ammoniacal de l'effluent, il est nécessaire de nitrifier ce dernier lors de la phase de réaction aérobie, préalablement aux réactions de dénitrification. Cependant, lors de cette phase, le carbone facilement biodégradable est rapidement éliminé, induisant une carence en carbone exogène pour une dénitrification rapide (dénitrification exogène).

La dénitrification dans un cycle de fonctionnement « classique » d'un SBR est une dénitrification endogène, les microorganismes dénitrifiants utilisant leur carbone intracellulaire. Comme nous l'avons vu, cette dernière réaction est plus lente que la dénitrification exogène. Les solutions pour améliorer la productivité du système consistent à rajouter du carbone, à effectuer un double remplissage ou une recirculation entre deux réacteurs ou encore à gérer l'apport d'oxygène de manière à conserver le plus longtemps possible du carbone disponible pour la dénitrification (POCHANA et KELLER, 1999; CASELLAS et coll., 2002).

#### 1.3.2.3.1. <u>Gestion de l'apport de carbone</u>

#### • Optimisation du remplissage

KELLER et coll. (2001), YOO et coll. (1999) préconisent un remplissage par le bas ce qui favorise le maintien de l'anoxie dans le réacteur et donc des conditions favorables à la dénitrification.

#### • Rajout de carbone exogène

Afin de pallier à l'indisponibilité du carbone, certains auteurs ajoutent lors de la phase d'anoxie du méthanol (LOUKIDOU et ZOUBOULIS, 2001), de l'acétate (YALMAZ et OZTURK, 2001; HUDSON et coll., 2001) ou tout autre forme de carbone facilement biodégradable. La quantité de carbone apportée est fonction de la quantité d'ions nitrate présents en fin de phase de nitrification et dépend donc de l'effluent à traiter. Cependant, DOYLE et coll. (2001) montrent que si le rajout de méthanol ou de maltose a provoqué une amélioration de 20 à 30% de l'élimination de l'azote, il a aussi conduit à une détérioration des propriétés de décantation et à une augmentation de la turbidité.

#### <u>Remplissages multiples</u>

Une certaine proportion de l'effluent peut être ajoutée au début de la phase anoxique (YALMAZ et OZTURK, 2001 ; CASELLAS et coll., 2002). GARRIDO et coll. (2001) proposent une optimisation de l'élimination de l'azote dans un SBR (traitement d'effluent de laiterie) par l'enchaînement de deux séquences anoxie aérobie avec un remplissage à chaque étape. Cependant ces mêmes auteurs insistent sur la nécessité de contrôler le ratio C/N : si le ratio C/N est élevé, l'assimilation par la biomasse est favorisée, si le ratio C/N est faible (5g DCO.gN-NO<sub>3</sub><sup>-1</sup>) le processus de nitrification dénitrification prévaut.

#### • <u>Recirculation</u>

Certains auteurs choisissent d'utiliser deux réacteurs en série, l'un pour la nitrification l'autre pour la dénitrification. Ils mettent en place un recyclage entre les deux, de manière à fournir de la DCO biodégradable pour la dénitrification, et à réduire les besoins en DCO pour la nitrification (KUBA et coll., 1996 ; SOMANNAWAN, 1999; BERNET et coll., 2000).

#### 1.3.2.3.2. <u>Gestion de l'apport d'oxygène</u>

#### • Optimisation de la séquence

La gestion de l'apport d'oxygène passe tout d'abord par un enchaînement judicieux des phases aérobies et anoxiques :

<u>Configuration anoxie / aérobie</u>: L'étape de nitrification est conditionnée par la durée de la phase d'aération et la concentration en oxygène dissous. GARZON-ZUNIGA et GONZALES-MARTINEZ (1996), obtiennent la nitrification complète d'une eau usée urbaine à faible charge avec une phase d'aération globale de 11 heures (5,3 heures au minimum) et un âge des boues de 12 jours minimum. Dans cette configuration, PANSWAD et coll. (2001) ont testé différents ratios anoxie/anaérobie aérobie à partir d'un effluent synthétique : dans toutes les configurations 2 heures d'anoxie suffisent pour une dénitrification complète.

<u>Configuration anaérobie / aérobie / anoxie</u> : dans certains cas, la configuration précédente est insuffisante du fait d'une dénitrification incomplète (KIM et coll., 2001). De nombreux auteurs montrent que l'enchaînement le plus judicieux est le suivant : anaérobie, aérobie, anoxie (CHOI et coll., 1997; RODRIGUES et coll., 2001) car il évite le rajout de carbone exogène en dénitrifiant l'effluent dès la première étape et en traitant le phosphore.

#### • Nitrification / dénitrification simultanée

Dans certains cas, la nitrification et la dénitrification sont possibles au cours de la même phase pour autant que l'on maîtrise la **concentration en oxygène dissous** et **la taille des flocs**. Si la concentration en oxygène dissous ne dépasse pas 2,8 à 3,7 mg.L<sup>-1</sup>, la vitesse de dénitrification en aérobiose peut aller de 1,5 à 6,8 mgN.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> (RODRIGUES et coll., 2001).

POCHANA et KELLER (1999) observent que jusqu'à 0,8 mg.L<sup>-1</sup> d'oxygène dissous, la nitrification et la dénitrification simultanées sont réalisables ce qui montre que cette possibilité résulte de la limitation de la diffusion de l'oxygène dans les flocs. RODRIGUES et coll. (2001) rapportent que ce genre de phénomène est possible pour des flocs de taille supérieure à 100  $\mu$ m ou chez certaines espèces particulières. POCHANA et KELLER (1999) valident cette hypothèse en montrant que la dénitrification en aérobie passe de 52 à 21% après la rupture des flocs.

#### 1.3.3. Optimisation du traitement du phosphore

#### 1.3.3.1. Principe de l'épuration biologique du phosphore

Les effluents contenant du phosphore participent à l'eutrophisation des plans d'eau. Pour cette raison, le contrôle de la concentration en phosphore dans les eaux en sortie de station d'épuration devient de plus en plus important dans les zones sensibles.

Il existe deux façons de s'attaquer à l'élimination du phosphore : une méthode dite physico-chimique, qui consiste à induire la précipitation du phosphore *via* l'apport de réactifs chimiques, et une méthode biologique.

L'épuration biologique du phosphore est un processus complexe, non totalement élucidé à ce jour. Il nécessite principalement la présence de DCO facilement biodégradable sous la forme d'acides gras volatils et des âges des boues faibles. Les procédés d'élimination du phosphore par voie biologique visent à créer successivement des conditions anaérobies puis aérobies soit dans des bassins séparés soit dans un bassin unique comme c'est le cas pour le procédé SBR. Les processus de déphosphatation induisent un degré de complexité supplémentaire dans la modélisation car ils impliquent l'utilisation de substances de réserves.

La déphosphatation biologique est le résultat de deux phases consécutives : dans un premier temps le relarguage du phosphore en anaérobiose et dans un deuxième temps l'absorption de celui-ci en condition aérobie (voir figure I-4).



Figure I-4: Principe de la déphosphatation biologique en phases anaérobies et aérobies

#### • <u>Relargage de phosphore en anaérobie</u>

Les bactéries déphosphatantes métabolisent en anaérobie de courtes chaînes d'acides gras, telles que l'acétate ou le propionate, qu'elles transforment en poly-hydroxy-alcanoates (PHA), le plus répandu étant le poly- $\beta$ -hydroxybutyrate (PHB). Le poly- $\beta$ -hydroxybutyrate est accumulé au sein des cellules comme substance de réserve (granules de volutine). L'énergie nécessaire à cette conversion provient de l'hydrolyse des réserves polyphosphatées, et conduit au relargage d'orthophosphates.

La transformation des AGV en PHA, puis l'hydrolyse des réserves polyphosphatées nécessitent une capacité réductrice. Pour COMEAU et coll.(1986) et WENTZEL et coll. (1985) celle-ci est fournie par l'oxydation d'une partie du substrat (cycle de krebs : utilisation de 2 mg DCO.mg<sup>-1</sup> P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) tandis que pour MINO et coll. (1987) ; SMOLDERS et coll. b) (1994) la capacité réductrice nécessaire à la synthèse du PHA est fournie par l'utilisation des réserves intracellulaires de glycogène (utilisation de 4 mg DCO.mg<sup>-1</sup>P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>).

SMOLDERS et coll. a) (1994) ; CARLSSON et coll. (1996) , JEON et PARK (2000) montrent que le pH possède une influence sur les stœchiométries de relargage du phosphore : le ratio phosphore relargué sur carbone consommé en anaérobie varie de 0,6 à 1,9 (0,25 à 0,75 Pmol .C mol<sup>-1</sup>) quand le pH varie de 5,5 à 8,5. L'effet du pH s'exerce au niveau du transport du substrat à travers la membrane cellulaire, l'énergie nécessaire pour ce transport est fonction du gradient de pH. Plus le pH exocellulaire est important et plus l'énergie nécessaire est importante d'où une hydrolyse accrue des réserves polyphosphatées et donc une augmentation du phosphore relargué.

#### • Reconsommation du phosphore en aérobie

En milieu aéré, les microorganismes convertissent rapidement le poly- $\beta$ -hydroxybutyrate (PHB) en CO<sub>2</sub>, en H<sub>2</sub>O et en biomasse suite au métabolisme oxydatif.

Ce processus libère un excès d'énergie qui régénère la réserve polyphosphatée et qui conduit à la reconsommation du phosphore ainsi qu'à la synthèse de glycogène . Les besoins en oxygène sont de 0,32 mole d'O<sub>2</sub>. mole P<sup>-1</sup> (SMOLDERS et coll. b), 1994 ).

La vitesse de dégradation est directement proportionnelle à l'âge des boues : plus l'âge des boues est faible et plus la dégradation est rapide (DIRCKS et coll., 2001), cette vitesse est fonction de la concentration en PHB (PETERSEN et coll., 1998). Cela signifie qu'il existe un potentiel de consommation du phosphore. Si l'on aère trop longtemps, on aboutit à une oxydation excessive des PHA et donc à une perte du potentiel déphosphatant. Il faut donc ajuster le temps d'aération pour maintenir du PHA résiduaire (DASSANAYAKE et IRVINE, 2001).

#### Les microorganismes impliqués dans la déphosphatation

Quatre types de microorganismes sont distingués dans la littérature. Les **PAO** (Polyphosphate Accumulating Organisms) sont définis comme des microorganismes capables de stocker du PHA en anaérobiose en utilisant l'énergie d'hydrolyse des polyphosphates et de reconsommer les ions orthophosphate en aérobie grâce à l'hydrolyse des PHA. D'autres microorganismes, en compétition avec les PAO, consomment le glucose et stockent des PHA grâce à l'énergie de dégradation du glycogène sans induire de déphosphatation : ce sont les **GAO** (Glycogen Accumulating Organisms) (CECH et HARTMAN, 1993).

Un troisième type de microorganismes accomplissent la déphosphatation sans stockage de PHB, grâce à un fort contenu en carbohydrates (40%), probablement du glycogène (CARUCCI et coll., 1995). Enfin, certains microorganismes sont capables de reconsommer le phosphore en utilisant les ions nitrates comme accepteurs d'électrons à la place de l'oxygène, on dit alors que ces microorganismes sont à la fois dénitrifiants et déphosphatants (MINO et coll., 1998; NG et coll., 2001).

#### <u>Bilan global de la déphosphatation</u>

Le phosphore est absorbé à un degré supérieur par rapport à la quantité relarguée dans la phase liquide en anaérobiose, de sorte qu'une diminution très nette de la concentration en phosphore est réalisée dans la phase liquide tandis que les boues se sont enrichies en phosphore.

La combinaison des stœchiométries anaérobies et aérobies permet de relier la quantité de phosphore éliminé à la DCO facilement biodégradable (voir tableau I-14).

Tableau I-14: Relation entre la quantité de phosphore relarguée en anaérobie à la quantité réabsorbée en aérobie

Calcul de la quantité de phosphore absorbée	Auteurs
P absorbé = $1,19$ Prelarg + $3,6$	WENTZEL et coll. (1985)
P absorbé = $1,2$ Prelarg + b	ABU-GHARARAH et RANDALL (1991)
P absorbé = $1,07$ Prelarg + $2,37$	ZHAO et coll. (1998)
P absorbé = $0,93$ Prelarg + $9,24$	WANG et coll. (1998)

## 1.3.3.2. <u>Caractéristiques du traitement du phosphore dans un</u> <u>SBR</u>

L'analyse du tableau I-15 montre que le ratio temps d'anaérobie sur temps d'aérobie va de 0,3 à 3, soit 0,75 en moyenne.

La mise en œuvre du procédé SBR pour le traitement d'effluents nécessite la mise en place d'une phase anaérobie en plus des phases anoxique et aérobie déjà nécessaires pour l'élimination de l'azote (MUNCH et coll., 1996; PANSWAD et coll., 2001). L'existence de la dénitrification et de la déphosphatation au cours d'une même phase peut poser quelques inconvénients. KUBA et coll. (1996) observent une forte inhibition des ions nitrite au delà d'une concentration de 5 à 10 mg.L<sup>-1</sup>. Par conséquent la nécessité d'avoir un âge de boue élevé pour la dénitrification peut être néfaste à la déphosphatation. D'autre part, le stockage du PHB augmente de 30 % les besoins en DCO pour la dénitrification (BEUN et coll., 2000). Enfin la présence simultanée de nitrates et de carbone en phase anaérobie peut être préjudiciable à la déphosphatation car la dénitrification est favorisée par rapport à la déphosphatation.

Auteurs	Séquence (h)	Ratio anaérobie /aérobie ou anoxie	Source de carbone		
ARTAN et coll. (1998)	1,5 anoxie, 2,75 aérobie	0,54	Acétate et Glucose		
LEE et coll. (2001) b)	8h total 1,5 anaérobie; 1,5 aérobie; 2,5 anoxie, 1 aérobie		Acétate de sodium		
LIN et coll. (2000) b)	24h total 6, anaérobie; 15 aérobie	0,4	Acétate poudre de lait glucose peptone extrait de levure		
CARUCCI et coll. (1995)	6h total 1,25 anaérobie, 4 aérobie	0,3	Glucose		
JEON et PARK (2000)	8h total 2 anaérobie, 4,3 aérobie	0,46	Glucose		
LINDREA et coll. (1998)	8h total 4 anaérobie, 3,33 aérobie	1,2	Eau usée synthétique		
BAETENS et coll. (1999)	6h total 1,5 anaérobie , 3,5 aérobie	0,43	Effluent synthétique acide acétique		
BRDJANOVIC et coll. (1998)	6h total 2,25 anaérobie, 2,25 aérobie	1	Acétate		
CARUCCI et coll. (1999) c)	6h total 1,25 anaérobie, 4h aérobie	0,3	Glutamate glucose peptone acétate		
TASLI et coll. (1997)	6h total 1,5 anaérobie, 2,75 aérobie	0,54	Glucose, acétate, tryptone, protéines de soja		
DASSANAYAKE et	8h total	0,5	Effluent synthétique :		
IRVINE (2001) NG et coll. (2001)	2 anaérobie, 4 aérobie 6 ou 8h total anaérobie, 2 ou 4 aérobie	3 ou 2	acétate Acide acétique		
JEON et coll. (2001) a et b	8h total 2 anaérobie, 4,3 aérobie	0,46	Glucose+acétate		
FILIPE et coll. (2001)	6h total 2,25 anaérobie, 2,25 aérobie	1	Acétate		
LIU et coll. (1997)	0,83 anaérobie, 1,33 aérobie	0,62	Acétate		
SMOLDERS et coll. (1994) a)	6h total anaérobie 2,25, aérobie 2,25	1	Acide acétique		
KUBA et coll. (1996) 2 sbr en série	6h total 1,5 anaérobie, 3,5 anoxie	0,43	Acide acétique		
KUBA et coll. (1997)	6h total 2 anaérobie , 3,5 anoxie	0,57	Effluent synthétique acide acétique		

Tableau I-15 : Etude de la déphosphatation dans un SBR : source de carbone et ratio durée de la phase anaérobie/ durée de la phase aérobie

#### 1.3.3.3. <u>Amélioration de la déphosphatation dans un SBR</u>

#### 1.3.3.3.1. <u>Gestion des dynamiques de population</u>

Pour RANDALL et coll. (1997) les instabilités de l'activité de déphosphatation dans un procédé SBR ne sont pas dues à des modifications opérationnelles mais aux dynamiques de population : la compétition entre les GAO et les PAO induit une forte instabilité du procédé vis à vis de la déphosphatation.

Le ratio P/C de l'alimentation et l'âge de boue sont des facteurs clés qui régissent la compétition entre les PAO (Polyphosphates Accumulating Organisms) et les GAO (Glycogen Accumulating Organisms) (LIU et coll., 1997 ; MERZOUKI et coll. a) et b), 2001). Un fort ratio induit la prédominance des PAO et un faible ratio induit la prédominance des GAO. Un optimum est obtenu pour un âge des boues de 15 jours et un ratio P/C de 20/100 (MERZOUKI et coll. a) et b), 2001).

Pour d'autres auteurs, le pH représente un outil de contrôle de la compétition entre les GAO et les PAO : aux alentours de la neutralité ce sont les GAO qui dominent, alors qu'au delà, ce sont les PAO (JEON et coll. b), 2001). FILIPE et coll. (2001) préconisent de maintenir le pH à 7,25 pour obtenir un bon niveau de déphosphatation.

#### 1.3.3.3.2. <u>Gestion de l'apport de la source carbonée</u>

#### Ajout d'une étape de préfermentation : production d'AGV

Dans certains cas, un réacteur anaérobie est ajouté dans le but de favoriser la production d'AGV. Cette pré-fermentation permet de contrôler et de réduire la période anoxie / anaérobie dans le deuxième SBR, ce qui permet une diminution de la durée du cycle ainsi qu'une amélioration des performances du système (DANESH et OLESZCKIEWICZ, 1997). Cette méthode est particulièrement efficace lorsque l'effluent est fortement chargé en phosphore (60-100 mg.L<sup>-1</sup>) (COMEAU et coll., 1996; DELGENES et coll., 1998).

#### • Ajout de carbone exogène

L'élimination du phosphore dans un SBR est fortement liée au ratio  $DBO_5/Pglobal$ . GARZON-ZUNIGA et GONZALES-MARTINEZ (1996) montrent que la déphosphatation n'est pas possible si le ratio  $DCO/PO_4^-$  est inférieur à 16.

Une fraction de DCO soluble rapidement biodégradable dans l'alimentation peut faire défaut dans les eaux usées et la présence d'un réacteur anaérobie ne résout pas totalement ce problème.

En condition de privation d'acétate, le relargage est inférieur à la normale et seulement 40 à 60% des ions orthophosphate sont reconsommés en aérobie (STEPHENS et STENSEL, 1998). L'ajout de DCO soluble rapidement biodégradable sous forme d'acétate permet d'améliorer l'élimination du phosphore (BERNADES et coll., a) 1996; KIM et coll., 2001) et de favoriser la croissance des PAO (BRENNER, 1997).

#### • <u>Remplissage, recirculation</u>

Comme dans le cas de l'azote, une utilisation des flux permet d'optimiser l'utilisation de la DCO soluble biodégradable. Le remplissage peut être effectué pendant les phases de décantation et de vidange, et le maintien de conditions anoxiques rend alors possible l'utilisation de la DCO biodégradable pour la déphosphatation (KELLER et coll., 2001). Dans les configurations à bassins multiples, une recirculation de l'effluent entre un réacteur anaérobie et un réacteur anoxique permet un abattement stable du phosphore (KUBA et coll., 1996).

#### 1.3.3.3.3. <u>Gestion de l'apport d'oxygène</u>

La gestion de l'apport d'oxygène est un facteur déterminant dans le cadre de l'élimination du phosphore. Une phase aérobie trop longue peut être préjudiciable au traitement du phosphore en induisant une oxydation totale des réserves de PHA et une destruction du potentiel cellulaire de déphosphatation (RIM et coll., 1997; STEPHENS et STENSEL, 1998; PERTERSEN et coll., 1998; DASSANAYAKE et IRVINE, 2001). Or si les PHA sont oxydés dans des proportions supérieures à celles nécessaires pour la reconsommation du phosphore il s'ensuit alors un déficit de ce composé pour les cycles suivants. Si c'est au contraire la phase anaérobie que l'on allonge, après consommation de l'acétate, le relargage du phosphore est supérieur mais ce dernier est moins bien reconsommé ensuite, l'abattement est donc moins bon (STEPHENS et STENSEL, 1998).

## 1.3.3.3.4. <u>Gestion des paramètres de fonctionnement : pH</u> <u>et âge des boues</u>

CHOI et coll. (1997) et TILCHE et coll. (1999) montrent que dans le cas où l'effluent contient de grandes quantités d'azote (4,5 g.L<sup>-1</sup>), la nitrification et la dénitrification induisent des variations de pH telles que le phosphore est éliminé à la fois par voie chimique (précipitation 42%) et par voie biologique (36%). En dehors de ce cas précis, BOND et coll. (1998) suggèrent qu'une augmentation du pH pendant la phase anaérobie améliore les performances de déphosphatation.

Le tableau I-16 montre que les âges des boues appliqués pour réaliser une déphosphatation biologique sont relativement faibles. Or cela est contradictoire avec un fonctionnement optimal de la nitrification (KUBA et coll., 1996; MEGANCK et coll., 1985). Lorsque l'âge des boues augmente l'abattement du phosphore diminue (RIM et coll., 1997). RODRIGUES et coll. (2001) soulignent qu'un âge des boues de 37 jours ne permet pas de traiter correctement le phosphore et que la température optimale pour éliminer cet élément se situe aux alentours de 15 à 20 °C.

Âge des boues (jours)	
8 ou 14	
14	
12 18	
10	
10	
4	
7 à 14	
10	
8 10	
8	
20	
25	
10	
7	
8	
8,6	
	Âge des boues (jours)         8 ou 14         14         12 18         10         10         4         7 à 14         10         8 10         8         20         25         10         7         8

#### Tableau I-16 : Âges des boues appliqués dans des SBR déphosphatants

#### 1.3.4. <u>Amélioration de la décantation</u>

Malgré les bons résultats obtenus avec un SBR en terme de décantation, il peut arriver que certains dysfonctionnements apparaissent (ZILVERTANT, 1997). RODRIGUES et coll. (2001) montrent que le rajout d'une phase anoxique en amont d'une séquence aérobie anoxie améliore les propriétés de décantation : l'indice de décantation (Sludge Volume Index) passe de 200 à 115 ml.g<sup>-1</sup> (les flocs deviennent plus gros) et la concentration en MES dans l'eau de sortie diminue. Pour DAGOT et coll. a) (2001) l'association du SBR à un procédé continu permet de maintenir l'indice de décantation à 100 ml.g<sup>-1</sup>.

### 1.4. <u>Dimensionnement et étude des coûts</u>

#### 1.4.1. Dimensionnement du procédé

#### 1.4.1.1. <u>Dimensionnement par le calcul</u>

L'originalité du procédé SBR fait que l'on ne peut pas utiliser directement les méthodes de dimensionnement bien connues pour les procédés à boues activées classiques. La plupart des SBR ont une configuration cylindrique. Cependant, on trouve aussi des réacteurs rectangulaires (SLACH et HOWELL, 1995) ou arrondis (SPECTOR, 1998). Toutes les configurations de réacteur ont pour but de favoriser la décantation.

Certains procédés présentent une configuration verticale, alors que d'autres s'organisent dans l'horizontalité (MELCER et coll., 1987; TORRIJOS et coll., 1997).

Différentes méthodes de dimensionnement ont été décrites. Elles sont plus ou moins complexes et ont pour but d'aboutir à la définition de la durée de chacune des étapes précédemment décrites. Certaines mettent en avant les cinétiques de dégradation des composés et les bilans de masse tandis que d'autres privilégient les propriétés des boues (âge des boues, décantation).

NG et DROSTE (1989), postulent que le dimensionnement d'un procédé utilisant un ou plusieurs réacteurs doit tenir compte des points critiques suivants : temps imparti à chaque étape du cycle, nombre de réacteurs, stockage, décantation dynamique, charge.

CHOI et coll. (1997) proposent une étude de différents enchaînements anaérobie, aérobie anoxie à partir du calcul théorique des vitesses de nitrification et de dénitrification .

Certains auteurs donnent une grande importance aux propriétés de la boue. ARTAN et coll., (2001) proposent une méthode de dimensionnement basée sur le calcul de la durée des différentes étapes du cycle à partir de l'âge des boues et du temps de rétention hydraulique. SPERLING (1998) a mis au point une méthode permettant d'évaluer les différents paramètres importants pour le fonctionnement du SBR et la durée des étapes à partir de la décantabilité des boues

Enfin KETCHUM et coll. (1979, 1997) ont défini une méthode utilisant les postulats suivants :

- Temps de remplissage du réacteur  $(n-1) = t_{réaction} + t_{décantation} + t_{vidange} + t_{repos}$ .
- Temps de réaction : fonction des objectifs, des vitesses de réaction, des conditions du remplissage entre 1,5 et 3 heures.
- Temps de décantation : dépend du niveau que l'on souhaite que le voile de boue atteigne et de la concentration en biomasse.
- Temps de vidange : fonction des caractéristiques hydrauliques du réacteur.
- Temps de repos : fonction des flux (périodes de pointe ou périodes creuses).

#### 1.4.1.2. Dimensionnement par l'utilisation de la modélisation

Au cours des années 80 et 90 de nombreux modèles mathématiques sont apparus pour représenter l'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore dans les procédés à boues activées classiques. Certains auteurs ont utilisé les modèles décrits au paragraphe 2 et les ont adaptés au fonctionnement particulier du SBR. La modélisation est employée pour tester les effets de différents types de remplissages sur la réponse du procédé (COELHO et coll., 2000). HVALA et coll. (2001) montrent l'intérêt de l'utilisation du modèle ASM1 pour l'optimisation du fonctionnement d'un SBR en préalable à l'expérimentation, parce que les manipulations sont coûteuses et longues.

#### 1.4.2. <u>Etude des coûts</u>

KETCHUM et coll. (1979) ont réalisé une étude comparative en terme de coût du procédé SBR et d'autres procédés à boues activées. Selon les résultats de cette étude, le SBR est le procédé le moins cher et aussi le plus efficace pour les petites communautés rurales.

L'utilisation d'un SBR permettrait de réduire le coût initial de construction dans le cas des petites villes, pour un coût d'exploitation identique à celui d'un procédé classique à boues activées. En ce qui concerne les villes petites ou de taille moyenne, le procédé SBR représente une alternative à la lagune, d'un coût modéré et d'une meilleure efficacité.

MELCER et coll. (1987) montrent que les SBR permettent d'atteindre des coûts de fonctionnement plus faibles qu'un système classique à boues activées : 0,45 \$ Canadien.kg  $DBO_5^{-1}$  éliminée pour le procédé SBR contre 3,87 pour un procédé classique.

TORRIJOS et coll., (1997) évaluent le coût de fonctionnement de leur SBR à 1 centimes par litre de lait pour des effluents de laiteries et à 1,14 F.hl<sup>-1</sup> d'eau traitée pour des effluents vinicoles dont 15% pour le transport des boues, 31% pour l'électricité, 54% pour l'élimination des boues (TORRIJOS et MOLETTA, 1997).

CHOI et coll. (1997) montrent que le passage d'un procédé classique continu à un SBR induit une réduction des coûts de fonctionnement de 40 à 53 % et ce notamment grâce à la réduction des besoins en oxygène, l'abattement du carbone et de l'azote étant supérieur à celui d'un procédé classique. De même HUDSON et coll. (2001) mettent en avant les avantages liés à l'utilisation d'un SBR à la place d'un procédé continu classique pour traiter des effluents issus de raffineries : flexibilité plus grande, économies d'énergie, et d'éléments supplémentaires, gain de coûts (réduction de 50% des coûts d'investissement), et de place, besoins électriques et mécaniques plus simples, et enfin possibilité de contrôler le développement des bactéries filamenteuses grâce à des périodes de diète.

Enfin, pour SCHLEYPEN et coll., (1997), le remplacement d'un procédé continu par un SBR avec alimentation continue induit une réduction des coûts d'investissements, et permet de s'affranchir du rajout de carbone exocellulaire. Cependant, le coût énergétique lié à l'aération et à l'entrée et la sortie de l'eau du réacteur est plus élevé que pour un procédé continu.

# 2. Formalisation des processus biologiques d'épuration du carbone de l'azote et du phosphore et de la décantation secondaire

Il devient actuellement crucial pour pérenniser le fonctionnement des installations de traitement et définir de nouvelles stratégies de contrôle, de formaliser les procédures et de faciliter leur utilisation. La formalisation des processus d'épuration et de décantation au travers de modèles mathématiques s'est révélée être, au cours des dernières années, un outil incontournable pour le dimensionnement et le contrôle des stations d'épuration.

Le programme européen COST 682 « Optimizing the design and operation of biological wastewater treatment plant throught the use of computer programs based on dynamic modelling of the process » a été initié en 1982 pour promouvoir le développement et faciliter l'application de modèles pour la conception et la gestion d'usines de traitement biologique des eaux. A cet effet un environnement de simulation « benchmark » a été élaboré : les modèles proposés sont le modèle ASM1 (HENZE et coll., 1986) de l'IAWQ pour les processus d'épuration biologique du carbone et de l'azote et le modèle de TAKACS et coll. (1991) pour la décantation.

## 2.1. <u>Formalisation des processus d'épuration biologique : le</u> modèle ASM1 (HENZE et coll., 1986)

Le modèle ASM1 a été présenté en 1986 par HENZE et coll., dans le cadre de l'IAWPRC, afin de formaliser les différentes connaissances accumulées pendant la vingtaine d'années précédentes sur la modélisation mathématique du traitement de l'eau usée par voie biologique. Ce modèle, relativement simple, représente encore à l'heure actuelle un véritable consensus international dans les milieux de la recherche et de l'industrie (intégration dans des logiciels commerciaux comme GPS-X, SIMBAD, BIOWIN,...). Il permet de modéliser *via* la résolution d'un système de 8 équations différentielles, le traitement de la pollution carbonée et azotée en fonction du temps.

Depuis sa création, l'IAWQ a actualisé le modèle ASM (ASM n°2a, 2b, 3) afin d'affiner les simulations et de prendre en compte le traitement du phosphore. Cependant, la validité du modèle n°2 est contestée, notamment dans sa représentation des inhibitions de la dénitrification, et pose encore des problèmes d'identification de variables et d'applicabilité, du fait de sa complexité liée à l'intégration d'une structure interne de la cellule. Le modèle n°3 semble plus prometteur, mais reste encore complexe à l'heure actuelle, pour son application à notre démarche.

#### 2.1.1. <u>Présentation du modèle</u>

Le modèle présenté sous un format matriciel comporte treize variables et huit processus. Les différents paramètres sont au nombre de 19. La matrice globale est reportée tableau I-17

Les coefficients de la matrice notés  $v_{ij}$  sont dotés d'un signe négatif s'il y a consommation et d'un signe positif s'il y a production.

Le bilan de masse s'écrit :

#### **Entrée - Sortie + Réaction = Accumulation**

Il vient que le terme de réaction s'écrit :  $r_i = \sum v_{ij} \rho_j$  Équation I-7

La continuité des équations est assurée en considérant que toute la DCO perdue *via* la mortalité de la biomasse doit être équilibré par l'utilisation d'oxygène.

#### Tableau I-17: Représentation matricielle du modèle ASM1 (HENZE et coll., 1986)

	Composé> i	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	Vitesse, <i>p</i> j
j	j processus ↓	S <sub>1</sub>	So	X1	Xs	X <sub>8,8</sub>	X <sub>8,A</sub>	Хр	S <sub>0</sub>	Swo	S <sub>MM</sub>	Smo	X <sub>RD</sub>	Salk	[ML <sup>-3</sup> T <sup>-1</sup> ]
1	Croissance aérobie hétérotrophes		$-\frac{1}{Y_H}$			1			$-\frac{1-Y_H}{Y_H}$		-i×s			- <u>i<sub>XB</sub></u> 14	$= \mathcal{A}_{\mathrm{H}} \left( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{S}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{S}} + \mathbf{S}_{\mathrm{S}}} \right) \left( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{O}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{OH}} + \mathbf{S}_{\mathrm{O}}} \right) \mathbf{X}_{\mathrm{IH}}$
2	Croissance anoxique hétérotrophes		$-\frac{1}{Y_{H}}$			1				- $\frac{1 - Y_{H}}{2,86 Y_{H}}$	-i <sub>×8</sub>			$\frac{1\!-\!Y_{\rm H}}{1\!4286Y_{\rm H}}\!-\!\frac{i_{\rm EB}}{1\!4}$	$\begin{split} &-\hat{\mu}_{\mathrm{H}} \bigg( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{S}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{S}} + \mathbf{S}_{\mathrm{S}}} \bigg) \bigg( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{O}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{O}\mathrm{H}} + \mathbf{S}_{\mathrm{O}}} \bigg) \\ &\times \bigg( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{H}\mathrm{O}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{H}\mathrm{O}} + \mathbf{S}_{\mathrm{H}\mathrm{O}}} \bigg) \boldsymbol{\eta}_{\mathrm{g}} \mathbf{X}_{\mathrm{E}\mathrm{H}} \end{split}$
3	Croissance aérobie autotrophes						1		$-\frac{4,57-Y_{\rm A}}{Y_{\rm A}}$	$\frac{1}{Y_A}$	$-i_{XB} - \frac{1}{Y_A}$			$-\frac{i_{XB}}{14}-\frac{1}{Y_{A}}$	$-\hat{\mu}_{A}\left(\frac{S_{10H}}{K_{10H}+S_{S}}\right)\left(\frac{S_{0}}{K_{0A}+S_{0}}\right)X_{BA}$
4	Mortalité hétérotrophes				1-f <sub>P</sub>	-1		fp					i <sub>xə</sub> fpi <sub>xp</sub>		⊎нХөн
5	Mortalité autotrophes				1-f <sub>P</sub>		-1	fp					i <sub>XB</sub> :∱pi <sub>XP</sub>		b <sub>A</sub> X <sub>BA</sub>
6	Ammonification de l'azote organique soluble										1	-1		1 14	k <sub>s</sub> SndXba
7	Hydrolyse de la matière organique adsorbée		1		-1										$\begin{split} & -\mathbf{k}_{\mathrm{H}} \frac{\mathbf{X}_{\mathrm{H}} / \mathbf{X}_{\mathrm{H}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{X}} + \left(\mathbf{X}_{\mathrm{H}} / \mathbf{X}_{\mathrm{H}}\right)} \!\! \left[ \left( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{O}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{O}} + \mathbf{S}_{\mathrm{O}}} \right) \right. \\ & + \eta_{\mathrm{s}} \! \left( \frac{\mathbf{K}_{\mathrm{O}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{O}} + \mathbf{S}_{\mathrm{O}}} \right) \! \left( \frac{\mathbf{S}_{\mathrm{N}}}{\mathbf{K}_{\mathrm{N}} + \mathbf{S}_{\mathrm{N}}} \right) \! \left] \mathbf{X}_{\mathrm{H}} \end{split}$
8	Hydrolyse de la matière azotée adsorbée											1	-1		$\rho_2(\mathbb{X}_{10} \ / \mathbb{X}_S)$
Vitesse de conversion observée ML <sup>-1</sup> <sup>1</sup> $I_i = \sum_j I_j = \sum_j V_j \rho_j$								Paramètres cinétiques: croissance et mortalité des hétérotrophes							
Par Rei Fra pro Ma Ma bio	ramètres stoechiométriques : ndement croissance : $Y_{\mu}, Y_{\lambda}$ laction de la biomasse : duisant des particules : $f_{\mu}$ sse NDCO de biomasse : i <sub>xa</sub> = sse NDCO produit de masse : i <sub>v</sub>	Mattière organique soluble inerte [M(DCO)L <sup>2</sup> ]	Substrat facilement biodégradable [M(DCO)L <sup>2</sup> ]	Matière organique particulaire inerte [M(DCO)L <sup>2</sup> ]	Substrat biodégradable [m(DCO)L <sup>3</sup> ]	Blomasse hétérotrophe active [M(DCO)L <sup>2</sup> ]	Biomasse autotrophe active [M(DCO)E <sup>3</sup> ]	Produits particulaires de la mortalité [M(DCO)L <sup>2</sup> ]	Oxygène [M(-DCO)E <sup>3</sup> ]	Nitrate et nitrite [M(N)L <sup>3</sup> ]	Azote ammoniacal [M(N)L <sup>3</sup> ]	Azote organique soluble biodégradable [M(N)L <sup>3</sup> ]	Azote organique particulaire biodégradable [M(N)L <sup>3</sup> ]	Alcalinité mole	$\begin{array}{l} & \underset{(\lambda, \nu_{0}, \nu$

#### 2.1.2. <u>Les variables</u>

Les variables sont exprimées en mgDCO.L<sup>-1</sup> pour les composés carbonés et en mgN.L<sup>-1</sup> pour les composés azotés. Elles représentent uniquement les polluants organiques ou la biomasse et l'alcalinité. Les bilans sont établis en terme de transfert d'électrons (réactions d'oxydo-réduction du métabolisme bactérien).

Deux types de pollution sont discriminés en fonction de leur rôle dans la croissance de la biomasse : la pollution biodégradable d'une part et la pollution inerte d'autre part. La pollution biodégradable représente le substrat de croissance des microorganismes. Elle peut être divisée en pollution rapidement biodégradable ou lentement biodégradable en fonction de la cinétique de dégradation du polluant. Les polluants rapidement biodégradables sont utilisés directement sans hydrolyse par passage direct de la membrane cellulaire alors que les polluants lentement biodégradables doivent subir une étape d'hydrolyse enzymatique. La figure I-5 ci après représente les différentes formes de la DCO définies dans le modèle n°1.



Figure I-5 : Décomposition de la DCO totale en variables du modèle n°1, HENZE et coll. (1986)

NB : La vitesse d'hydrolyse aérobie est supérieure à la vitesse d'hydrolyse en anoxie, la vitesse d'hydrolyse en anaérobie est nulle.

La pollution non biodégradable ou inerte est apportée soit par l'eau usée entrante soit par la lyse bactérienne. Les composés inertes solubles  $(S_I)$  se comportent comme des traceurs, alors que les composés inertes particulaires  $(X_I)$  sont majoritairement piégés dans la boue.

De la même manière, on définit les variables correspondant à l'azote. La figure I-6 représente les différentes variables associées aux différentes formes d'azote.



Figure I-6 : Décomposition de l'azote total en variables du modèle n°1, HENZE et coll. (1986)

La mort des bactéries autotrophes et hétérotrophes induit la production de matière organique qui peut rentrer à nouveau dans le cycle. La décomposition de l'ammoniaque favorise la croissance des bactéries autotrophes et hétérotrophes .

La dernière colonne de la matrice représente l'alcalinité. Cette variable considère les changements de valeur de pH en faisant un bilan d'oxydo-réduction. La nitrification conduisant à la formation de deux protons induit une diminution du pH. La dénitrification au contraire provoque une augmentation du pH par la consommation d'un proton.

#### 2.1.3. Les processus

Le modèle de l'IAWQ n°1 décrit huit processus qui reposent globalement sur quatre concepts : la croissance de la biomasse, la mort de la biomasse, l'ammonification de l'azote organique, l'hydrolyse et deux populations bactériennes : la biomasse hétérotrophe :  $X_{B,H}$ , et la biomasse autotrophe :  $X_{B,A}$ . La liste des processus est la suivante : croissance aérobie des hétérotrophes, croissance anoxique des hétérotrophes, croissance aérobie des autotrophes, mort des hétérotrophes, mort des autotrophes, ammonification de l'azote organique soluble, hydrolyse de la matière organique piégée, hydrolyse de l'azote organique piégé (figure I-7).

La biomasse hétérotrophe, majoritaire, croît sur le substrat rapidement assimilable. En conditions aérobie ou anoxique, les accepteurs d'électrons sont respectivement l'oxygène So ou les ions nitrate (dénitrification). En conditions anoxiques, le ralentissement de la vitesse de croissance des bactéries hétérotrophes (qui ne sont pas toutes dénitrifiantes) est pris en compte dans le modèle par la réduction de la vitesse de croissance d'un facteur  $\eta_g$ . Les bactéries autotrophes n'utilisent que l'oxygène comme accepteur d'électrons et se servent de l'ammoniaque S<sub>NH</sub> comme donneur d'électrons et de protons (nitrification).

La structure du modèle de **Monod** est utilisée pour modéliser la **croissance** : les vitesses de croissance sont d'ordre 1 par rapport à la concentration en bactéries et sont modulées par les facteurs limitants que sont substrat et accepteurs d'électrons.

La **mort cellulaire** obéit au modèle de **Herbert** : la vitesse de mortalité est d'ordre 1 par rapport à la concentration en bactéries. La mort cellulaire permet de redonner du substrat et de la DCO particulaire inerte  $X_p$  (processus de mort régénération). Le modèle de l'IAWQ n°1 introduit le **concept de mort régénération** pour expliquer la consommation d'accepteur d'électrons liée à la lyse de la biomasse (en anoxie et en anaérobie).

Parallèlement des fonctions « switch » ont été introduites pour passer d'un métabolisme aérobie à un métabolisme en absence d'oxygène ou pour traduire le ralentissement de la vitesse de croissance des hétérotrophes en anoxie. Ces artifices mathématiques, combinés aux modèles de base sont censés représenter au mieux les phénomènes biologiques.

Le concept adopté par l'IAWQ n°1 pour la modélisation de l'hydrolyse est celui de la **limitation par la surface réactionnelle disponible**.



Figure I-7 : Schéma conceptuel du modèle ASM1 de l'IAWQ n°1 (CHACHUAT et coll., 2001)

## 2.2. Formalisation des processus de décantation secondaire : les modèles de décantation

Il existe de nombreux modèles permettant de décrire l'évolution de la vitesse de décantation en fonction de la concentration en particules.

La plupart de ces modèles sont basés sur la théorie des flux solides développée par KYNCH (1952) selon laquelle le flux (J<sub>s</sub>) de particules solides au cours du processus de sédimentation gravitaire est fonction uniquement de la concentration locale en boues (X) et de leur vitesse de décantation (v<sub>s</sub>) : J<sub>s</sub> (X) = v<sub>s</sub> (X) X.

La courbe de sédimentation représente l'évolution de la hauteur du voile de boue en fonction du temps. Selon KYNCH (1952) plusieurs phases sont distinguées (figure I-8) :



Figure I-8 : Courbe de sédimentation du voile de boue (H) en fonction du temps, décomposition selon la théorie de KYNCH (1952)

- la zone 1 dite de refloculation : le voile de boue n'est pas encore net à cause de phénomènes de floculation ou de turbulences,
- la zone 2 dite de chute libre : l'interface est repérable, la chute des particules s'effectue à vitesse constante  $v_0$  créant une zone interfaciale entre l'eau décantée et les boues, la concentration est considérée comme constante dans cette zone,
- la zone 3, ou zone intermédiaire, où la décantation et la compression agissent ensemble, la vitesse de chute de l'interface diminue jusqu'à devenir pratiquement nulle,
- et la zone 4 dite zone de compression : la vitesse de chute diminue progressivement jusqu'à devenir complètement nulle. La réduction du volume de boues n'est plus caractérisée par un processus de décantation mais par un phénomène de compression.

De nombreuses expressions mathématiques rendent compte de la relation entre la vitesse de sédimentation (v) et la concentration en boues (C) (tableau I-18).

Formule	Auteur
$v = k e^{-nC}$	VESELIND (1968)
$\upsilon = kC^{-n}$	DICK et YOUNG 1972
	YOSHIOKA et coll. (1957)
$\upsilon(X) = \max[0,\min\{\upsilon_0,\upsilon(e_{-m(X-X\min)}-e_{-r_p(X-X\min)})\}]$	TAKACS et coll. (1991)
$\upsilon = k \frac{e(-nC)}{C}$	СНО (1989)

Tableau I-18: Les modèles de vitesse de sédimentation : v est la vitesse de décantation et C est la concentration de la boue

Le modèle de TAKACS, 1991, connu sous le nom de modèle double exponentiel, propose une généralisation de l'équation de VESILIND, (1968) et est utilisé dans le benchmark proposé dans le cadre du programme COST 682.  $v_0$  et  $v_0$  sont les vitesses maximales de décantation pratique et théorique,  $r_h$  est un paramètre caractéristique de la zone d'épaississement,  $r_p$  est associé au comportement des zones de faibles concentrations pendant la décantation et X<sub>min</sub> est la concentration minimale en matières en suspension que l'on peut atteindre dans l'effluent.

Ce modèle est fondé sur le concept des flux de solides et des bilans de masse autour de chaque couche. Les vitesses de décantation sont réparties en quatre régions pour décrire le comportement des différentes fractions de la boue (voir figure I-9). Ce modèle permet de simuler les profils de concentrations dans la colonne de décantation en incluant le débit des couches inférieures, la concentration en matières en suspension en conditions dynamiques ou stationnaires.

Si X<X<sub>min</sub> la vitesse de décantation est nulle, si X<sub>min</sub> <X< X<sub>low</sub> la vitesse de décantation est dominée par les particules les plus lentes , enfin si X<sub>low</sub><X <X<sub>high</sub> on considère que la vitesse de décantation est indépendante de la concentration car les flocs atteignent leur taille maximale.



Figure I-9 : Théorie de TAKACS et coll. (1991)

# 2.3. <u>Utilisation simultanée des modèles d'épuration et de</u> <u>décantation pour l'étude des procédés : le BENCHMARK</u>

Dans le but d'exercer un contrôle accru sur le fonctionnement des stations d'épurations classiques constituées d'un bassin d'aération et un décanteur, des chercheurs ont regroupé leurs connaissances tant du point de vue de l'épuration que du point de vue des propriétés de décantation. De ce regroupement est né un Benchmark, développé dans le cadre du programme COST 682 et disponible sur le site : http://www.ensic.inpl-nancy.fr/COSTWWTP/.

#### 2.3.1. Les modèles utilisés

Ce benchmark propose :

- d'utiliser le modèle **ASM1** pour la prédiction des **phénomènes biologiques** dans les bassins d'aération,
- d'utiliser le modèle de TAKACS et coll. (1991) pour les processus de décantation dans les décanteurs secondaires. Le décanteur est divisé en n couches horizontales et alimenté au niveau de la couche m. Les bilans de conservation de masse sont appliqués entre chaque couche.

## 2.3.2. <u>Bases de données pour la caractérisation de l'eau</u> <u>d'entrée</u>

L'une des principales difficultés d'utilisation et d'harmonisation du modèle ASM1 réside dans l'identification des variables carbonées et azotées et dans la variabilité spatiale et temporelle de la qualité de l'effluent. Le benchmark propose des bases de données pour les différentes variables du modèle ASM1 pour différentes situations météorologiques : pluie, sec, orage et leur évolution sur 14 jours. Dans un souci d'harmonisation géographique ces valeurs représentent la moyenne des valeurs obtenues dans différentes stations de part le monde. L'évaluation de la qualité de l'effluent est réalisée en utilisant un index de qualité de l'eau qui inclut les composés qui ont un effet négatif sur la santé humaine.

### 2.4. <u>Méthodes d'identification des variables du modèle ASM1</u>

La caractérisation des variables et des paramètres du modèle est une étape clé puisqu'elle conditionne la pertinence du modèle et une bonne adéquation entre la théorie et l'expérience.

On considère généralement que la biomasse autotrophe est négligeable dans l'eau usée, ce qui signifie que le terme  $X_{B,A0}$  est nul. De même, on considère que le terme  $X_P$  est nul dans l'eau d'entrée puisque cette fraction représente les produits inertes formés dans la boue.

On déterminera donc expérimentalement cinq fractions de la DCO dans l'eau d'entrée qui sont :  $DCO_{t0} = S_{S0} + S_{I0} + X_{S0} + X_{B,H0} + X_{I0}$ .

L'azote oxydable est présent sous cinq formes :  $S_{NH}$  = azote ammoniacal,  $S_{NI}$  azote soluble inerte,  $X_{NI}$  azote particulaire inerte,  $S_{ND}$  azote organique facilement biodégradable,  $X_{ND}$  azote organique lentement biodégradable.

Une étude approfondie doit être menée de manière rigoureuse pour chaque type d'effluent car les données de la bibliographie nous avertissent d'une grande disparité de répartition.

- La répartition des différentes formes de DCO (S<sub>I</sub>, S<sub>S</sub>, X<sub>S</sub>, X<sub>B,H</sub>, X<sub>I</sub>) peut être très différente d'un pays à l'autre, et même au sein d'un même pays.
- La répartition diffère complètement lorsque l'on passe d'un effluent industriel à un autre (NAIDOO et coll., 1998).
- Il existe des variations temporelles de la composition d'une eau usée (KRISTENSEN et coll., 1992 ; MELCER, 1999).

Il n'existe pas à l'heure actuelle de méthode normalisée concernant le fractionnement des différentes formes de DCO d'une eau usée. Cependant, après étude bibliographique, il apparaît qu'il existe quatre grandes méthodes de fractionnement :

- Le fractionnement physico-chimique,
- Le suivi d'un pilote en régime permanent,
- Les tests de biodégradation en réacteur fermé,
- Les tests respirométriques en conditions aérobie ou anoxique.

## 2.4.1. <u>Avantages et inconvénients des différentes techniques</u> <u>utilisées</u>

Les méthodes les plus utilisées pour identifier les variables ainsi que les avantages et les inconvénients associés, sont reportés dans le tableau I-19.

Les méthodes respirométriques sont souvent lourdes de mise en œuvre et difficiles à exploiter, mais elles permettent d'avoir une évaluation rapide et précise, et peuvent être appliquées à la mesure en ligne des variables (SPERANDIO, 1998). Dans un soucis de facilité de réalisation et d'exploitation nous avons choisit de nous intéresser plus particulièrement aux méthodes de coagulation floculation et de biodégradation en réacteur fermé, même si ces méthodes sont longues et présentent certaines incertitudes sur les mesures.

Technique	Variable et paramètres déterminés	Avantages	Inconvénients
Filtration	$S_{S0} + S_{I0}$ ,	Rapide	Ne correspond pas complètement aux définitions du
	$S_{ND0} (+S_{NI0})$	Mesures simples	modèle
		Matériel simple sauf si ultrafiltration	Problèmes de colmatage
			Problèmes de relargage de DCO par les membranes
			filtrantes organiques
Coagulation floculation	$S_{S0} + S_{I0}$ ,	Très rapide	Ne correspond pas complètement aux définitions du
	$\mathbf{S}_{\mathrm{ND0}} (+ \mathbf{S}_{\mathrm{NI0}})$	Mesures simples	modèle
		Matériel simple	Incertitude sur la nature des fractions isolées
Pilote en régime permanent	$S_{S0}, S_{NI0}$	Mesures simples	Long et difficile de maintenir un pilote en régime
		Basé sur le modèle et sur le comportement de la boue	permanent
	X <sub>I0</sub>		Question de la production de S <sub>p</sub>
			Détermination de X <sub>I0</sub> : nécessité de connaître f <sub>p</sub> , Y <sub>H</sub> ,
			et b <sub>H</sub>
Biodégradation en réacteur	$S_{S0}, S_{NI0}$	Matériel et calculs simples	Long
fermé	X <sub>I0</sub>	Basé en partie sur des processus biologiques	Utilise aussi la filtration
		Permet la mesure de X <sub>i0</sub>	Incertitudes sur la fraction isolée
Méthode respirométrique sur	$S_{S0}$	Basé sur le modèle	Mise en oeuvre du pilote longue et difficile
pilote		Calculs simples	Problèmes de conservation de l'effluent pour
			alimenter le pilote
			Installation de mesure spécifique
			Connaissance préalable de Y <sub>H</sub>
Méthode respirométrique en	$S_{S0}$	Basé sur le modèle	Mise en œuvre difficile, conditions expérimentales
réacteur fermé	$X_{S0}$	Rapide	contraignantes
	$X_{B,H0}$	On peut extraire plusieurs fractions en une seule	Installation de mesure spécifique (en aérobiose)
	Paramètres	expérience.	Connaissance préalable de Y <sub>H</sub> et éventuellement
	stoéchiométriques	On peut également permettre l'estimation de paramètres	d'autres paramètres
	et cinétiques de la boue	stoéchiométriques et cinétiques de l boue	Interprétation des mesures compliquée, peut
			nécessiter l'utilisation de la modélisation

#### Tableau I-19 : Techniques d'identification des variables du modèle ASM1, avantages et inconvénients
### 2.4.2. <u>Fractionnement physique ou physico-chimique de l'eau</u> <u>d'entrée</u>

Si le modèle ASM 1 de l'IAWQ sépare les différentes variables selon leurs propriétés cinétiques, il fait aussi la distinction entre la pollution soluble S et la pollution particulaire X. Ainsi, il est envisageable d'effectuer une distinction entre ces différentes fractions en utilisant le critère de la taille. A cette fin, deux types de techniques ont été développées : l'une purement physique qui consiste à filtrer l'effluent selon différents seuils de coupure, l'autre de nature physico-chimique qui consiste à effectuer une coagulation floculation.

### 2.4.2.1. <u>Caractérisation granulométrique d'une eau usée</u>

Il existe un consensus dans la littérature pour définir un seuil de coupure de la DCO soluble biodégradable aux alentours de  $0,1\mu$ m. Un recoupement des principes du modèle n°1 d'une part, et du fractionnement physique de l'eau usée d'autre part, permet d'effectuer une caractérisation physico-chimique des variables du modèle n°1 (tableau I-20).

Tableau I-20 : Nature chimique des variables d'entrée (hors biomasse) du modèle IAWQ n°1 extrait de STRICKER (2000), (d'après LEVINE et coll., 1985 ; HENZE et coll., 1993 ; WANNER, 1994)

Variable	Granulométrie	Propriétés physico -chimiques	Composition
S <sub>50</sub>	0,1 à 1 nm	Non coagulable	Acides gras volatils (dont acétate) Alcools (méthanol, éthanol,) Monosaccharides (glucose,) Acides aminés Peptones
X <sub>S0</sub> ou S <sub>S0</sub>	1à 100 nm		Protéines Polysaccharides
$X_{S0}$	100 nm à 100 μm		Graisses Débris cellulaires et organiques ADN
S <sub>10</sub>	0,1 nm à 10 nm	Non coagulable	Acides humiques et fulviques

Enfin rappelons qu'une modification du modèle n°1 a été effectuée en 1993 par HENZE et coll. pour introduire la notion de trois substrats biodégradables. La distinction entre les différentes espèces est reportée dans le tableau I-21. Cette modification présente l'avantage d'offrir une meilleure adéquation avec la réalité puisque la fraction inférieure à 100 nm contient aussi des macromolécules qui ne sont pas toutes rapidement biodégradables.

Fraction	Vitesse de dénitrification à 20°C (mgN.gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Granulométrie	Propriétés physico- chimiques	Composition (par ordre décroissant)
Directement métabolisable	10 à 20	< 1 nm	Non précipitable	Acide acétique principalement, quelques acides aminés et glucides
Rapidement dégradable	2 à 4	1 nm à 1,2 μm	Précipitable à forte dose de coagulant	Acides aminés, graisses, glucides simples
Lentement dégradable	0,2 à 0,5	> 1,2 µm	Précipitable à dose normale de caogulant + décantable	Protéines, graisses, polysaccharides

 Tableau I-21 : Propriétés des fractions biodégradables d'un échantillon d'eau usée brute (HENZE et coll., 1993)

Si le seuil de coupure de 0,1 µm semble être la barrière physique de la DCO biodégradable, sa détermination expérimentale pose certains problèmes techniques car l'utilisation d'un tel seuil de coupure nécessite de nombreuses étapes préalables avant la filtration afin d'éviter le colmatage du filtre.

#### 2.4.2.2. Les techniques de séparation

### 2.4.2.2.1. <u>La filtration</u>

La filtration au seuil de coupure de 0,1  $\mu$ m permet d'accéder de manière assez précise à la valeur de la DCO soluble biodégradable (S<sub>S</sub>). Cependant, cela est difficilement applicable hors d'un laboratoire. STRICKER (2000), a utilisé deux seuils de coupure : 1,2  $\mu$ m et 0,45  $\mu$ m afin de réduire les erreurs d'évaluation de S<sub>S</sub> et ce notamment par rapport à d'autres auteurs qui utilisent des seuils de coupure plus élevés : 7-8  $\mu$ m (LESOUEF et coll., 1992).

Sur la base de ces expérimentations, STRICKER (2000) affirme que S<sub>I0</sub> est contenu dans la fraction inférieure à 0,45  $\mu$ m, X<sub>B,H</sub> (biomasse vivante qui se développe dans le réacteur) et X<sub>P</sub> (résidus de la minéralisation) sont contenus dans la fraction supérieure à 1,2  $\mu$ m. La DCO des éléments dont la taille est comprise entre 0,45 et 1,2  $\mu$ m est dégradable ou inerte piégée dans les microflocs.

### 2.4.2.2.2. <u>Coagulation floculation suivie d'une séparation</u> physique

L'un des principaux objectifs de la coagulation floculation est d'obtenir l'agrégation de petites particules pour obtenir des particules de taille plus importante, de manière à pouvoir les éliminer plus efficacement par un moyen physique comme la décantation ou la filtration (LEVINE et coll., 1985).

La technique de coagulation floculation suivie d'une filtration ou d'une centrifugation est utilisée pour déterminer la fraction soluble rapidement biodégradable (MAMAIS et coll., 1993 ; NAIDOO et coll., 1998), et la fraction soluble non biodégradable de l'eau d'entrée (WENTZEL et coll., 1999). Le tableau I-22 ci-après propose un récapitulatif des différentes techniques de coagulation floculation utilisées, ainsi qu'une comparaison avec des méthodes biologiques suivies d'une filtration sur 0,45  $\mu$ m.

Références	Méthode de coagulation floculation	Autre méthode utilisée	Comparaison DCO (coagulation- floculation)/ DCO (respirométrie+filtration)
MAMAIS et coll. (1993)	$S_8$ ZnSO <sub>4</sub> pH =10,5 + Filtration sur 0,45 $\mu$ m	Réacteur continu avec arrêt de l'alimentation après 12 h EKAMA et coll. (1986)	Coefficient de corrélation entre les 2 méthodes =0,93 $S_s$ coagfloc = 1,025 $S_s$ bio
WENTZEL et coll. (1999)	$\begin{array}{c} S_{I} \\ Fin test batch \\ Al(SO_{4})_{3}.15H_{2}O (50 \text{ g/l}) + \\ filtration 0,45 \ \mu\text{m} \end{array}$	Filtration sur 1,2µm +EKAMA et coll. (1986)	Peu de différences entre les deux méthodes
NAIDOO et coll. (1998)	S <sub>s</sub> FeCl <sub>3</sub> (150mg/l)+ Décantation (30') +centrifugation	Test batch mesure de la vitesse de consommation de nitrates+ filtration 0,45 μm	+13 à 25% pour la méthode respirométrique

Tableau I-22: Comparaison des résultats obtenus en utilisant la coagulation floculation ou une méthode respirométrique

La plupart des auteurs montrent qu'il existe peu de différences entre les valeurs obtenues par respirométrie ou par coagulation floculation pour la détermination de S<sub>s</sub> ou de S<sub>i</sub>. (2,5 % d'écart entre les deux méthodes pour MAMAIS et coll. (1993). NAIDOO et coll. (1998) obtiennent une différence d'estimation de la DCO soluble biodégradable par méthode respirométrique après filtration et coagulation floculation de 13 à 25 %, différence liée, selon les auteurs, à l'élimination des macro-molécules de taille inférieure à 0,45 µm par coagulation floculation.

### 2.4.3. <u>Identification des variables du carbone et de l'azote : les</u> <u>tests de biodégradabilité en réacteurs fermés</u>

Les tests de biodégradabilité en réacteurs fermés sont des tests simples à mettre en œuvre, et ont été développés dans le but de normaliser les identifications des différents composants d'une eau usée (DUCHENE ET DERLET, 1994). Ces méthodes consistent à mettre une eau usée sous aération pendant plusieurs jours (avec ou sans *inoculum* de boues) et à suivre la dégradation de la matière organique au cours du temps.

A la fin du test on considère que seule reste la matière organique réfractaire, soluble et particulaire.

D'autres auteurs utilisent ces tests en vue de l'identification des fractions réfractaires et des fractions biodégradables de l'azote et du carbone. LESOUEF et coll., (1992) avaient déjà développé ce type de technique en utilisant deux réacteurs en parallèle, l'un contenant de l'eau brute et l'autre de l'eau filtrée, cette dernière étant filtrée à 7-8  $\mu$ m. La méthode développée par LESOUEF et coll., (1992) présente l'inconvénient de l'utilisation d'un seuil de coupure trop élevé qui permet de séparer S<sub>10</sub> et X<sub>10</sub> (si l'on admet que X<sub>10</sub> se trouve dans la fraction supérieure à 7-8  $\mu$ m), mais pas de X<sub>s0</sub> et de S<sub>s0</sub>.

STRICKER (2000) a mis au point une méthode comparable visant à déterminer en une seule expérience :  $X_{I0}$ ,  $S_{I0}$ ,  $S_{S0}$ , et  $X_{S0}$ .

Cette expérience consiste à mesurer les différentes formes de DCO à l'aide de deux réacteurs ensemencés avec des boues activées : l'un contenant de l'eau brute et l'autre de l'eau filtrée (1,2  $\mu$ m). L'interprétation des phénomènes biologiques se déroulant dans le réacteur s'inspire du modèle de l'IAWQ n°1 dans lequel le processus de mort-régénération est remplacé par celui de respiration endogène.

Au cours du test, l'évolution de la DCO dans chacun des réacteurs est reportée en ANNEXE 3.

STRICKER (2000) recommande de faire durer le test tant que les valeurs de fractionnement ne sont pas constantes (généralement au moins 21 jours) ce qui est en accord avec les données de DUCHENE et DERLET, (1994).

STRICKER (2000) a développé une méthode de détermination des variables de l'azote. Le principe de l'expérimentation est identique à celui décrit précédemment pour le carbone. Les figures sont reportées en ANNEXE 3 et les calculs sont détaillés dans le chapitre II.

## 3. <u>Fiabilisation du procédé : méthodes de contrôle de</u> <u>l'épuration dans un procédé SBR</u>

Un atout des SBR réside dans la possibilité d'exercer un contrôle important sur la qualité du traitement par la mise en place de procédures de contrôle automatisées. Cet avantage est d'autant plus important que la grande variabilité des eaux résiduaires urbaines peut conduire à des dysfonctionnements sanctionnés par une loi de plus en plus restrictive. Le contrôle peut s'exercer sur la qualité de l'eau à traiter, sur les concentrations dans l'eau de sortie, sur l'évolution des processus biologiques au cours des phases de réaction ou encore au moment de la décantation. Les moyens mis en œuvre passent par l'utilisation de simples capteurs jusqu'à des procédures plus complexes faisant appel à la modélisation et aux réseaux de neurones.

Dans le but d'avoir une meilleure qualité de l'effluent mais aussi de réduire les dépenses d'énergie, et de main d'œuvre, les stratégies de contrôle des SBR se sont orientées vers l'automatisation. Lorsque les objectifs à atteindre sont simples, une minuterie fait souvent office de système de contrôle, comme par exemple pour le traitement d'effluents issus d'une coopérative laitière (TORRIJOS et coll., 1997), de station d'épuration (MELCER et coll., 1987) ou dans le cas d'effluents plus chargés comme les huiles de vidange (CHOI et coll., 1997).

Par contre, lorsque les conditions sont plus restrictives, une automatisation plus complexe s'avère souvent nécessaire pour faire face aux variations de charges ou de composition de l'eau d'entrée. La méthode de contrôle doit permettre de suivre l'évolution des réactions biologiques à l'intérieur du réacteur et doit induire le passage à l'étape suivante lorsque la réaction est terminée.

Une première méthode de contrôle réside dans l'utilisation du suivi de l'évolution des profils des différents capteurs : rédox, pH, oxygène dissous qui sont caractéristiques des réactions dans la liqueur mixte. Un deuxième niveau de contrôle se situe dans l'utilisation d'un modèle mathématique pour prédire l'évolution des différentes espèces dans le réacteur après filtrage numérique.

Un troisième niveau consiste à utiliser des procédures fondées sur la mise œuvre des réseaux de neurones, pour, à partir des données brutes fournies par les capteurs, déterminer l'évolution des espèces ioniques (LEE et coll., 1999).

### 3.1. <u>Contrôle via évolution dynamique des capteurs</u>

La plupart des méthodes de contrôle utilisant les capteurs sont fondées sur le suivi de l'évolution des valeurs des capteurs et sur la détection de points caractéristiques. PAUL et coll. (1998) montrent que dans un procédé séquencé, les points d'inflexions des différentes courbes du rédox, du pH et de l'oxygène dissous sont liés aux principales activités biologiques jouant un rôle dans la nitrification, la dénitrification et l'élimination du carbone. La présence de points d'inflexion et l'évolution des valeurs des capteurs permettent d'apporter des informations quant aux conditions opératoires : faible ou forte charge.

HEDUIT et coll. (1988) proposent une corrélation possible entre la qualité de l'eau de sortie et le potentiel d'électrode en fin de période d'aération. Le changement de phase est alors déclenché par l'atteinte ou non d'une valeur seuil par le capteur (DEMOULIN et coll., 1997).

Le tableau I-23 nous montre quels sont les capteurs utilisés pour détecter la fin de la nitrification de la dénitrification ou encore la fin du relargage du phosphore.

Auteurs	Type d'effluent	Eléments	Capteur utilisé		Point sur lequel	
		traités	<b>O</b> <sub>2</sub>	pН	rédox	s'exerce le contrôle
ANDREOTTOLA et coll. (2000)	Effluent de l'industrie du bois	C,N	×	×		Fin nitrification
		-		×	×	Fin dénitrification
		-	×	×		Fin nitrification
		-			×	Fin dénitrification
PAVELJ et coll (2001)	Eau usée urbaine	CNP	×	×		Fin nitrification
		-			×	Fin dénitrification
CHARPENTIER et coll. (1989)	Eau usée urbaine (process continu)	CNP	×			Fin nitrification
WOUTERS-WASIAK et coll. (1994)	Eau usée urbaine (process continu)	CN			×	Fin nitrification
	(process comma)	-			×	Fin dénitrification
GARRIDO et coll. (2001)	Effluent laiterie	CN	×			Fin nitrification
× /		-			×	Fin dénitrification
LOUKIDOU et ZOUBOULIS (2001)	Lixiviat de décharge	CNP			×	Fin nitrification
	-	-			×	Fin dénitrification
LEE et coll. b) (2001)	Eau usée	CNP		×	×	Fin relargage P
		-		×		Fin nitrification
		-		×		Fin dénitrification
DEMOULIN et coll. (1997)	Eau usée	CNP	×		×	Nitrification Dénitrification
VI et coll (2001)	Fau usée	CNP	×		×	Nitrification
1000000000000000000000000000000000000	Lau usee	CINI	~		~	Dénitrification
						Déphosphatation

Tableau I-23 : Contrôle de la durée des phases à l'aide des capteurs de mesure du pH, de la concentration en oxygène dissous et du potentiel rédox

### 3.1.1. <u>pH : détection de l' « ammonia valley » et du « nitrate</u> <u>apex »</u>

Au cours des processus de nitrification et de dénitrification dans un SBR, le profil d'évolution du pH présente deux points caractéristiques qui correspondent respectivement à la fin de la nitrification et à la fin de la dénitrification. La fin de la nitrification est marquée par un minimum de valeurs du pH que l'on retrouve dans la littérature sous le nom de « ammonia valley » et noté  $\alpha$  sur la figure . La fin de la dénitrification est caractérisée par un maximum de valeurs du pH mieux connu sous le nom de « nitrate apex » noté  $\chi$  sur la figure I-10 (PAUL et coll., 1998 ; PLISSON-SAUNE et coll., 1996).



La détection des minima et des maxima est réalisée *via* la recherche de l'annulation de la dérivée première par rapport au temps après un filtrage numérique des valeurs.

Figure I-10: Points caractéristiques de l'évolution du pH et du potentiel rédox

LEE et coll. b) (2001) montrent que le suivi de l'évolution du pH (et aussi du potentiel rédox) en phase anaérobie permet de déterminer la fin du relargage du phosphore : les deux capteurs atteignent alors un plateau.

De nombreux auteurs mettent en avant l'intérêt d'utiliser le capteur pH pour le contrôle plutôt que d'autres capteurs : la valeur du pH est fiable et corrèle mieux avec les processus biologiques que le rédox (AL GHUSAIN et coll., 1994 ; HEDUIT et coll., 1992). Enfin le pH présente l'avantage de pouvoir être utilisé en conditions aérobie et anaérobie, ce qui n'est pas le cas du capteur de mesure de l'oxygène dissous.

#### 3.1.2. <u>Rédox : détection de points d'inflexion</u>

PAUL et coll. (1998); PLISSON-SAUNE et coll. (1996), définissent trois points d'inflexion (figure I-10): un en aérobie et deux en anoxie sur le profil d'évolution du potentiel rédox dans un procédé séquencé. Le premier,  $\alpha$ , correspond à la fin de la consommation des ions ammonium en aérobie, le deuxième,  $\beta$ , marque le début de la phase anoxique, et enfin le troisième  $\chi$  indique la disparition des ions nitrate. Ce dernier point d'inflexion est le plus souvent utilisé pour le contrôle et il est cité dans la littérature sous le nom de « nitrate knee ».

La détection des points d'inflexion du potentiel est réalisée par la recherche de l'annulation de la dérivée seconde par rapport au temps.

L'utilisation de la mesure du potentiel rédox pour le contrôle des processus biologiques est parfois controversée. HEDUIT et coll. (1987) montrent que la mesure du potentiel rédox est peu fiable et très sensible à son environnement : deux sondes peuvent afficher des valeurs de rédox différentes en fonction de la nature du métal employé et du traitement de surface réalisé. D'autre part, les points d'inflexion ne sont pas toujours bien marqués (AL GHUSAIN et coll., 1994). Enfin, HEDUIT et coll. (1992) souligne que le potentiel rédox n'est pas un vrai paramètre thermodynamique ; il donne une idée globale de l'oxydo-réduction du système, mais n'a aucune signification directe par rapport au process contrairement à la mesure du pH.

### 3.1.3. Oxygène : suivi de la consommation.

L'utilisation de la mesure de la concentration en oxygène dissous pour le contrôle du fonctionnement d'un SBR peut être réalisé de trois manières différentes :

- Si la concentration en oxygène dissous ne fait pas l'objet d'une régulation, le profil d'évolution peut alors être utilisé pour la détection de la fin de la phase de nitrification. La fin de la phase de nitrification est indiquée par l'annulation de la dérivée première (PAVELJ et coll., 2001 ; IP et coll., 1987 ).
- Si la concentration en oxygène dissous fait l'objet d'une régulation, la vitesse de consommation d'oxygène par les microorganismes est alors mesurée et est représentée par la pente des segments de droite correspondant à l'arrêt de l'aération (JOHANSEN et coll., 1997).
- Dans certains cas la vitesse de respiration ne peut pas être mesurée *in situ*. On utilise alors des respiromètres extérieurs qui renvoient l'information vers le process. Le tableau I-24 permet d'avoir une idée des exemples d'application et d'utilisation de ce type de capteurs. L'exemple le plus classique est celui du contrôle de la nitrification lorsque l'apport d'oxygène n'est pas régulé dans le SBR . Mais il peut aussi être utilisé pour la mesure de la DBO<sub>5</sub>, à condition que la valeur soit supérieure à 30mg.L<sup>-1</sup> (ROS et coll., 1988). Et enfin une utilisation plus originale consiste à s'en servir en anaérobiose pour la mesure de la consommation d'AGV et donc l'optimisation du relargage du phosphore.

Auteurs	Туре	Elément visé par le contrôle	But
LAPOSE at	<u>d'effluent</u>	D	Optimisation du relargage de phosphore
coll (1997)	synthétique	1	en anaérobie par la mesure de la
con. (1997)	synthetique		consommation des AGV
YOONG et coll.	Effluent	phénol	Respirométrie (mesure OUR) en ligne
(2000)	toxique	r · ·	tout au long du cycle pour évaluer la
× ,	1		dégradation du composé
MASSE et coll.	Effluent	Dégradation d'un antibiotique	Mesure production biogaz (process
(2000)	toxique		anaérobie)
KLAPWIJK et	Eau usée	Ν	Contrôle de la fin de la nitrification et de
coll. (19998)			la fin de la dénitrification
LIRA et coll.	Eau usée	C et N	Arrêt aération quand C et N sont
(2001)	urbaine		consommés
SURMACZ-		Ν	Contrôle de la durée de la phase aérobie
GORSKA et			
coll. (1996)			
ROS et coll.		С	Evolution de la valeur de la DBO <sub>5</sub>
(1988)			

Tableau I-24 : Contrôle de la durée des phases par une mesure respirométrique

### 3.1.4. <u>Amélioration des performances, économies d'énergie</u>

YU et coll. (2001) montrent que le contrôle de la durée des phases par les capteurs permet d'augmenter l'efficacité des réacteurs par rapport aux taux d'abattement, de réduire les coûts énergétiques d'environ 35%, d'augmenter les volumes traités et cela grâce à une diminution de la durée de la phase aérobie de 31 à 49%, de la phase anoxique de 36%, et de la durée totale du cycle de 49 à 73%. JOHANSEN et coll. (1997) évaluent la réduction de l'apport d'air de 14% sur 24h et de 40% sur un cycle.

Enfin, grâce à la mesure de l'activité respiratoire, YOONG et coll. (2000) arrivent à un contrôle de l'élimination d'un substrat inhibiteur (phénol) permettant de passer de cycles de 24h à des cycles de 4h avec des taux d'abattement identiques.

### 3.2. <u>Contrôle via la modélisation</u>

La modélisation est utilisée dans le but d'anticiper l'évolution des concentrations des différentes espèces azotées et carbonées afin d'ajuster au mieux la durée des différentes phases (CHACHUAT et coll., 2001). Le principe de l'utilisation de la modélisation pour le contrôle d'un procédé séquencé est représenté sur la figure I-11.

On utilise les valeurs des concentrations de l'influent et de l'effluent de la veille pour le calcul des données du jour. Une fois le calcul réalisé, une étape d'optimisation permet au système de prendre en compte différentes contraintes comme les normes de concentrations en sortie. Le système réajuste ensuite la durée des étapes.



Figure I-11 : Principe de l'utilisation de la modélisation pour le contrôle des procédés séquencés (KIM et coll. b), 2000)

Certains auteurs utilisent directement les modèles classiques alors que d'autres créent leurs propres modèles à partir de bilans de masse (tableau I-25). Le plus souvent l'utilisation des modèles ASM1 et ASM2 se révèle trop complexe (identification des variables et nombreux paramètres). C'est pourquoi ils sont souvent utilisés de manière simplifiée. D'autres auteurs, au contraire, rajoutent des équations pour représenter les phénomènes non pris en compte par le modèle ASM1 (BERNADES et coll. b),1996).

Auteurs	Type d'effluent	But du contrôle	Modèle utilisé
BERNADES et coll.	Eau usée	Contrôle consommation O <sub>2</sub>	Modèle
(1996) b)	urbaine	Contrôle dénitrification	ASM1
		Rajout d'une équation pour la vitesse de respiration et la capacité de dénitrification	modifié
LAUGHLIN et coll.	Effluent	Anticipation des variations de charge	bilan de
(1999)	industriel		masse
DEMLIVNCK at coll	Effluent	Déduction de l'apport extérieur en source carbonée et	MONOD *
(1994)	synthétique	minimisation de l'apport d'oxygène	NDDLIK
(1994)	synthetique	Modification de la durée des étapes du cycle	
		Mesure OUR indique la fin de la nitrification	
		Mesure ORP indique la fin de la dénitrification	
COHEN et coll. (1997)	ERU	Identification de la pollution entrante (données	ASM1
		historiques) et calcul des vitesses de nitrification et	simplifié
		dénitrification (fixe la durée des phases anoxiques et	
		aerobies)	
		bydraulique (by pass de l'effluent)	
		Purge de houe contrôlée par l'opérateur	
		Contrôle de l'aération en fonction de la charge entrante	
BRENNER (1997)	Eau usée	Recommande l'utilisation de ces modèles pour le	ASM1
	urbaine	contrôle des procédés à boues activées : modifications	ASM2
	(procédé	en ligne de la durée des phases	
	boues		
VATOOCIANNIIO 4	activées)		
KAISOGIANNIS et	Effluent	Controle de la nitrification via le modele qui determine	ASM2
coll. (1999)	synthetique	fonctionne en ligne	simplifie
ANDERSON et coll	Effluent	Contrôle de l'alternance des phases anoxiques et	ASM1
(2000)	urbain	aérobies (et donc de la nitrification et de la	simplifié
	(procédé	dénitrification)	I
	AAA)	Contrôle en ligne	
KIM et coll	Procédé	Calcul de la durée de la phase d'aération et de la durée	ASM1
(2000) b)	AAA	totale du cycle en fonction des données de l'influent	simplifié
SPANJERS et coll.	Eau usée	Mesures respirométriques sur l'eau d'entrée en ligne :	ASM1
(2001) MODENO et	urbaine STEP	Caracterisation des variables du modele ASMI	Dilana da
MORENO el BIJITRON (1998)	phenol	dissous pour la prédiction des concentration dans le	Bilans de
DUITKUN (1770)		réacteur via la modélisation ( bilans de masse et raiout	1112350
		d'une constante d'inhibition) : suivi de la dégradation	
		d'un produit toxique le phénol : réduction de moitié de	
		la durée du cycle	
MARSILI-LIBELLI et	Eau usée		
GIOVANNI (1997)	urbaine	suivi en ligne de la nitrification	ASM1

### Tableau I-25 : Contrôle de la durée des étapes du cycle à l'aide de la modélisation

\* NDBEPR (Nitrification Denitrification Biological Excess Phosphorus Removal)

### 3.3. <u>Utilisation des réseaux de neurones</u>

Les réseaux de neurones sont utilisés pour calculer en mode prédictif l'évolution des concentrations des différentes espèces au cours du temps. A partir des valeurs indiquées par les capteurs pH, potentiel rédox, et oxygène dissous, on peut accéder aux valeurs des différentes espèces *via* les équations de NERNST. La figure I-12 ci–après stigmatise le principe du calcul des concentrations des différentes espèces ioniques dans un réseau de neurones. Le tableau I-26 donne une idée du niveau de contrôle que l'on peut atteindre avec l'utilisation des réseaux de neurones.



Figure I-12 : Schéma de principe du contrôle d'un procédé avec les réseaux de neurones LEE et coll. (1999)

Auteurs	Type d'effluent	Mise en œuvre du contrôle
LEE et coll. (1999)	Effluent Synthétique	Le réseau de neurone permet le calcul des concentrations en espèces ioniques <i>via</i> les valeurs des capteurs obtenues en ligne, ce qui conduit à l'ajustement de la durée des étapes Contrôle nitrification/dénitrification par la mesure du potentiel rédox, de la concentration en O <sub>2</sub> dissous, et du pH
LUCCARINI et coll. (2001)	Effluent synthétique	Acquisition en ligne des valeurs du pH et du potentiel rédox: <i>via</i> le réseau de neurones donne accès aux concentrations des espèces ioniques de l'azote et du phosphore Contrôle de la durée des étapes d'un SBR
CHO et coll. (2001)		<ul> <li>Utilisation des réseaux de neurones pour la prédiction de l'évolution des profils du potentiel rédox et du pH, car cela est plus sur que de suivre directement l'évolution des valeurs données par les capteurs.</li> <li>Simulation des concentrations des différentes espèces grâce à l'équation de Nernst à partir des valeurs données par les capteurs pH et rédox</li> </ul>

L'utilisation du réseau de neurones reste encore assez marginale car elle est complexe à mettre en œuvre, mais CHO et coll. (2001) montrent que les réseaux de neurones permettent d'améliorer les performances du process en terme d'abattement et d'économie d'énergie.

#### CONCLUSION

≻Le traitement simultané de carbone de l'azote et du phosphore dans un SBR est possible mais nécessite la mise en place d'une alternance de phase judicieuse. Cette grande modularité permet l'utilisation de ce procédé pour traiter des effluents de nature très variée (toxiques, industriels, urbains). Pour le traitement d'une eau résiduaire urbaine, l'étude bibliographique permet de faire ressortir un certain nombre de paramètres caractéristiques (tableaux I-27 et I-28), qui seront exploités lors de l'optimisation du SBR étudié.

Durée cycle (h)	Remplissage	Réaction	Décantation
4 à 36	Anoxique 1 à 25 % de la durée totale	Fonction des éléments à traiter : C seul : Aérobie C,N : Aérobie, Anoxie C,N,P : Aérobie, anoxie anaérobie (anaérobie /aérobie de 0,3 à 3) Possibilité d'optimiser à l'aide du Benchmark	6 à 17 % de la durée totale

	Tableau I-27 : Caractéristic	ues du cycle de fonctionnem	ient du procédé SBR alimenté avec i	une ERU.
--	------------------------------	-----------------------------	-------------------------------------	----------

Tableau I-28 : Caractéristiques de fonctionnement du procédé SBR alimenté avec une ERU.

HRT	SRT	Taux de renouvellement	Cm
(j)	(j)	(%)	(kgDBO <sub>5</sub> .kgMES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup> )
1 à 2	15 à 20 Pour traiter CNP	50%	Larges gammes de charges

Les principales difficultés pour un traitement optimal avec un SBR résident d'une part dans le manque de carbone disponible pour la dénitrification ou la déphosphatation et dans le choix d'un âge des boues compatible avec la présence simultanée d'une flore nitrifiante et déphosphatante.

Le traitement de l'azote est dépendant de la température, de l'âge des boues car le faible taux de croissance de la biomasse autotrophe nécessite l'utilisation d'âges des boues élevés. L'enchaînement des réactions de nitrification et de dénitrification au sein d'un bassin unique peut conduire à un manque de carbone disponible pour la dénitrification.

Différentes solutions sont alors envisagées : rajout de carbone exogène, remplissages multiples ou optimisation de l'aération.

Le traitement du phosphore est également dépendant de la température et de l'âge des boues. Contrairement au cas de l'azote, il est préférable d'appliquer des âges des boues faibles. La déphosphatation biologique dans un SBR est relativement conditionnée par une alternance judicieuse des phases aérées et non aérées et par la présence d'acides gras volatils.

L'étape de décantation est souvent à l'origine de nombreux dysfonctionnements, notamment à cause d'un développement excessif de la flore filamenteuse. La maîtrise de cette phase nécessite la caractérisation des flocs contenus dans la liqueur mixte, car la nature de ces derniers est en rapport avec l'efficacité de traitement.

Les paramètres agissant sur le fonctionnement sont l'âge des boues, la température, la charge, et les conditions d'apport d'oxygène.

Dans le cadre du traitement des ERU l'étude bibliographique montre que dans le cas des petites installations l'utilisation d'un procédé SBR à la place d'un procédé à boues activées classique permet de réduire à la fois les coûts d'exploitation et les coûts d'investissements.

➤ La dégradation de la matière organiques par une flore bactérienne repose globalement sur trois grands principes qui sont : l'hydrolyse, la croissance et la lyse. Différentes approchent sont proposées pour modéliser ces processus. Les mécanismes spécifiques d'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore sont complexes et dépendent de la nature soluble ou particulaire, biodégradable ou non de la pollution contenue dans l'eau usée, de la température, de l'age des boues. Les méthodes globales de caractérisation de la pollution permettent via des corrélations plus ou moins empiriques de dimensionner une installation ( consommation d'oxygène ou encore la production de boues). Cependant, ces mesures sont insuffisantes pour anticiper d'éventuelles modifications dynamiques du procédé (variations de charges de débit....). La classification physico-chimique d'une eau usée selon les trois catégories : soluble, colloïdale et particulaire est insuffisante puisqu'elle ne définie pas forcément des catégories de biodégradabilté identique et elle ne permet donc pas de prévoir l'ensemble des processus biologiques. Ainsi, il faudra définir une méthode permettant la caractérisation la plus précise pour une technologie analytique la plus simple possible.

Le modèle ASM1 propose une caractérisation de l'eau usée au travers d'une compartimentation qui est fonction de critères de biodégradabilité : deux types principaux de pollution sont discriminés en fonction de leur rôle dans la croissance : la pollution biodégradable et inerte. On distingue ensuite des sous catégories en fonction de leur nature soluble ou particulaire.

Le modèle permet de formaliser les processus de biodégradation du carbone et de l'azote au travers de huit équations différentielles qui reposent sur quatre concepts : la croissance, la mort cellulaire, l'ammonification de l'azote organique et l'hydrolyse. Dix-neuf paramètres au total sont nécessaires à la résolution du système d'équation. Ce modèle bien que très utilisé ne permet pas de formaliser l'ensemble des phénomènes et notamment le processus de déphosphatation.

L'identification des variables reste un point crucial dans l'utilisation des modèles si l'on veut obtenir des résultats fiables. Différentes méthodes d'identification ont été développées : les plus courantes sont les méthodes de filtration, les méthodes respirométriques et enfin les tests de biodégradation en réacteur fermé. Les tests de biodégradation en réacteur fermé notamment permettent d'accéder en une seule manipulation à un grand nombre de variables, mais la durée du test ne permet son application en ligne au contrôle de procédés.

Les processus de sédimentation sont formalisés au travers de différents modèles basés sur la théorie des flux solides développée par KYNCH (1952). Les modèles les plus utilisés proposent une relation de type puissance ou exponentiel entre la vitesse de décantation et la concentration en matières en suspension. Le modèle de TAKACS et coll. (1991) notamment permet de modéliser la décantation sur de larges plages de concentrations.

Le regroupement du modèle ASM1 et du modèle de TAKACS, a été réalisé au travers du programme COST 682 pour proposer un Benchmark utilisable pour la comparaison des stratégies de contrôles des stations d'épuration.

Cette base de données propose des valeurs types pour les variables et paramètres des modèles, représentatives de données climatiques précises (temps de pluie, temps sec, ....). Plus largement on peut envisager d'utiliser cet outil pour d'autres procédés à culture libre comme le procédé SBR.

≻Le contrôle de la qualité des processus d'épuration biologique passe par une gestion fine de la durée des phases anoxiques et aérées. Il existe trois grands types de procédures de contrôle : 1) l'utilisation des profils d'évolution du potentiel rédox, du pH ou de l'oxygène, 2) l'utilisation de la modélisation en mode prédictif, et 3) l'utilisation des réseaux de neurones.

La première méthode est fondée sur la détection de points caractéristiques de la fin de la nitrification, de la dénitrification ou encore de la consommation de carbone. La fin de la nitrification est marquée par un minimum au cours de l'évolution du pH et par une diminution de la vitesse de respiration de la biomasse et la fin de la dénitrification par un maximum au cours de l'évolution du cours de l'évolution du cours de l'évolution du potentiel rédox.

La méthode utilisant les modèles pour le contrôle des procédés est plus lourde de mise en œuvre et nécessite certainement la simplification du modèle (CHACHUAT et coll., 2001). L'utilisation des réseaux neuronaux reste à être validée industriellement.

L'étude bibliographique a permis de mettre en avant les potentialités du procédé SBR (applicabilité, modularité, automatisation,....) et de définir des gammes de paramètres de fonctionnement selon un cahier des charges. Elle a également affirmé la nécessité de l'identification des variables si l'on veut justifier les simulations issues du Benchmark dans le cadre de l'optimisation d'un réacteur. Et enfin, elle montre que la fiabilisation et l'optimisation du procédé passent notamment par la mise en place de procédures de contrôle de l'avancement des réactions biologiques.

# MATERIELS ET METHODES

# II MATERIELS ET METHODES

### 1. Les pilotes utilisés

Trois types de pilotes ont été utilisés, deux à l'échelle du laboratoire, et un à l'échelle semi-industrielle.

### 1.1. <u>Pilotes utilisés à l'échelle du laboratoire</u>

### 1.1.1. Réacteur plexiglas utilisé avec un effluent synthétique

### 1.1.1.1. *Inoculum*, Alimentation

L'*inoculum* est constitué par des boues acclimatées à un effluent synthétique pendant 14 jours. Le réacteur, d'un volume total de 4,5 L, est inoculé avec 3 L de boues dont la concentration en MES est égale à 4,4 g.L<sup>-1</sup> et aéré sans alimentation pendant 12 heures avant le démarrage du réacteur.

### • Protocole d'acclimatation de l'inoculum de boue à un effluent synthétique

Le processus d'acclimatation est conduit à l'aide d'un procédé continu avec recyclage dans une station d'épuration pilote. La station d'acclimatation se compose d'un bassin d'aération d'un volume de 50L et d'un décanteur, d'un volume est à 30L. Le bassin d'aération et le décanteur sont remplis avec des boues activées venant d'un bassin d'aération de la station d'épuration des eaux de Limoges. Les boues activées sont aérées en absence d'alimentation pendant 8 heures. A l'issue de cette période la stratégie d'acclimatation est mise en oeuvre en effectuant une montée progressive de la charge de l'alimentation et ceci selon le protocole suivant : 0,1 kg DCO.kg MVS<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup> pendant 1 jour, puis 0,2 kg DCO.kgMVS<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup> pendant 1 jour, puis 0,3 kg DCO.kg MVS<sup>-1</sup>.j<sup>-1</sup> le reste du temps. Durant cette période, le temps de séjour hydraulique global est de 24 heures, le temps de contact dans le bassin d'aération est maintenu à 12 heures et le taux de recyclage égal à 1.

L'alimentation est constituée d'un effluent synthétique dont la composition est donnée dans le tableau II-1 :

Viandox (g.L <sup>-1</sup> )	Saccharose (mg.L <sup>-1</sup> )	Chlorure d'ammonium (mg.L <sup>-1</sup> )	Acide phosphorique (85% v/v) (ml.L <sup>-1</sup> )
6,5	350	280	0,038

Tableau II-1: Composition de l'effluent synthétique dilué

Cette solution concentrée à 1950 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> de DCO est diluée avec de l'eau du réseau afin d'obtenir la concentration en DCO souhaitée à l'entrée. Le pH de la solution mère est ajusté à 7 avec de la soude 6N.

#### • Alimentation du pilote

Pendant 14 jours, le pilote est alimenté avec l'effluent synthétique dont la composition est décrite dans le tableau II-1. L'effluent est dilué de manière à se placer à une charge de 0,06 kgDBO<sub>5</sub>.kgMES<sup>-1</sup>.cycle<sup>-1</sup>. La surcharge massique est provoquée en concentrant d'un facteur 3 la solution d'alimentation ce qui provoque une augmentation de la charge massique à 0,15 kgDBO<sub>5</sub>.kgMES<sup>-1</sup>.cycle<sup>-1</sup>.

Les caractéristiques en terme de DBO<sub>5</sub> et de DCO de l'effluent d'entrée sont données dans le tableau II-2 ci-dessous.

Paramètre	t 0 j	t 14 j	t 14 j	t 22 j
$DBO_5 (mgO_2.L^{-1})$	5	00	18	00
DCO (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	1063		3189	
$COD (mgO_2.L^{-1})$	374		1121	
DBO <sub>5</sub> /DCO	0	,47	0,5	56

 Tableau II-2 : Caractérisation chimique globale de l'effluent synthétique au cours du fonctionnement

Dans tous les cas, les rapports DBO<sub>5</sub>/DCO sont supérieurs à 0,4. Le volume d'eau usée synthétique apportée manuellement en quelques secondes à chaque cycle est égal à 1,5 L. Le taux de renouvellement du réacteur est égal à 30%.

### 1.1.1.2. Les caractéristiques du pilote

Le réacteur présente un volume utile de 4,5 L. Sa forme de décanteur a été choisie de manière à faciliter la décantation et à se placer dans des conditions aussi proches que possibles de celles du pilote (figure II-1).



Figure II-1 : SBR plexiglas à l'échelle du laboratoire (volume 4,5 L) ( dimensions en cm)

L'agitation est assurée par un module d'agitation constitué d'une pâle (d'un diamètre de 8cm) fixée sur un axe lui-même entraîné par un moteur à vitesse fixe. L'aération est assurée par l'injection d'air à travers 3 poreux disposés de manière symétrique dans le cône du réacteur. L'aération n'est pas soumise à une régulation. Ce système permet d'avoir une répartition symétrique de l'air et d'injecter de fines bulles. L'apport d'oxygène est assuré par un compresseur. Les caractéristiques de fonctionnement du réacteur sont indiquées dans le tableau II-3 ci-dessous.

Tableau II-3 : Caractéristiques de fonctionnement du réacteur plexiglas, d'un volume 4,5L, à l'échelle du laboratoire

Volume (m <sup>3</sup> )	Diamètre (m)	k <sub>L</sub> a (h <sup>-1</sup> )	Vitesse d'agitation (rpm)	<sup>1</sup> ) t0 à t14 j	Débit d'air (L.min <sup>-1</sup> ) t 14 à t 22 j
4,5 10-3	0,19	16,2	50	0,5	1

La vidange du réacteur est effectuée à l'aide d'une pompe péristaltique.

Les principaux paramètres de contrôle sont mesurés par deux sondes. Le pH est enregistré toutes les 10 minutes à l'aide d'une sonde de mesure de pH (PONSELLE) ( $\pm$  0,1 unité pH) reliée à un module d'acquisition des valeurs. La mesure de la concentration en oxygène dissous dans le réacteur est assurée par une sonde à oxygène (OXI 340 WTW,  $\pm$  0,2 mg.L<sup>-1</sup>) reliée à un système d'acquisition enregistrant un point toutes les 10 minutes pendant 24 heures.

### 1.1.2. <u>Fermenteur utilisé avec de l'eau usée de la station de</u> <u>Limoges</u>

### 1.1.2.1. <u>Alimentation</u>, *Inoculum*

L'*inoculum* de boue d'un volume de 1,1 L est constitué par des boues de la station d'épuration de Limoges issues d'un des bassins d'aération.

L'eau d'entrée utilisée au laboratoire est prélevée à 9 heures après pré-traitement à la station d'épuration de Limoges et stockée 3 jours maximum à 4°C. Afin de limiter la dégradation à température ambiante l'eau est sortie quelques minutes avant le remplissage. Le volume d'eau apporté par cycle est de **0,9** L, soit un taux de renouvellement de **45%**.

### 1.1.2.2. <u>Caractéristiques</u>

Le réacteur (Applikon), d'un volume de 2,7 L, est en verre borosilicaté et en acier inoxydable. Il est muni de différents capteurs et d'un système d'acquisition des valeurs mesurées par les différents capteurs. Les paramètres suivis en ligne sont : le pH, le potentiel redox, la concentration en oxygène dissous et la température. Les précisions des différentes capteurs sont respectivement de  $\pm$  0,01 unité pH,  $\pm$  1 mV,  $\pm$  0,1%,  $\pm$  0,1°C. Ce fermenteur possède en outre un système d'agitation centrale avec contre-pâles et un système d'aération par bullage (voir figure II-2).



Figure II-2 : Fermenteur utilisé à l'échelle du laboratoire

Le régulateur ADI 1030 permet la mesure et la régulation de quatre paramètres *via* 11 sorties. L'acquisition des valeurs et la commande sont assurées par une interface PC (logiciel Bioexpert 1.10). L'organe de commande Bioexpert permet de réaliser des programmes permettant d'automatiser le fonctionnement. Les pompes de régulation du pH du fermenteur ont été détournées de leur fonction pour servir à alimenter et à vidanger le fermenteur. Le débit des pompes est fixé à 15 ml.min<sup>-1</sup>. Au cours des phases d'aération, le programme permet de réguler l'apport d'oxygène à 20% de la saturation.

Au cours des phases d'anoxie comme au cours des phases aérobies, la vitesse d'agitation est maintenue constante et égale à 80 rpm. Le remplissage est agité et anoxique.

Les caractéristiques géométriques et de fonctionnement du fermenteur, sont reportées dans le tableau II-4.

Tableau II-4: Caractéristiques de fonctionnement du fermenteur (volume de 2L), à l'échelle du laboratoire

Volume (m <sup>3</sup> )	Diamètre (m)	k <sub>L</sub> a (h <sup>-1</sup> )	Vitesse d'agitation (rpm)	Régulation de l'apport d'oxygène
2 10-3	0,13	16	80	20% de la saturation 15°C soit environ 2 mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup>

### 1.2. <u>Pilote échelle semi-industrielle</u>

### 1.2.1. <u>Alimentation, Inoculum</u>

Le réacteur est ensemencé avec des boues venant d'un des bassins d'aération de la station de Limoges. Il est entièrement rempli et après une heure de décantation, le surnageant et l'excédent de boue sont vidangés manuellement pour atteindre le niveau de la vanne de vidange.

L'alimentation est constituée par l'effluent arrivant à la station d'épuration de Limoges, mélange d'eaux usées urbaines et d'eaux usées industrielles (et notamment celles d'un abattoir) après dégrillage et déssablage.

Pour les cycles de 12 heures, l'eau est pompée à 9 h et à 21 h, pour les cycles de 24 heures avec double remplissage, l'eau est pompée à 9 h et à 18 h, et pour les cycles automatisés, l'eau est pompée à n'importe quel moment de la journée.

Le tableau II-5 ci-après reporte les différents volumes de remplissage utilisés au cours de cette campagne d'essai.

	Cycles de 12 heures	Cycles de 24 heures et cycles automatisés		
	un seul remplissage	Remplissage 1	Remplissage 2	
Hauteurs minium et maximum (capteur de niveau, zéro = bas du cylindre)	Hmini = 34 cm Hmaxi = 86 cm	Hmini = 34 cm Hmaxi = 70 cm	Hmini = 70 cm Hmaxi = 86 cm	
Volume apport (L)	650	455	195	

Tableau II-5 : Volumes d'apport d'eau usée réalisés au cours des cycles de 12 heures et des cycles de 24 heures

<u>Rque</u>: le taux de renouvellement du réacteur est identique dans les deux cas (cycles de 12 heures et cycles de 24 heures) et égal à **50%**.

Le remplissage se fait entre le niveau H = 34 (qui correspond au niveau de la vanne de vidange) et le niveau H = 86 à un débit de 1320 L.h<sup>-1</sup>. Le remplissage s'effectue par le bas afin d'assurer des conditions anoxiques (agitation en vitesse lente) à l'aide d'une pompe immergée de type « vide cave » (AQUA King) qui se situe dans un des « regards » de la station d'épuration de Limoges. Le débit maximum délivré par cette pompe est de 70 l.min<sup>-1</sup>, la hauteur de refoulement maximale est de 5,5 m et la profondeur maximale d'immersion est de 5 m. Le débit est ajusté à l'aide de vannes et d'un débitmètre à flotteur (0-2 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>). Un système de protection de la pompe a été conçu pour éviter les problèmes de colmatage. La pompe est lavée hebdomadairement.

### 1.2.2. <u>Caractéristiques du pilote</u>

### 1.2.2.1. Description des différents organes

Le pilote utilisé décrit, figure II-3, a été fabriqué par la société HERMEX, la liste des éléments de la figure est reprise dans le tableau II-7. Le matériau de construction est de la résine polyester déposée par centrifugation. Le pilote possède un système d'agitation, un système d'aération, cinq robinets de prélèvements disposés le long de la hauteur du réacteur et séparés chacun de 20 cm, une vanne assurant la vidange du liquide épuré (diamètre 32 mm BAMO, commande pneumatique), une vanne permettant le remplissage du réacteur (diamètre 32 mm BAMO, commande pneumatique) et une vanne de vidange des boues (diamètre 54 mm BAMO, commande pneumatique).

Les caractéristiques géométriques et de fonctionnement notamment utilisées pour la modélisation sont reportées dans le tableau II-6.

Volume (m <sup>3</sup> )	Diamètre (m)	k <sub>L</sub> a (h <sup>-1</sup> )	Vitesse d'agitation (rpm)	Régulation de l'apport d'oxygène
1,32	1,25	10	44 (aérobie) 30 (anoxie)	Entre $2 \text{ mgO}_2.\text{L}^{-1}$ et $5 \text{ mgO}_2.\text{L}^{-1}$

I abicau II V i Caracteristiques de reneuvintentent du phote a <u>c</u> ite et aci e a i centrie senii industriente
---

Le volume utile de ce réacteur est égal à la somme du volume du cône constituant le bas du réacteur et du volume du cylindre qui le surplombe. La hauteur de liquide dans le réacteur est telle que l'on a laissé 10 cm de marge par rapport à la hauteur maximale (ce qui correspond à une hauteur de liquide de 86 cm à partir du bas du cylindre), soit un volume utile total du réacteur égal à **1320** L.

Le pilote, le collecteur de fraction, ainsi que l'automate et le système d'acquisition sont enfermés dans un « igloo » constitué d'une cuve renversée de diamètre 3,40 m. Un plan simplifié de l'igloo est fourni figure II-4. Les figures II-5 à II-9 représentent des photos de l'igloo, du pilote ainsi que du système d'acquisition et de commande.

Référence	Fonction	Référence	Fonction
2	Cuve	19	Vanne de vidange et conduite
		20	d'évacuation de l'eau épurée
3	Paroi latérale cylindrique de la cuve H =1m	23	Pâle d'agitation
4	Partie conique de la cuve H = $\emptyset$ = 0,625 m	24	Arbre de l'agitateur
5	Jonction entre la partie cylindrique et la partie conique	25	Moteur d'agitation avec variateur de vitesse P =
6	Orifice de purge de boue, et	26	Capteur de niveau
7	positionnement de la vanne de purge de boue ( $\emptyset$ = 54 cm)	27	Capteur de mesure de la concentration en oxygène dissous
8		28	Capteur de mesure du potentiel rédox
9	Arrivée de l'eau usée	29	Capteur de mesure du pH
10	Débitmètre à flotteur	30	Support des capteurs
12	Pompe immergée et son moteur électrique	40	Organe de commande Automate TSX premium
13	P =	41	Organe de calcul
15 a et b	Aération : tuyaux en polyéthylène perforés ( $\emptyset = 1$ mm) 15a est recouvert d'une membrane en silicone microperforée		¥
16 a et b	Conduite d'arrivée d'air		
17	Surpresseur pour l'aération et son		
18	moteur P =		

### Tableau II-7 : Liste et fonction des éléments du pilote à l'échelle semi-industrielle



Figure II-3 : Plan du pilote à l'échelle semi industrielle



Figure II-4 : Schéma global du fonctionnement du pilote dans l'igloo





station d'épuration de Limoges

Figure II-5 : Mise en place du pilote dans l'igloo à la Figure II-6 : Pilote de 1320 L, échelle semi industrielle



Figure II-7 : Le pilote et les différents capteurs et Figure II-8 : Le système d'acquisition OPC Factory actionneurs reliés à l'automate



Figure II-9 : Les différents capteurs et actionneurs installés sur le pilote

### 1.2.2.2. <u>Agitation / aération / purge liquide / purge boue</u>

Le système d'agitation positionné de manière centrale est constitué d'une pâle d'agitation (MIXEL FLOCMIX 480 1B6) de diamètre 480 mm. Le moteur d'agitation entraîne la pâle d'agitation à une vitesse nominale maximale de 1415 rpm avec une réduction de 19,4, ce qui correspond à une vitesse maximale réelle de 73 rpm, pour une gamme de fréquence allant de 0 à 50 Hz. En vitesse lente (phases anoxiques) la fréquence est de 20 Hz soit 29,17 rpm et en vitesse rapide (phases aérobies), de 30 Hz soit 43,8 rpm. Afin d'assurer un meilleur brassage dans le réacteur, quatre contre-pâles ont été disposées de manière symétrique selon le diamètre du réacteur (épaisseur = 125 mm, hauteur = 990 mm).

Le système d'aération est constitué de deux tuyaux en polyéthylène disposés dans le cône du réacteur. L'un tapisse le diamètre au niveau de la jonction cône /cylindre, l'autre se situe au milieu du cône. Chacun des deux tuyaux est percé de trous réguliers (diamètre 1 mm environ). Afin d'assurer un meilleur transfert d'oxygène, le tuyau situé le plus haut est recouvert d'une membrane en silicone microperforée (REHAU), assurant la génération de fines bulles. L'air est fournit par un surpresseur à pistons rotatifs trilobes (GEFI/LUTOS type DITL 2R\_T), le moteur à une puissance de 1,5 kW pour une vitesse de 3000 rpm. Le débit d'air est ajusté entre 15 et 17 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> à l'aide d'un débitmètre à flotteur (0-30 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>). Les coefficients de transfert d'oxygène ainsi générés dans les boues et dans l'eau claire, à vitesse rapide et à vitesse lente sont reportés dans le tableau II-8.

k <sub>L</sub> a eau claire vitesse rapide (h <sup>-1</sup> ) CO (kg.m <sup>-3</sup> .h <sup>-1</sup> )	k <sub>L</sub> a boues vitesse lente (h <sup>-1</sup> )	k <sub>L</sub> a boues vitesse rapide (h <sup>-1</sup> ) CO (kg.m <sup>-3</sup> .h <sup>-1</sup> )
10 110	8	11 55

Tableau II-8 : Coefficients volumétriques de transfert d'oxygène (k<sub>L</sub>a) dans le réacteur

Les coefficients de transfert d'oxygène sont du même ordre de grandeur dans l'eau claire et dans les boues bien que le coefficient de transfert dans les boues devrait être moins élevé.

Les robinets de prélèvements sont répartis sur la hauteur du cylindre du réacteur. Le premier robinet (H1) est situé à 72,5 cm du bas du cône du réacteur, et les quatre autres se répartissent au dessus, espacés de 20 cm. Le premier robinet est celui qui est utilisé pour les différents prélèvements de boues au cours du suivi du réacteur. La vidange du réacteur s'effectue au niveau du deuxième robinet de prélèvement (jusqu'à une hauteur de 34 cm à partir du bas du réacteur), ce qui correspond à un volume vidangé de 650 L environ.

Un première vanne positionnée au niveau du deuxième robinet de prélèvement sert à effectuer la vidange liquide du réacteur. Une deuxième vanne du même type positionnée dans le bas du cône du réacteur sert à effectuer le remplissage du réacteur et enfin une troisième vanne d'un diamètre plus important est utilisée pour la purge de boue au cours de la phase de repos. Ces vannes sont commandées par un compresseur.

#### 1.2.2.3. Les différents capteurs

<u>Sonde à oxygène</u> : Capteur de mesure d'oxygène dissous (Endress et Hauser) COS4 (cathode en or, anode en argent). L'étalonnage est effectué dans l'air, la plage de mesure est de 0 à 10 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> pour une sortie analogique 4-20 mA.

**Potentiel rédox** :Electrode AgKCl/KNO<sub>3</sub> avec anneau de platine (Endress et Hauser CPF 82). La plage de mesure utilisée est -500 mV / + 500 mV pour une plage de sortie analogique 4-20 mA. L'étalonnage est assuré avec une solution tampon de 220 mV.

<u>**pH T°C</u>**: Electrode AgKCl/KNO<sub>3</sub> (Endress et Hauser CPF 81). La plage de mesure utilisée est 2 -12 en unité pH ce qui correspond à une gamme 4-20 mA en terme de sortie analogique.</u>

L'étalonnage est effectué de manière classique avec des solutions de référence pH 4 et pH 7.

Le boîtier associé possède une deuxième sortie analogique qui permet d'effectuer une mesure de la température.

Conductivité : Cellule de conductivité inductive (Endress et Hauser CLS 50).

La plage de mesure est de 0 à 2000  $\mu$ S/cm pour une plage de sortie analogique allant de 4 à 20 mA. L'étalonnage est effectué par rapport à une électrode portable (vérification de la constante de la cellule (C= 1,98)).

Les capteurs de mesure du pH, du potentiel rédox, de l'oxygène dissous, et de la conductivité sont positionnés de manière symétrique à la moitié du rayon du cylindre et immergés jusqu'à une profondeur équivalente à la jonction entre le cylindre et le cône.

<u>**Turbidité</u>** : La mesure de la turbidité est effectuée à l'aide d'une sonde immergée dans le pilote (SOLITAX, Dr Lange). Elle s'effectue conformément à la norme DIN EN 2707, à l'aide d'un procédé double à infrarouge et lumière diffusée. Le capteur de turbidité est positionné au niveau du début du cône. Cette méthode permet également la détermination des substances solides contenues dans les boues (et ce indépendamment de la couleur ).</u>

L'étalonnage de la sonde s'effectue à l'aide de préparations de boues activées successivement diluées. On effectue alors une comparaison entre la valeur obtenue par la méthode normée (avec filtres) qui permet de corriger la valeur affichée.

<u>Capteur de niveau</u> : Le capteur de niveau (Milltronics XPS/XCT) permet d'apprécier le niveau de liquide dans le réacteur. Il commande l'arrêt du remplissage. Le principe de la mesure est basé sur l'émission d'un faisceau qui vient se réfléchir sur la surface liquide. C'est pourquoi le faisceau incident ne doit intercepter ni les parois du réacteur, ni le système d'agitation. De manière à ce qu'aucun élément ne perturbe la mesure le capteur est positionnée 30cm au dessus du niveau de la cuve et au milieu du rayon de la cuve. L'étalonnage est réalisé de manière à ce que le niveau 0 corresponde au bas du cylindre.

Une vérification de l'étalonnage des différents capteurs est réalisée toutes les trois semaines en moyenne.

### 1.2.3. Les organes de commande et de calcul

### 1.2.3.1. <u>Automatisation et acquisition des valeurs du pilote à</u> <u>l'échelle semi-industrielle</u>

L'organe de commande 40 (figure II-3) est un automate de type TSX premium Telemecanique (société Schneider), il possède :

- Un module d'alimentation PSY 2600
- Une unité centrale TSX 57203
- Un module d'entrées tout ou rien TOR DEY 1602
- Un module de sorties tout ou rien TOR DSY 16 R5
- Un module d'entrées analogiques pour les capteurs AEY 800 et AEY 414

L'organe de calcul 41 gère la chronologie et la durée des différentes étapes ou phases de traitement durant un cycle de fonctionnement du réacteur et commande l'arrêt ou la mise en marche des différents moteurs électriques 13, 18 et 25, et l'ouverture ou fermeture des différentes vannes pneumatiques. Les capteurs 26, 27, 28 et 29 délivrent des signaux analogiques vers l'organe de commande 40. Ces signaux sont ensuite transmis à l'organe de calcul (logiciel OPC factory server), interface permettant de réaliser l'acquisition des valeurs des capteurs. Dans le cas où le changement des phases est induit par la détection de points caractéristiques sur les profils d'évolution du pH, du potentiel rédox ou de l'oxygène dissous, des programmes de lissage et de détermination des points d'inflexions, minima et maxima ont été développées sous Visual Basic. En retour l'interface 41 délivre un signal numérique vers l'organe de commande 40 ce qui permet à ce dernier de gérer la chronologie des phases et le passage d'une phase à une autre. Sinon c'est une temporisation qui commande le changement de phase.

Les liaisons entre les différents organes sont représentées sur la figure II-10.



Figure II-10 : Automatisation du pilote et stockage des valeurs issues des différentes capteurs

### 1.2.3.2. <u>Méthodes d'analyses des signaux : lissage et</u> <u>détection des points caractéristiques</u>

#### • Filtrage des courbes d'origine

Les capteurs fournissent des mesures à intervalle régulier. Elles constituent des signaux discrétisés dans lesquels il est nécessaire de détecter des points particuliers (maximum ou minimum local, point d'inflexion, ...). Les mesures sont entachées d'un bruit important, en particulier à cause du seuil de sensibilité des capteurs, de phénomènes d'hystérésis, et d'obstructions passagères par des impuretés. Le bruit se manifeste par la présence de hautes fréquences indésirables dans les signaux. Il risque de fausser l'interprétation des résultats, en introduisant des points caractéristiques factices ou bien en masquant des particularités intéressantes.

Nous utilisons un filtre passe-bas récursif du premier ordre, dont la fonction de transfert dans le domaine de Laplace est du type (équation II-1):

 $H(p) = \frac{1}{1+\tau p}$  Équation II-1 avec  $\tau$  la période de coupure.

L'équation récursive correspondante est (équation II-2) :

 $y_n = \alpha x_n + (1 - \alpha) y_{n-1}$  Équation II-2 avec le coefficient de filtrage  $\alpha = \frac{1}{1 + \frac{T}{2\pi}}$ .

 $x_n$  est la  $n^{i\text{ème}}$  valeur du signal d'entrée et  $y_n$  et  $y_{n-1}$  sont la  $n^{i\text{ème}}$  et la  $(n-1)^{i\text{ème}}$  valeur du signal de sortie.



La variable T représente la période de la fréquence de coupure souhaitée, avec pour unité de temps la période d'échantillonnage (le taux d'échantillonnage est alors égal à 1). Dans ce repère, T est la durée d'une période de la fréquence de coupure souhaitée, mesurée en nombre d'échantillons.

L'atténuation d'un filtre du premier ordre est faible (20 décibels par décade) mais suffisante pour les applications envisagées ici.

### • Recherche d'un maximum ou d'un minimum local

Une courbe présente un maximum ou un minimum local lorsque sa dérivée première s'annule.

Avec un signal numérisé réel, la probabilité d'obtenir exactement la valeur 0 est très faible, mais il est possible de détecter un changement de signe de la dérivée. Le calcul de sa valeur exacte n'étant pas nécessaire, il suffit de comparer les positions relatives des ordonnées de points adjacents.

### Voisinage simple

Le point n-1 est comparé à ses 2 voisins (il faut donc attendre l'arrivée du point n).

Si  $(y_{n-1}>y_{n-2})$  Et  $(y_{n-1}>y_n)$ Alors Le point d'indice n-1 est un maximum local.

Si  $(y_{n-1} < y_{n-2})$  Et  $(y_{n-1} < y_n)$ Alors Le point d'indice n-1 est un minimum local.



### Voisinage étendu

Il est possible d'éliminer les *extrema* locaux de courte durée, lorsque le contexte indique qu'ils sont dus à des points non significatifs. Le principe est d'étendre la taille du voisinage de recherche, afin d'imposer une durée minimale de croissance ou décroissance.

Cette méthode augmente d'autant le retard de détection.

*Si*  $(y_{n-2}>y_{n-3})$  *Et*  $(y_{n-3}>y_{n-4})$  *Et*  $(y_{n-2}>y_{n-1})$  *Et*  $(y_{n-1}>y_n)$ *Alors* Le point d'indice n-2 est un maximum local.



### • Recherche d'un point d'inflexion

Une courbe présente un point d'inflexion lorsque sa dérivée seconde s'annule, ce qui correspond à un sommet de sa dérivée première.

Le calcul de la dérivée seconde est très sensible au bruit. Même filtré, le signal initial conserve des ondulations parasites. Bien qu'un calcul analytique direct soit possible, nous procédons par étapes, afin de pouvoir filtrer la dérivée première avant de calculer la dérivée seconde (figure II-11). Les changements de signe de la dérivée seconde indiquent les points d'inflexion.



#### Figure II-11 : Méthodologie de recherche d'un point d'inflexion dans la méthode développée

Les retards dus aux deux dérivations et aux deux filtrages sont cumulés. Le point d'inflexion est détecté avec au moins une dizaine d'échantillons de retard. La valeur exacte de ce retard dépend du coefficient de filtrage et de l'allure du signal.

# 2. <u>Modélisation des processus d'épuration et de la</u> <u>décantation</u>

### 2.1. <u>Description du programme</u>
La modélisation est réalisée à l'aide d'un programme développé par M.N. PONS selon la description faite dans « The Cost Simulation Benchmark : description and simulator manual » liée aux programmes COST 624 et COST 682. Le programme est adapté au cas du fonctionnement particulier d'un SBR. Les modèles utilisés pour le programme de simulation sont : le modèle **ASM1 de HENZE et coll. (1986)** pour les phases de réaction et le modèle de **TAKACS et coll., (1991)** pour les phases de décantation.



Figure II-12 : Schéma général de fonctionnement du programme en Fortran

Le principe de fonctionnement du programme est représenté sur la figure II-11. Il contient quatre étapes principales : l'initialisation, le calcul des dérivées par rapport au temps, la résolution du système d'équations différentielles, et la gestion des données de sortie.

- A- Initialisation du programme : les variables initiales sont organisées dans des fichiers différents
  - Un premier fichier contient les paramètres cinétiques et stœchiométriques du modèle ASM1. Les valeurs par défaut sont celles de HENZE et coll. (1986), elles sont reportées dans le tableau (II-9). Dans certains cas un ajustement des paramètres cinétiques s'est révélé nécessaire, les valeurs seront indiquées dans les parties concernées.

Tableau II-9 : Valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques (indépendants de la température) et des paramètres cinétiques du modèle ASM1 (HENZE et coll., 1986)

Paramètre	Symbole	Valeur	Unités	
Paramètres stœchiométriques				
Rendement cellulaire des	Y <sub>A</sub>	0,24	g DCO cellulaire	
autotrophes			formée/g N oxydé	
Rendement cellulaire des	$ m Y_{H}$	0,67	g DCO cellulaire	
hétérotrophes			formée / d DCO oxydée	
Fraction de la biomasse	$f_p$	0,08	Sans dimension	
produisant de la matière particulaire				
inerte				
Teneur en azote de la biomasse	$i_{XB}$	0,086	g N/ g DCO dans	
			la biomasse	
Teneur en azote de la fraction	i <sub>XP</sub>	0,06	g N / g DCO	
endogène			dans la masse endogène	
	Paramètres ciné	tiques	1	
Taux de croissance maximal des	$\mu_{max}$	6,0 (20°C)	j <sup>-1</sup>	
hétérotrophes		3,0 (10°C)	2	
Constante de demi-saturation des	$K_S$	20 (20°C)	g DCO.m <sup>-3</sup>	
hétérotrophes pour le substrat Ss		20 (10°C)	- 2	
Constante de demi-saturation des	K <sub>OH</sub>	0,2 (20°C)	$g O_2.m^{-3}$	
hétérotrophes pour l'oxygène		0,2 (10°C)	3	
Constante de demi-saturation des	K <sub>NO</sub>	0,5 (20°C)	$g \text{ N-NO}_3 \text{ .m}^3$	
hétérotrophes pour les nitrates		0,5 (10°C)	- 1	
Taux de mortalité des	$b_{\mathrm{H}}$	0,62 (20°C)	J	
hétérotrophes		0,2 (10°C)	~	
Facteur de correction pour la	$\eta_{ m g}$	0,8 (20°C)	Sans dimension	
croissance des hétérotrophes en anoxie		0,8 (10°C)	~	
Facteur de correction pour la	$\eta_{ m h}$	$0,4(20^{\circ}C)$	Sans dimension	
vitesse d'hydrolyse en anoxie	1	0,4 (10°C)	D CO 1	
Constante de vitesse d'hydrolyse	k <sub>h</sub>	3,0 (20°C)	g DCO lentement	
de Xs par les heterotrophes		1,0 (10°C)	biodegradable/ g DCO	
	17	0.02 (2000)	cellulaire.j	
Constante de demi-saturation des	K <sub>x</sub>	$0,03(20^{\circ}C)$	g DCO lentement	
neterotropnes pour i nydrolyse de Xs		$0,01(10^{\circ}C)$	biodegradable/ g DCO	
		0.00 (2000)	cellulaire :-1	
l'aux de croissance maximal des	$\mu_{Amax}$	$0,80(20^{\circ}C)$	J	
Constante de demi estruction des	V	$\frac{0,30(10 \text{ C})}{1.0(20\% \text{ C})}$	$\sim$ NL NILL <sup>+</sup> <sup>-3</sup>	
Constante de demi-saturation des	K <sub>NH</sub>	$1,0(20^{\circ}C)$	$g N - N H_4$ .m	
Caratanta da dami actuation das	V	$1,0(10^{\circ}C)$	~ () <sup>-3</sup>	
Constante de demi-saturation des	KOA	$0,4(20^{\circ}C)$	g O <sub>2</sub> .m	
Constante de vitages d'hudroluge	1-	0,4(10C)	$m^3 \approx DCO^{-1}$ :-1	
do Snd (= ammonification) par los	Ka	$0,08(20^{\circ}C)$	m.g.DCO . J	
hétérotrophes		0,00 (10 C)		
Taux de mortelité des	h	0.05.0 à 0.15	;-1	
autotrophes	UA	$(20^{\circ}C)$	J	
autonopiles		(20  C)		

2) Un fichier comparable au précédent permet d'entrer les valeurs des paramètres du modèle de décantation, les valeurs par défaut sont celles de TAKACS et coll. (1991) (tableau II-10); dans certains cas un ajustement des paramètres a été nécessaire, il est mentionné dans les parties concernées.

Symbole	Valeur	Unités
$\nu'_0$	250	m.j <sup>-1</sup>
$\nu_0$	474	m.j <sup>-1</sup>
r <sub>h</sub>	0,000576	m <sup>3</sup> .gMES <sup>-1</sup>
r <sub>p</sub>	0,00286	m <sup>3</sup> .g MES <sup>-1</sup>
1		_
f <sub>ns</sub>	0,00228	Sans dimension
	Symbole           v'o           vo           rh           rp           fns	$\begin{tabular}{ c c c c c } \hline Symbole & Valeur \\ \hline $v'_0$ & 250 \\ \hline $v_0$ & 474 \\ \hline $r_h$ & 0,000576 \\ \hline $r_p$ & 0,00286 \\ \hline $f_{ns}$ & 0,00228 \\ \hline \end{tabular}$

Tableau II-10 : Valeurs par défaut du modèle de décantation TAKACS et coll. (1991)

- 3) Afin d'initialiser le système d'équations différentielles il est nécessaire d'entrer des valeurs de départ pour les boues et l'eau d'entrée. Les valeurs de départ se présentent selon la répartition du modèle ASM1 pour les variables carbonées et azotées. Les variables des boues à t0 sont notées avec un indice i et les variables pour l'eau d'entrée sont notées avec un indice 0. Les variables carbonées sont exprimées en mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> et les variables azotées en mgN.L<sup>-1</sup>.
- Certaines caractéristiques du réacteur doivent être connues notamment le volume utile total et le diamètre du réacteur. Les volumes sont exprimés en m<sup>3</sup> et le diamètre en m.
- 5) Ce fichier correspond à la définition des conditions de fonctionnement au cours du cycle : durée des différentes phases (h), conditions de fonctionnement : agitation oui (1), non (0), aération oui (valeur du  $k_La$ ), volume du ou des remplissages (m<sup>3</sup>), durée du remplissage (h). D'autre part l'utilisateur mentionne au début du programme si l'apport d'oxygène fait ou non l'objet d'une régulation. La concentration maximale en oxygène est fonction de la température de fonctionnement et du seuil de régulation.
- 6) On considère qu'il n'y pas de réaction au cours de la phase de décantation, le nombre de couches pour le modèle est fixé à 10.

B-C- Intégration et dérivées par rapport au temps : pour modéliser l'évolution des concentrations des variables d'états, le modèle ASM1 doit être transformé en système d'équation différentielles ordinaire. Le principe de la transformation est décrit sur la figure II-13.



Figure II-13 : Principe de la conversion des variables d'états dans le programme utilisé par PONS et coll. (1999) COST 624 et COST 682

Selon les recommandation de PONS et coll. (1999), les variables numériques sont transformées en variables physiques avant le calcul des dérivées et, de nouveau transformées en variables numériques après le calcul des dérivées. La résolution du système de 13 équations différentielles du modèle de HENZE et coll. (1986) est effectuée par la méthode de RUNGE KUTA d'ordre 4. Le pas d'intégration est fixé à 0,001 h.

#### D-Gestion des paramètres de sortie

La gestion des paramètres de sortie s'est limitée au stockage des valeurs dans des fichiers textes.

## 2.2. Initialisation du modèle : calcul des variables d'entrée pour la boue et l'eau

L'utilisation du programme nécessite d'entrer un certain nombre de variables de départ. Ces variables correspondent à la répartition de la pollution selon le modèle ASM1 correspondant à la définition donnée dans l'étude bibliographique. La répartition en variables de l'azote et du carbone concerne les boues à t0 et l'eau d'entrée.

En ce qui concerne l'eau d'entrée deux solutions peuvent être retenues : soit nous utilisons les valeurs par défauts proposées par le Benchmark, soit nous effectuons une identification pour l'eau avec laquelle nous travaillons.

#### 2.2.1. <u>Méthode de calcul des variables des boues à t0</u>

La modélisation des processus nécessite la définition de variables de départ dans l'*inoculum* de boues avant le remplissage. Le détail des valeurs appliquées et les méthodes de calcul associées à chaque variable sont reportées dans le tableau II-11. La définition de paramètres associés à la concentration en boue implique pour conserver l'homogénéité du système une conversion en terme de DCO. Le ratio appliqué est DCO / [MES] = 0,7, les concentrations sont exprimées en mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>. On considère arbitrairement que la biomasse hétérotrophe représente 95% de la biomasse totale et la biomasse autotrophe 5%. La paramètre f'<sub>p</sub> représente la correspondance entre les concepts de mort régénération et de respiration endogène. Il se calcule selon l'équation II-3 :

$$f_p' = \frac{f_p}{1 - Y_h(1 - f_p)}$$
 Équation II-3: correspondance entre le concept de mort régénération et de

respiration endogène

Selon le concept de respiration endogène, la biomasse se lyse elle-même ce qui s'accompagne d'une consommation d'oxygène. Mais comme elle n'est pas entièrement biodégradable, il reste une fraction inerte résiduelle  $f'_p$ . Le concept de mort régénération pose qu'une fraction 1- $f_p$  des bactéries qui meurent est réutilisée comme substrat pour les autres bactéries et recyclée en matière vivante avec un rendement cellulaire  $Y_h$ . La fraction non dégradable des bactéries mortes donne de la DCO inerte Xp. La valeur par défaut du modèle ASM1 pour  $f_p$  est de 0,08 et celle de  $Y_h$  est de 0,67. La valeur de  $f'_p$  correspondante est alors de 0,208.

Tableau II-11 : Calcul de certaines variables du modèle ASM1 pour l'inoculum de boues

Variable	X <sub>Ii</sub>	$\mathbf{X}_{\mathbf{B},\mathbf{H}\mathbf{I}}$	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>
Calcul théorique	[MM]/0 ,7	95%*[MVS]	5%*[MVS]	f' <sub>p</sub> [MVS]

Les variables  $S_{Si}$  et  $X_{Si}$  sont considérées comme nulles et les autres variables sont fixées en fonction des mesures faites à t0. Les valeurs des concentrations en MES, MVS, et MM sont mesurées à t0 avant le remplissage du réacteur.

## 2.2.2. <u>Détermination des variables du modèle ASM1 pour l'eau</u> <u>d'entrée</u>

## 2.2.2.1. <u>Utilisation du Benchmark</u>

Le Benchmark des programmes COST 624 et COST 682 propose des bases de données qui contiennent une identification des variables du modèle ASM1 pour différentes conditions climatiques pendant 14 jours. Au cours de ce travail, nous avons utilisé les bases de données par temps de pluie et par temps sec. Pour chacune des conditions climatiques le programme a été initialisé avec les valeurs moyennes sur 14 jours.

Nous considérons que les valeurs de  $S_0$ ,  $S_{NO}$ ,  $X_{B,A}$ ,  $X_P$  sont nulles dans l'eau d'entrée.  $S_{alk}$  est fixé à 7.

## 2.2.2.2. <u>Identification des variables du modèle ASM1 pour</u> l'eau de la station de Limoges

## • Détermination de la fraction Ss par coagulation floculation suivie d'une filtration

La méthode développée s'inspire de celles décrites par MAMAIS et coll. (1993) et par NAIDOO et coll. (1998). La méthode de détermination de  $S_{s0}$  repose sur l'hypothèse qu'une filtration à un seuil de coupure de 0,45 µm après coagulation floculation de la matière colloïdale permet de séparer correctement la DCO soluble facilement biodégradable. Deux coagulants ont été utilisés : FeCl<sub>3</sub> et ZnSO<sub>4</sub>. La dose optimale de chacun des coagulants a été déterminée en effectuant une série de jar test à différentes concentrations en coagulants et en ajustant au pH optimal (tableau II-12). Selon le principe du jar test, la dose optimale est déterminée lorsque la turbidité du surnageant prélevé après 40 minutes de décantation atteint un minimum.

Coagulant	Gamme de concentration testée (mg.L <sup>-1</sup> )	pH optimal	Dose optimale (g.L <sup>-1</sup> )
FeCl <sub>3</sub>	100-5000	5,5	1
ZnSO <sub>4</sub>	400-5000	10,5	3

Tableau II-12 : Evaluation	ı de la dose	optimale pour	les deux	coagulants	testés
I ubicuu II II II I Liuuuuton	at in abst	optimule pour	ies acan	conguiants	cestes

La procédure expérimentale suivie est la suivante :

- La dose optimale de coagulant est ajoutée à 1 L d'eau usée brute (après dégrillage et dessablage), et le pH optimal du coagulant est ajusté à l'aide de solutions de NaOH ou d'HCl concentrées (1N). Le mélange est maintenu sous agitation rapide (150 rpm) pendant 5 minutes.
- La suspension est maintenue sous agitation lente (40 rpm) pendant 15 minutes.
- On laisse décanter pendant 40 minutes .
- Le surnageant est prélevé au 1/3 de la surface et filtré sur 0,45 (membrane nitrate de cellulose Sartorius), la DCO du filtrat mesurée selon la norme (NF T 90-101) est égale à S<sub>S0</sub>.

Afin d'éviter un relargage de DCO qui fausserait la mesure, les filtres sont préalablement lavés à l'eau distillée puis séchés à 105°C.

## • Tests de biodégradation en réacteurs fermés : méthode STRICKER, (2000)

#### -Le principe de la méthode

La méthodologie mise en œuvre pour déterminer les différentes variables azotées et carbonées du modèle ASM 1 est inspirée de la thèse de STRICKER (2000). Le choix de la méthode a été déterminé en fonction de sa facilité d'exécution et du grand nombre de paramètres auxquels elle permet d'accéder.

Le principe de la méthode (voir figure II-14) consiste à mener en parallèle deux réacteurs fermés : l'un contenant de l'effluent brut, l'autre contenant le même effluent filtré sur 1,2  $\mu$ m (filtres Whatmann microfibre de verre GF/C). Les expériences sont réalisées en double.



#### Figure II-14 : Schéma de principe de la méthode développée par STRICKER (2000)

La méthode développée permet une bonne séparation entre  $X_{i0}$  et  $S_{i0}$  de par le choix d'un seuil de coupure de 1,2 µm pour la filtration de l'effluent dans le réacteur F. Une mesure de la DCO initiale filtrée à 0,45 µm (filtres en nitrate de cellulose) permet l'estimation de Ss0 et de Xs0. Les deux réacteurs sont ensemencés avec des boues activées car des études ont montré que cela accélérait le processus de dégradation (DUCHENE et DERLET, 1994) et offrait une meilleure stabilité de la DCO finale. La durée d'incubation de 20 à 30 jours est, en théorie, suffisamment longue pour favoriser une dégradation poussée des substrats. Le suivi de l'azote Kjeldhal et des ions ammonium dans les réacteurs permet une estimation des fractions de l'azote.

La préparation des réacteurs consiste à placer de l'eau brute après pré-traitement d'une part et de l'eau filtrée sur 1,2 $\mu$ m, d'autre part, dans des réacteurs agités et aérés. Afin de faciliter la filtration sur 1,2 $\mu$ m l'eau est centrifugée à 10 000 rpm pendant 15 minutes. Dans toutes les expériences réalisées les prélèvements d'eau usée sont effectués à 9 heures, heure du remplissage du réacteur. Le volume des réacteurs utilisés va de 3 à 8 litres. Les réacteurs sont ensuite ensemencés dans une proportion de 1 pour 1000.

Au cours du test, les réacteurs sont maintenus fermés de manière à limiter les évaporations. Des diffuseurs d'air permettent d'assurer l'aération, et une légère agitation est maintenue. Le pH et l'oxygène dissous ont été suivis quotidiennement de manière à vérifier que la valeur du pH se situe entre 6 et 8 (dans le cas contraire il serait réajusté avec NaOH 1N ou avec HCl 1N) et que la concentration en oxygène dissous soit comprise entre 2 et 4 mg.L<sup>-1</sup>.

Afin d'effectuer le calcul des différentes fractions, des prélèvements sont effectués au début (t0) et à la fin du test (f) dans chacun des réacteurs. De plus, afin de s'assurer de l'évolution de la dégradation, des prélèvements intermédiaires (ti) sont effectués. Sur chaque prélèvement une mesure de la DCO totale et filtrée à  $1,2\mu m$  (et à 0,45 le premier jour) est effectuée, de même qu'une mesure de l'azote total et des espèces ioniques.

Toutes les filtrations sont effectuées avec des filtres préalablement rincés et séchés. Afin de limiter les volumes de prélèvements sur des volumes de travail qui restent faibles, les différentes formes du carbone et de l'azote ont été mesurées selon les méthodes rapides décrites ci-après (tableau II-13).

Paramètres mesurés	Méthode
DCO totale $(mgO_2.L^{-1})$	Dr lange LCK514 et LCK 314
N total (mgN.L <sup><math>-1</math></sup> )	Dr lange LCK 338
$NH_4^+$ (mg.L <sup>-1</sup> )	Chromatographie ionique
$NO_3^{-1}$ (mg.L <sup>-1</sup> )	Chromatographie ionique
$NO_2^{-1}$ (mg.L <sup>-1</sup> )	Chromatographie ionique
рН	Métrohm 744
$O_2$ dissous (mg.L <sup>-1</sup> )	Sonde terrain portable WTW
NTK (mgN.L <sup>-1</sup> )	Déduit
Norg $(mgP.L^{-1})$	Déduit

Tableau II-13 : Récapitulatif des différents paramètres mesurés et des méthodes utilisées pour l'estimation des variables du modèle ASM1 par la méthode STRICKER (2000)

Le tableau II-14 ci-après retrace les conditions des différentes expériences réalisées.

Date	Conditions climatiques	DCO boues inoculum	DCO eau brute (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	NGL eau brute (mgN.L <sup>-1</sup> )
02/04/2001	Pluie	6496	671	68
04/07/2001	Sec	4284	999,4	
15/11/2001	Sec	6000	793	92
01/2002	Intermédiaire Sec	5452	772	70
02/2002	Fin pluie	8354	897	61

Tableau II-14 : Conditions des expériences réalisée	es par temps de pluie et par temps sec et identificatio
des variables du modèle ASM1, méthode STRICKE	ER (2000)

NB : L'ensemencement du réacteur induit une augmentation de la DCO dont il faut tenir compte.

#### - Le calcul des variables de ASM1

La méthode développée par STRICKER (2000) repose sur les hypothèses suivantes : la fraction de la biomasse vivante de l'eau d'entrée peut être incluse dans  $X_{S0}$ , le produit f'p.Y<sub>H</sub> a la même valeur dans les deux réacteurs à la fin du test, la filtration à 0,45 µm permet une séparation acceptable entre  $S_{S0}$  et  $X_{S0}$  et la filtration à 1,2 µm permet une séparation acceptable entre  $S_{I0}$  et  $X_{I0}$ .

#### Variables carbonées

#### Réacteur contenant l'eau brute :

Des tests comparatifs ont montré qu'en fin de test les DCO filtrées à 0,45 et 1,2  $\mu$ m sont égales : ceci signifie que la DCO résiduelle soluble S<sub>10</sub> est de granulométrie inférieure à 0,45  $\mu$ m et que la DCO particulaire X<sub>B,H</sub> +X<sub>P</sub>+X<sub>10</sub> est supérieure à 1,2  $\mu$ m.

Par contre, en début de test, la DCO filtrée à 0,45  $\mu$ m est inférieure à celle filtrée à 1,2  $\mu$ m : ceci signifie qu'une fraction de DCO dégradable est comprise entre 0,45 et 1,2  $\mu$ m.

Le réacteur contenant l'eau brute permet de calculer les variables  $S_{I0}$ ,  $S_{S0}$ ,  $X_{I0}$ ,  $X_{S0}$  (équations II-4 à II-7).

 $DCO_{F0,45}(t_f) = DCO_{F1,2}(t_f) = S_{I0}$ 

Équation II-4 : Détermination de S<sub>10</sub>

 $S_{10}$  est donc directement déterminée par la DCO finale filtrée. Nous obtenons ensuite  $S_{S0}$  par simple différence :

 $S_{50} = DCO_{F0,45}(t_0) - S_{I0}$   $Equation II-5 : Détermination de S_{s0}$   $X_{s0} = \frac{DCO_T(t_0) - DCO_T(t_f)}{1 - f_p \cdot Y_H} - S_{s0}$   $Equation II-6 : Détermination de X_{s0}$   $X_{I0} = DCO_T(t_0) - S_{S0} - S_{II0} - X_{s0}$   $Equation II-7 : Détermination de X_{10}$ 

Réacteur contenant l'eau filtrée :

Le produit  $f_p$  .Y<sub>H</sub> sera déterminé en utilisant le réacteur contenant de l'eau filtrée (équation II-8).

$$f_{p}'.Y_{H} = \frac{DCO_{T}(t_{f}) - DCO_{F1,2}(t_{f})}{DCO_{F1,2}(t_{0}) - S_{I0}}$$

Équation II-8 : Détermination de f'<sub>P</sub>.Y<sub>H</sub>

Variables azotées

#### Effluent brut :

En utilisant une démarche comparable à celle utilisée pour le carbone, les variables azotées  $Sn_{i0} S_{nd0}, X_{nd0}, X_{ni0}$  sont calculées selon les équation II-9 à II-12 :

$NTK_{F0,45}(t_f) = NTK_{F1,2}(t_f) = S_{NT0}$	Équation II-9 : Calcul de S <sub>NI0</sub>
$S_{ND_0} = NTK_{F0,45}(t_0) - S_{NI_0} - S_{NH_0}$	Équation II-10 : Calcul de S <sub>ND0</sub>
$X_{NT0} = NTK_T((t_f) - S_{NT0} - i_x f_p \cdot Y_H(S_{S0} + X_{S0}))$	Équation II-11 : Calcul de X <sub>NI0</sub>
$\overline{X_{ND0} = NTK_T(t_0) - S_{NH0} - S_{ND0} - S_{NI0} - X_{NI0}}$	Équation II-12 : Calcul de X <sub>ND0</sub>

#### Effluent filtré :

Le réacteur contenant l'affluent filtré permet de déterminer ix selon l'équation II-13 :

$$i_{x} = \frac{NTK_{T}(t_{f}) - NTK_{F}(t_{f})}{DCO_{T}(t_{f}) - DCO_{F}(t_{f})}$$
Équation II-13 : Calcul de i<sub>x</sub>

Un exemple du suivi des différentes fractions au cours du temps est fourni en ANNEXE 5.

## 2.3. Initialisation des variables de l'eau d'entrée

L'initialisation des variables d'entrée est différente selon que l'on considère une eau de composition fixe ou une eau de composition variable pour les simulations. Si l'on considère une eau de composition fixe cela signifie que le fichier des variables est initialisé une bonne fois pour toutes au début et ensuite les valeurs d'entrée sont les mêmes pour chaque cycle simulé. Dans les cas où la composition change, cela signifie que les variables sont recalculées à chaque nouveau cycle modélisé en fonction des valeurs réelles de l'eau d'entrée.

NB : La démarche décrite au cours de ce paragraphe pour l'initialisation des variables de l'eau d'entrée est identique pour les boues. Pour la modélisation d'un cycle de fonctionnement un jour J ou pour la modélisation de longue durée, les variables des boues sont fixes. Lors des validations du fonctionnement sur une longue durée les valeurs des variables des boues évoluent d'une simulation à une autre : les valeurs à t0 du cycle n+1 correspondent aux valeurs des variables à tf du cycle n.

Les figures II-15 et II-16 reprennent les différentes possibilités de modélisation réalisées au cours de ce travail.



Figure II-15 : Modélisations réalisées avec une eau de composition fixe



# Figure II-16 : Eau de composition variable, validation du modèle ASM1 sur une campagne de fonctionnement

Certaines variables comme  $X_{B,H}$ ,  $S_{alk}$  ne peuvent être identifiées. On prendra pour  $X_{B,H}$  la valeur moyenne du Benchmark et pour  $S_{alk}$  une valeur égale à 7 dans tous les cas. Les valeurs de  $S_0$ ,  $S_{NO}$  et  $X_P$  sont considérées comme nulles dans l'eau d'entrée.

## 2.3.1. Modélisation d'un cycle de fonctionnement

La modélisation des cycles de fonctionnement nécessite d'utiliser, pour l'eau d'entrée comme pour les boues, les valeurs exactes des paramètres de départ : DCO boues t0, DCO totale eau entrée t0, NGL eau entrée t0, ...A partir de ces données on applique ensuite la répartition qui correspond le mieux à l'expérience : temps pluie ou temps sec, valeur moyenne ou répartition la plus proche en terme de date, ....et on vérifie ensuite l'adéquation avec l'expérience (figure II-17).

La répartition en pourcentage des variables du modèle ASM1 est déterminée à différentes périodes (tableau II-14) par la méthode STRICKER (2000) décrite au paragraphe 2.2.2.2., les résultats de la simulation du 1<sup>er</sup> cycle et du 10<sup>ème</sup> sont comparés à l'expérience.



Figure II-17 : Principe du choix de la répartition des variables initiales de l'eau d'entrée et initialisation du modèle

Les paramètres par défaut caractérisant la phase de décantation sont données par TAKACS et coll. (1991) et sont ajustés, si besoin est, par les mesures expérimentales de vitesse de décantation.

## 2.3.2. Modélisation de longue durée

## 2.3.2.1. <u>Utilisation du modèle en mode prédictif : Modélisation</u> <u>de longue durée avec une eau d'entrée de composition fixe</u>

- Une solution consiste à prendre directement les valeurs du Benchmark consignées dans le tableau pour initialiser les valeurs de départ.
- Une deuxième solution consiste à utiliser la répartition mesurée spécifiquement pour l'eau de Limoges à l'aide de la méthode décrite au paragraphe 2.2.2.2. Au cours de différentes campagnes un suivi des paramètres globaux de la pollution entrante est réalisé. Les valeurs de la DCO et de l'azote global de l'eau d'entrée sont mesurées quotidiennement. A partir de ces campagnes de mesure, pour chacun de ces paramètres, les valeurs moyennes par temps de pluie et par temps sec sont calculées. Les valeurs des variables initiales du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée sont déterminées en affectant la répartition moyenne par temps de pluie ou par temps sec aux valeurs moyennes de DCO et d'azote globaux mesurés par temps de pluie et par temps de pluie et par temps sec à la station d'épuration de Limoges (figure II-18).



# Figure II-18 : Méthodologie de calcul des variables initiales (carbonées et azotées) du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée à partir des données de l'eau de la station de Limoges

Les simulations sont effectuées sur 10 jours et le stockage des valeurs de concentration pour l'eau en sortie permet de calculer les taux d'abattement.

## 2.3.2.2. <u>Utilisation du modèle pour valider une campagne de</u> fonctionnement : Modélisation de longue durée avec une eau de <u>composition variable</u>

Afin de comparer les différentes conditions climatiques, les simulations ont été réalisées en appliquant la répartition moyenne par temps de pluie et la répartition moyenne par temps sec. Nous avons évalué l'amortissement du modèle en prenant comme valeur pour l'eau de sortie soit les valeurs obtenues après 1 cycle de simulation, soit les valeurs obtenues après 10 cycles de simulation pour une même eau d'entrée. Les résultats obtenus après simulation sont comparés aux résultats expérimentaux (figure II-19).



Figure II-19 : Méthodologie de la modélisation de longue durée

# 3. <u>Méthodes d'évaluation globale de la pollution et</u> <u>mesure des paramètres physico-chimiques</u>

## 3.1. Suivi global entrée / sortie

## 3.1.1. <u>Collecte des échantillons</u>

## • Echelle du laboratoire

A l'échelle du laboratoire, l'eau d'entrée est prélevée après pré-traitement à la station d'épuration de Limoges et stockée 3 jours maximum à 4°C. Afin de limiter la dégradation à température ambiante l'eau est sortie quelques minutes avant le remplissage. L'eau est prélevée à 9 h.

Les eaux de sortie sont, soit dosées immédiatement après la vidange du réacteur, soit stockées à 4°C pendant 12 heures au maximum.

## • Echelle du pilote semi-industriel

Les eaux d'entrée sont prélevées à intervalle régulier au cours du fonctionnement de la pompe d'alimentation du réacteur. Les mesures sont donc effectuées sur un échantillon moyen représentatif de la qualité de l'eau au cours du remplissage. Le collecteur de fraction (Endress et Hauser) est réfrigéré, et possède un bras répartiteur et 24 flacons d'une contenance d'1 L.

Un prélèvement de 100 ml est effectué toutes les deux minutes au cours du fonctionnement de la pompe. Lorsque la pompe s'arrête, les prélèvements s'arrêtent aussi. S'il survient un dysfonctionnement de la pompe qui entraîne le rallongement de la phase de remplissage, le collecteur est muni d'une protection anti-débordement. Le mode de répartition est asservi au démarrage de la pompe.

La collecte des eaux de sortie s'effectue dès que l'ouverture de la vanne de vidange est déclenchée, l'eau de sortie est un échantillon moyen puisque les prélèvements ont lieu à intervalle régulier au cours de la vidange.

Comme le même collecteur est utilisé pour l'eau d'entrée et pour l'eau de sortie, un rinçage préalable est effectué avec de l'eau de sortie avant d'effectuer la collecte à proprement parler.

Les échantillons sont récupérés et dosés tous les jours sauf les week end.

## 3.1.2. <u>Dosage des différentes formes du carbone, de l'azote et</u> <u>du phosphore</u>

Le tableau II-15 ci-après reporte les différentes méthodes de mesure utilisées pour évaluer les pollutions carbonée, azotée et phosphorée dans l'eau d'entrée et dans l'eau de sortie, ainsi qu'au cours des prélèvements effectués au cours des cycles dans le réacteur.

Paramètres mesurés	Unité	Méthode
DCO eau entrée	mg O <sub>2</sub> . L <sup>-1</sup>	NF T 90-101 (prise essai = 10 ml)
		Méthode rapide Dr lange :
		LCK 514 : 100-2000 mg O <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup>
DCO eau de sortie	mg $O_2.L^{-1}$	NF T 90-101 (prise $essai = 10 ml$ )
		Méthode rapide Dr lange :
		LCK 414 : 5-60 mg $O_2.L^{-1}$
AGV	mgO2.L <sup>-1</sup>	Voir chapitre 3.1.2.2
COD	mgC.L <sup>-1</sup>	Voir chapitre 3.1.2.1.
DBO <sub>5</sub> entrée/sortie	mg $O_2$ . L <sup>-1</sup>	Oxytop
		Veau entrée = $164 \text{ ml}$
		V essai eau de sortie =365 ml
Ntotal entrée/sortie	mg N.L⁻¹	Méthode rapide Dr lange :
		LCK 338 : eau entrée 20-100 mg $N.L^{-1}$
		LCK 238 : eau de sortie 5-40 mg $N.L^{-1}$
Azote Kjeldhal	mg N.L <sup>-1</sup>	NF EN 25 663
entrée/sortie		V essai = $50 \text{ ml entrée}$
		V essai = $100 \text{ ml sortie}$
Nitrates entrée/sortie	mg $NO_3$ <sup>-</sup> .L <sup>-1</sup>	Chromatographie ionique dans les eaux usées
		NF EN ISO 10304-2
Nitrites entrée/sortie	mg $NO_2^{-}L^{-1}$	Chromatographie ionique dans les eaux usées
		NF EN ISO 10304-2
Ammonium entrée/sortie	mg NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> .L <sup>-1</sup>	NF T 90-015 et chromatographie ionique
		(non normé)
Ptotal entrée/sortie	mg P.L <sup>-1</sup>	Méthode rapide Dr lange
		LCK 350 : eau entrée
		LCK 349 : eau de sortie
Orthophosphates	mg PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> .L <sup>-1</sup>	Chromatographie ionique dans les eaux usées
entrée/sortie		NF EN SO 10304-2
TA*	°F	NF ISO 9963-1 adaptée
TAC*	°F	NF ISO 9963-1 adaptée
MES entrée/sortie	g.L <sup>-1</sup>	Filtration sur fibre de verre GF/C Whatman 1,2 µm NF
		EN 872

Tableau II-15 : Récapitulatif des différents éléments chimiques mesurés et méthodes associées

\* : Le TA est déterminé selon la norme NF EN ISO 9963 (T 90-036) modifiée, sur une prise d'essai de 50 ml après titrage par HCl N/100 jusqu'à disparition de la coloration rosée résultant de l'ajout de phénolphtaléine. Le volume d'acide versé est noté V<sub>1</sub> (en ml). Au même prélèvement sont ajoutées 3 ou 4 gouttes d'hélianthine puis le titrage par HCl N/100 se poursuit jusqu'au premier virage du jaune au jaune orangé. Le volume total d'acide versé : V<sub>2</sub> (en ml) est noté et les valeurs de TA = V<sub>1</sub> °F et TAC = V<sub>2</sub> °F en sont déduites.

NB : Les mesures réalisées selon les méthodes normées sont effectuées en double.

Les dosages ont été effectués à l'aide du spectrophotomètre cadas 50S (DR lange).

#### 3.1.2.1. <u>Mesure du carbone organique dissous</u>

Les mesures de concentration en carbone organique dissous (COD) ont été effectuées par un analyseur de carbone de marque O.I. Analytical modèle 1010. Après acidification de l'échantillon par de l'acide phosphorique, celui-ci est purgé par bullage d'azote afin d'éliminer le carbone inorganique transformé en CO<sub>2</sub>.

Le persulfate de sodium est ensuite introduit dans l'échantillon. Cet oxydant réagit rapidement avec le carbone organique de l'échantillon à  $100^{\circ}$ C pour former du CO<sub>2</sub>. Celui-ci est à nouveau purgé de la solution et détecté par infrarouge. La quantité de CO<sub>2</sub> est proportionnelle à la masse de carbone de l'échantillon.

Une optimisation de la séquence oxydative a été réalisée afin de permettre une oxydation complète des macromolécules. Dans la méthode de dosage sélectionnée, le volume d'acide utilisé est égal à 400  $\mu$ l et le volume d'oxydant à 200  $\mu$ l. Afin d'obtenir des résultats plus fiables trois injections du même échantillon sont réalisées, le volume injecté est égal à 5 ml.

Les résultats sont exprimés en  $mg.L^{-1}$  de COD et évalués par rapport à une droite d'étalonnage.

## 3.1.2.2. Dosage des AGV dans l'eau usée

Les AGV dans les eaux d'entrée et de sortie ont été dosés selon le protocole suivant :

- 25 mL d'eau sont prélevés et agités, le pH initial est mesuré
- le pH est amené à 3,5 avec H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1N
- l'échantillon est ensuite porté à ébullition à pH 3,5 pendant 3 minutes
- après avoir laissé refroidir, le pH est ramené à 4 avec NaOH 0,1N (le volume versé est égal à V1)
- puis de la soude NaOH 0,1N est ajoutée jusqu'à ce que le pH atteigne 7 (le volume versé est alors égal à V2)

L'acidité volatile exprimée en g.L<sup>-1</sup> d'acide acétique est alors calculée selon l'équation II-14 :

aciditévolatile=(V2-V1)\*4\*0,06 Équation II-14 : Estimation de l'acidité volatile

## 3.1.3. <u>Mesure des paramètres physico-chimiques : pH,</u> <u>conductivité, turbidité absorbance à 254, 285 et 546 nm</u>

Le pH est mesuré avec une sonde Métrohm modèle (8.744.012). L'électrode de verre contenant du KCl concentré est combinée à une électrode de platine permettant une mesure simultanée de la température. La sensibilité et l'erreur sur la mesure sont respectivement de 0,01 et 0,1 unité pH.

La mesure de la conductivité est effectuée à l'aide d'un conductimètre WTW, modèle LF 538 utilisant une cellule de mesure Tétracon 325. La mesure est associée à une mesure de température intégrée permettant une compensation automatique de la valeur de conductivité en fonction de la température de la solution (T° de référence =  $25^{\circ}$ C). L'erreur sur la mesure est de 0,5 % pour une température de la solution comprise entre –10 et 55°C.

La turbidité est mesurée à l'aide d'un Turbidimètre HACH étalonné avant chaque utilisation. Il possède 3 gammes de mesures : 2, 20 et 200 NTU, la précision est alors de 0,01 ; 0,10 ; 1 NTU.

La mesure de l'absorbance est réalisée à l'aide d'un Spectrophotomètre UV-visible  $mC^2$  de bande passante 1 nm et à double faisceau. Les cuves utilisées sont en quartz (trajet optique 1cm). La précision sur la mesure d'absorbance entre 220 et 700 nm est de 0.005 unité. Selon les recommandations de POTIER (1993), les valeurs de l'absorbance sont suivies à 2 longueurs d'ondes : 254 et 546 nm. Une mesure de l'absorbance à une valeur supérieure ou égale à 254 nm permet de s'affranchir de l'absorption des chromophores minéraux tels que les ions nitrate par exemple. Une évaluation de l'absorbance à 546 nm (POTIER, 1993) permet de s'affranchir de l'absorption.

## 3.1.4. <u>Exploitation des résultats : Calcul des taux d'abattement</u> <u>entrée /sortie</u>

Le taux d'abattement est calculé pour chacune des espèces dosées selon l'équation II-15 :

Tauxd'abattement(%)= $\frac{S_{EE}-S_{E}}{S_{EE}}$ 

Équation II-15

Avec  $S_{\text{EE}}$  : la concentration en substrat dans l'eau d'entrée et  $S_{\text{ES}}$  : la concentration en substrat dans l'eau de sortie.

Les calculs des caractéristiques de fonctionnement telles que l'âge des boues, le temps de séjour hydraulique... sont reportées en ANNEXE 4.

## 3.2. <u>Suivi horaire des cycles de fonctionnement</u>

Au cours du fonctionnement des pilotes en cycles courts de 12 heures et en cycles longs de 24 heures, un suivi heure par heure d'un cycle de fonctionnement a été réalisé. Ces suivis ont été réalisés dans tous les cas lorsque un état stationnaire est atteint.

## 3.2.1. Paramètres suivis pendant le cycle

Au cours du suivi des différents cycles des prélèvements ont été effectués à intervalles de temps réguliers selon la figure II-20 :



## Figure II-20 : Prélèvements réalisés et paramètres suivis au cours du suivi heure par heure d'un cycle de fonctionnement

Rque : tous les filtres utilisés sont préalablement lavés à l'eau distillée et rincés.

## 3.2.2. <u>Dosage des intermédiaires métaboliques des voies de</u> <u>dégradation du phosphore</u>

## 3.2.2.1. <u>Détermination du PHB par chromatographie en phase</u> gazeuse: méthode de la méthanolyse

Le PHB est dosé par chromatographie en phase gazeuse après une phase de digestion. La méthode utilisée à été proposée par BRAUNEG et coll. (1978) avec les modifications de BRANDL et coll. (1978).

La boue à analyser est tout d'abord conservée à 4°C après acidification par  $H_2SO_4$  50%. Ainsi l'échantillon est stabilisé pour quelques heures. Un volume de boue (40mL) est alors centrifugé 20 min à 15000 tours/min et 20°C.

Environ 200 mg de biomasse centrifugée est mise en suspension dans 2 mL de méthanol acidifié (15 %  $H_2SO_4$ ) contenant de l'acide benzoïque à 0,4 g/L comme étalon interne. 2 mL de chloroforme sont ajoutés au mélange puis, la solution est chauffée 140 min à 100 °C (Optimisation voir ANNEXE 6). Après refroidissement à température ambiante, 1 ml d'eau ultra-pure est ajouté et l'échantillon est agité durant 30 secondes. Après décantation la phase organique est prélevée et analysée par chromatographie gazeuse. La colonne utilisée est en silice fondue modèle supercowax-10. Le gaz vecteur est l'azote à 20 mL/min et les températures de l'injecteur et du détecteur sont respectivement de 260 et 300°C. Le programme de températures du four est le suivant:

- 5 min à 70°C
- montée en température 10°C/min jusqu'à 155°C
- montée en température 30°C/min jusqu'à 230°C
- 5 min à 230°C

1µL d'échantillon est injecté.

## 3.2.2.2. <u>Méthode de dosage du glycogène par kit enzymatique</u>

Le glycogène est dépolymérisé par hydrolyse en milieu acide à 100°C pendant 140 minutes (optimisation voir ANNEXE 6) puis le glucose obtenu est quantifié par une méthode spectrophotométrique. Cette méthode a été proposée par SMOLDERS et coll. (1994).

Un culot de 200 mg de biomasse centrifugé est mis en suspension dans 2 mL d'HCl 1M. Le mélange est mis à ébullition durant 200 min à 100°C. Après chauffage le digestat est neutralisé par ajout de 0.2 mL de NaOH 10M. La teneur en D-glucose présent dans la solution digéré est déterminée par une méthode spectrophotométrique faisant intervenir une réaction enzymatique. Le kit enzymatique utilisé est un kit Boeringher Mannheim de référence 0716251. Cette méthode de détermination enzymatique comprend 2 réactions.

Tout d'abord le D-Glucose est phosphorylé en présence d'hexokinase et d'ATP qui est réduit en ADP. Puis en présence de Glucose-6-Phosphate déshydrogénase, le glucose-6-phosphate est oxydé par du NADP en D-gluconate-6-phosphate avec la formation de NADPH<sup>+</sup>. La concentration en NADPH<sup>+</sup> créée est proportionnelle à la concentration en D-glucose présente dans l'échantillon. La variation de la teneur en NADPH<sup>+</sup> est mesurée par spectrophotométrie à 340 nm.

## 3.2.3. <u>Suivi horaire des concentrations au cours de la</u> <u>décantation</u>

Le suivi horaire des concentrations des différentes espèces ioniques, de la DCO soluble et globale, et des MES, est réalisé à différentes profondeurs, au cours de la phase de décantation. Les expérimentations sont réalisées à l'aide de la colonne décrite figure II-21.



Figure II-21 : Schéma de la colonne utilisée pour le suivi des phases de décantation

La colonne est remplie avec la liqueur mixte issue du pilote à l'échelle semi-industrielle au début de la phase de décantation.

Des prélèvements de 20 ml sont effectués aux niveaux I à IV toutes les 30 minutes au cours de la décantation. Sur ces échantillons, des mesures de concentrations en MES ( NF EN 872), DCO totale ( NF T 90-101) et soluble après filtration (0,45  $\mu$ m) (kits de dosage rapide Dr Lange LCK 414 gamme 5-60 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>) et des espèces ioniques (après filtration sur 0,22  $\mu$ m): NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> (méthode normée par chromatographie ionique NF EN ISO 10304-2) sont effectuées.

## 4. Etude des boues, de la décantabilité, et des images

## 4.1. Mesure de la concentration en MES et en MVS

La teneur en MES et en MVS est déterminée par une méthode de filtration (filtration sur fibre de verre GF/C Whatman 1,2  $\mu$ m) selon la norme NF EN 872 et exprimées en g.L<sup>-1</sup>.

## 4.2. <u>Méthodes de mesure de l'indice volumétrique des boues</u> <u>et de la vitesse maximale de décantation</u>

## 4.2.1. <u>Mesure de l'index volumétrique des boues</u>

L'une des façons de caractériser la qualité d'une boue vis-à-vis de ses propriétés de décantation est de déterminer l'indice de décantation ou index volumétrique des boues (SVI).

Cette mesure consiste à laisser décanter dans une éprouvette graduée, 1 L de boues activées. Si les boues ainsi décantées représentent un volume supérieur ou égal à 300 ml, une dilution s'imposera avant de recommencer l'expérience afin de s'affranchir de la variation éventuelle de l'indice. L'index volumétrique des boues SVI (mL.g-1) est alors défini selon l'équation II-16 qui est rappelée ci-après :

$$SVI = \frac{H_{30}.d}{H_0C_0}$$
 Équation II-16

Avec H<sub>0</sub> la hauteur initiale du voile de boue,

 $H_{30}$  la hauteur du voile de boue après 30 minutes de décantation,  $C_0$  la concentration initiale en MES (déterminée selon la méthode normée), d le facteur de dilution.

Au cours des suivis réalisés à l'échelle du laboratoire, et compte tenu des faibles volumes, le SVI sera mesuré à l'aide d'une éprouvette de 100 mL. A l'échelle du pilote semiindustriel, les mesures sont effectuées à l'aide d'une éprouvette de 2L. Pour les cycles courts de 12 heures et longs de 24 heures de durées fixes réalisés à l'échelle du laboratoire ou à l'échelle semi-industrielle, les mesures ont été effectuées au même moment du cycle (phase aérobie 1). Par contre en ce qui concerne le cycle automatisé, les mesures ont été réalisées à des moments différents.

#### 4.2.2. <u>Mesure de la vitesse maximale de décantation</u>

La mesure de la vitesse de décantation est déterminée en traçant selon la théorie de Kynch, la courbe des hauteurs (H) du voile de boue en fonction du temps (t) (figures II-22 et II-23).

Dans la zone de chute libre représentée par le tronçon AB sur la figure II-22, une régression linéaire entre les points A et B permet de calculer la vitesse moyenne de décantation :  $v_0$  (figure II-23). La concentration en MES dans cet intervalle est considérée comme constante et égale à la concentration initiale (C<sub>0</sub> et H<sub>0</sub> sont constants).

La vitesse de décantation  $(v_0)$  s'exprime en m.h<sup>-1</sup>.



Figure II-22 : Courbe de KYNCH (1952), zone de Figure II-23 : Détermination de la vitesse moyenne dans la zone de chute libre

#### 4.3. <u>Méthodologie de l'analyse d'image</u>

#### • Matériel utilisé et prise de vue

Le matériel qui a été utilisé est un microscope optique équipé d'une caméra, connectée à un PC. Une goutte de la suspension de boues activées est déposée délicatement sur une lame en verre et recouverte d'une lamelle. Une série de 100 photos sont prises (grossissement \*100) en parcourant la lame de manière systématique. Les images d'une dimension initiale de 512\*512 pixels sont transformées en images rectangulaires de dimension 512\*341pixels carrés. La logiciel d'analyse est Visilog (Noésis, les Ulis, France).

#### • Analyse.

La méthode d'analyse d'image de boues activées est décrite par DA MOTA et coll. (2001). Les analyses ont été réalisés à NANCY au Laboratoire des Sciences du Génie Chimique à partir d'un procédure à base de langage C dans l'environnement de Visilog 5 par DA MOTA (2001).



Analyse

Figure II-24 : Méthodologie de l'analyse d'image

Les images initiales (possédant plusieurs niveaux de gris) sont d'abord traitées de manière à supprimer par exemple le halo de lumière présent au centre de l'image ou de manière à améliorer le contour des flocs. Une égalisation de l'histogramme des niveaux de gris est aussi effectuée (les niveaux de gris de l'image vont répartir l'intensité sur les niveaux de gris de 0 à 255) (figure II-24).

Les images résultantes sont ensuite automatiquement segmentées : la segmentation prend en compte les variations de couleurs dans la gamme de gris (différents niveaux de gris). La segmentation conduit à une image binaire qui permet de passer de 256 niveaux de gris à 2 et de distinguer le fond d'une part et les objets (flocs, filaments) d'autre part (figure II-25).



#### Figure II-25 : Segmentation de l'image binaire : séparation du fond et des objets

Dans un second temps, sur les images binaires résultantes, une discrimination selon la taille est effectuée. Cette discrimination permet de distinguer les flocs d'un côté et les petits débris et des bactéries filamenteuses de l'autre (voir figure II-26). Les flocs sont ensuite soustraits de l'image initiale pour atteindre une discrimination plus précise entre les petits débris et les bactéries filamenteuses. Cette discrimination est fondée sur la taille et sur le rayon giratoire (rg, équation II-17). Les éléments dont l'aire est supérieure à 10 pixels et dont le rayon giratoire est supérieur à 0,9 sont considérés comme des filaments.

$$r_g = \frac{\sqrt{M_{2X} + M_{2Y}}}{\frac{D_{eq}}{2}}$$

Équation II-17 : Calcul de rayon giratoire rg

Avec : D<sub>eq</sub> le diamètre équivalent,  $M_{2X}$  et  $M_{2Y}$  les moments d'ordre 2 de l'élément considéré.

Après plusieurs nettoyages, deux images binaires sont finalement obtenues, une contenant la biomasse filamenteuse et l'autre contenant les flocs (figure II-26).



Image initialeImage binaireSéparation des<br/>filamentsSéparation des flocs

Figure II-26 : Les différentes étapes de traitement de l'image conduisant à la séparation des flocs et des filaments

Les filaments sont caractérisés par leur nombre (N) et leur longueur (L) par image. Les flocs sont caractérisés par leur surface S et leur dimension fractale  $D_f$ . Le diamètre équivalent est déduit à partir de la surface projetée S (équation II-18).

 $D_{eq} = 2\sqrt{S/\pi}$  Équation II-18

# RESULTATS

Les traitements des pollutions carbonées, azotées et phosphorées, solubles et particulaires contenues dans un effluent urbain ou industriel peuvent être effectués simultanément et à moindre coût au sein de réacteurs discontinus pour autant que ceux-ci soient gérés de manière cohérente et fiable. Les taux d'abattement et concentrations de sortie après traitement doivent répondre aux critères de l'arrêté du 21 juin 1996 concernant l'assainissement collectif pour les collectivités de moins de 2000 EH.

La mise au point et l'optimisation d'un procédé peut s'appuyer sur différentes méthodologies allant d'un planning expérimental plus ou moins exhaustif et visant à résoudre de façon technique des verrous scientifiques, jusqu'à des méthodes de simulation numérique pure minimisant une fonction objectif définie.

Ce travail s'inspire de ces démarches et propose une méthodologie associant les données bibliographiques comme base de départ, l'utilisation contrôlée d'un simulateur de procédé, une validation expérimentale limitée mais pertinente, une extrapolation sur pilote semiindustriel et une automatisation avec pour objectif l'élimination des polluants organiques d'une eau usée urbaine au sein d'un SBR.

La recherche bibliographique doit cerner les acquis afin d'initialiser la méthodologie mise en place, identifier les difficultés technologiques, et mettre en exergue les ambiguïtés scientifiques. Les données bibliographiques ont été présentées chapitre I et nous en donnerons une rapide synthèse au chapitre III.

L'utilisation du Benchmark (simulateur numérique) est une méthode économique (en temps et en coût de fonctionnement) de validation de scénarii de fonctionnement d'un procédé, pour autant que les modèles utilisés soient représentatifs et que les variables d'initialisation soient justifiées. Nous montrons que cette démarche nécessite effectivement une analyse rigoureuse des conditions de simulations avec la mise au point d'une technique simple d'identification des variables d'entrée, la méthode est décrite au chapitre II. L'utilisation du Benchmark, va permettre de proposer dès le chapitre III, une gestion d'un SBR par un cycle court de fonctionnement (période de 12 h soit 2 cycles par jour).

Les expériences en laboratoire répondent dans ce travail à plusieurs objectifs : la validation de la résolution de points critiques scientifiques et techniques, la confirmation d'un fonctionnement optimal et la validation de l'utilisation du Benchmark. Cette partie est illustrée par l'optimisation du traitement de l'azote (chapitre IV), du phosphore (Chapitre IV) et par l'étude de la décantation. On constate que si les cycles courts sont effectivement efficaces en terme de traitement du carbone, à partir d'une eau d'entrée de qualité constante, ils peuvent présenter des dysfonctionnements en cas de variation de la charge d'entrée. Un cycle long de 24 h sera proposé en regard des performances épuratoires sur N et P.

La deuxième phase du travail consiste à rechercher des variables de contrôle permettant le suivi de l'évolution des transformations de la matière organique carbonée, azotée et phosphorée et de juger de la qualité de l'épuration. Nous présentons dans le chapitre V des méthodes de contrôle des eaux d'entrée, le suivi de paramètres de contrôle permettant le suivi au cours du temps des étapes de réaction et une étude de l'impact de dysfonctionnement sur la qualité des flocs et la décantabilité des boues. L'association du fonctionnement optimal, de l'étude et de la prévention de dysfonctionnements conduit à l'élaboration d'une politique de régulation, de contrôle et d'automatisation du procédé SBR. Le chapitre V décrit les procédures d'automatisation. Enfin, la dernière partie du chapitre V est consacrée à la validation des méthodes, du procédé et du fonctionnement sur un pilote semi-industriel installé à la station d'épuration de Limoges (France). Il ressort que la procédure de contrôle mise en place permet de traiter selon la norme requise une eau résiduaire urbaine (les taux d'abattement obtenus par rapport au carbone, à l'azote, au phosphore et aux matières en suspension sont respectivement de 94%, 96%, 88% et 97%), tout en conservant de bonnes propriétés de décantation, en augmentant la productivité (le durée globale d'un cycle est réduite de 45% en moyenne par rapport aux cycles longs), en améliorant l'élimination du phosphore et en s'adaptant aux variations de charge.

CHAPITRE III : UTILISATION DU BENCHMARK POUR LA MISE EN PLACE D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DANS UN SBR EN VUE DU TRAITEMENT DU CARBONE ET DE L'AZOTE. ETUDE DE LA DEPHOSPHATATION BIOLOGIQUE

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

# III UTILISATION DU BENCHMARK POUR LA MISE EN PLACE D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT DANS UN SBR EN VUE DU TRAITEMENT DU CARBONE ET DE L'AZOTE. ETUDE DE LA DEPHOSPHATATION BIOLOGIQUE

#### **INTRODUCTION**

La méthodologie de recherche d'un cycle optimal de fonctionnement du SBR proposée comporte quatre étapes : une étude bibliographique, la modélisation et la validation expérimentale du cycle de traitement défini et une validation « en retour » de la modélisation. Cette méthodologie est agencée selon l'organigramme présenté figure III-1.

Un cycle de traitement comprenant les temporisations pour chacune des étapes clés découle des conclusions de l'étude bibliographique, conclusions que nous rappelons dans le paragraphe 1. A partir de ces données, une première série de simulations est présentée dans le paragraphe 2 afin, d'une part de valider ce choix et d'autre part de mettre en place les expérimentations de validation nécessaires. Différentes valeurs d'entrée, issues de la base de données du Benchmark (temps sec, temps de pluie) ou d'une méthode d'identification des variables du modèle ASM1, testée sur une eau usée modèle (eau de Limoges), sont comparées.

Ce protocole aboutit à un réajustement des durées des phases et aux tests expérimentaux en laboratoire et à l'échelle pilote, présentés respectivement paragraphes 3 et 4.

Une eau usée modèle a été choisie pour nos travaux selon plusieurs critères : débit suffisant, charge organique variable, eau prétraitée. L'eau de la station de Limoges correspond à une eau usée de réseau unitaire, mélange d'eau domestique et d'une fraction d'eau industrielle (effluent d'abattoir et d'unité de traitement de surface) et ainsi répond à notre cahier des charges.

Le critère de « validation d'un cycle de fonctionnement» est défini par rapport à la législation française en matière de rejet urbain de matière carbonée, azotée, phosphorée et en suspension.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

Les résultats présentés pour le carbone et l'azote en utilisant la modélisation et les expérimentations sont étendus au traitement des matières phosphorées. Les propriétés de décantation sont vérifiées pour chacune des conditions de mise en œuvre du SBR.

NB : Un cycle est défini par l'enchaînement des phases de remplissage du réacteur, de réaction, de décantation et de purge.



Figure III-1: Méthodologie de définition d'un cycle de fonctionnement du SBR
# 1. <u>Utilisation des données de la bibliographie pour la</u> proposition d'un mode de fonctionnement

#### • Durée globale du cycle (tableau I-1)

La durée globale d'un cycle de traitement pour une eau usée résiduaire urbaine s'étend de 4 à 36 heures. De manière à faciliter la gestion des installations, nous testerons des cycles de **12 heures (cycle court)** ou de **24 heures (cycle long)**. Un cycle court permet d'effectuer deux cycles par jours mais fragilise le fonctionnement, tandis qu'un cycle long fiabilise le fonctionnement.

#### • Phase d'alimentation (tableau I-2)

Les données bibliographiques concernant la durée et le type de remplissage appliqués pour une eau résiduaire urbaine montrent que le temps de remplissage peut représenter entre 1 et 25% de la durée totale du cycle. Dans notre cas et du fait des conditions opératoires, la durée du remplissage est fixée à 1h représentant alors 8,3% du temps total pour les cycles de 12 heures et 4 ,2% pour les cycles de 24 heures.

Le **remplissage** est de type **anoxique** de manière à favoriser l'élimination des ions nitrate apportés par l'eau ou issus du cycle précédent.

#### • Enchaînement de la séquence (tableau I-3)

L'étude bibliographique montre que si le traitement simultané du carbone, de l'azote et du phosphore est envisagé au sein d'une même cuve, l'enchaînement des séquences doit respecter la trame suivante : une première phase anoxique pour éliminer les ions nitrate et créer des conditions anaérobies favorables au relargage du phosphore, suivie d'une phase aérobie afin d'effectuer la nitrification de l'effluent et enfin une phase anoxique pour réaliser l'élimination des ions nitrate formés.

#### • Durée des séquences anoxiques et aérobies lors de la phase de réaction

La durée de chaque étape du cycle peut être estimée en respectant les données bibliographiques concernant les vitesses de nitrification et de dénitrification et les valeurs de concentration en azote à traiter (tableau III-1). Les valeurs minimales et maximales des vitesses couplées avec les concentrations moyennes, minimales et maximales (Etude inter agence n°27 (1994)) ou avec les valeurs moyennes proposées par le Benchmark, permettent de calculer les durées des phases anoxiques et aérobies de manière à se situer dans les conditions de la norme en fin de traitement (concentration de sortie comprise entre 10 et 15 mg.L<sup>-1</sup> et un taux d'abattement de 70-80%). Les résultats reportés dans le tableau III-1 montrent qu'un cycle de 12 heures est suffisant sauf en cas de fortes concentration en azote.

	Valeurs Ntotal (mgN.L <sup>-1</sup> )	Vitesse de nitrification (mg N-NH4 <sup>+</sup> .g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Vitesse de dénitrification (mg N-NO3 <sup>-</sup> .g MVS.h <sup>-1</sup> )	Durée phase aérobie (h)	Durée phase anoxique (h)
Valeur minimale	30	2 (15°C)	1 (15°C)	2,5	2-3
Valeur maximale	100	2 (15°C)	1 (15°C)	8,3	11,7
Valeur Benchmark	45	2 (15°C)	1 (15°C)	3,75	3-4,5

Tableau III-1: Estimation de la durée des phases de	nitrification et de dénitrification
---	-------------------------------------

#### • Phase de décantation (tableau I-5)

Le temps de décantation est calculé en fonction de la hauteur souhaitée du voile de boue à la fin de la phase de sédimentation et de la concentration en MES. Les valeurs classiques de décantation varient de 0,5 à 1 heure sans excéder 4 heures. Les différents temps de décantation appliqués dans un SBR montrent que quel que soit le type d'effluent considéré, le pourcentage du temps de décantation varie de 2 -3% à 16%. Le **ratio temps de décantation sur temps de réaction** s'étend de 0,02 à 1, pour se situer le plus souvent dans le cas d'une **eau usée urbaine** aux alentours de **0,1 à 0,2**. Nous choisissons de fixer le temps de décantation à 1 heure.

#### • Phase de vidange

La durée de la phase de vidange est fixée à une heure.

#### • Phase de repos

La durée de la phase de repos est fixée à 0,5 heure.

#### **CONCLUSION : Proposition d'une temporisation**

L'étude bibliographique nous permet d'envisager deux types de cycles de fonctionnement selon que l'eau soit chargée ou non en azote. Les temporisations des deux cycles de fonctionnement sont reportées dans le tableau III-2. Les cycles ainsi définis serviront de points de départ pour la modélisation.

Durée totale du cycle	R Anoxique	Anoxie 1	Aérobie 1	Anoxie 2	Aérobie 2	D	V	R'
24	1	0,5	8	11,75	0,25	1	1	0,5
12 cycle court	1	0,5	4,5	3,25	0,25	1	1	0,5

Tableau III-2 : Temporisation en heure des cycles simulés

R: remplissage R': repos V: vidange D: décantation

# 2. Utilisation de la modélisation

L'utilisation de la modélisation de procédés est un moyen judicieux pour représenter différents scenarii de fonctionnement tout en économisant du temps et des moyens expérimentaux, pour autant que le simulateur utilisé soit validé par ailleurs, et que les variables d'entrée soient fiables.

L'accès à des bases de données permet d'initialiser l'utilisation de la modélisation et d'aboutir à une prévision de fonctionnement mais nous montrons dans ce chapitre qu'il reste nécessaire de déterminer les variables d'entrée spécifiques à notre utilisation (au niveau de la caractérisation des phases liquides et solides) avant de passer à une phase de validation expérimentale et d'extrapolation.

Plusieurs types de simulations sont présentés dans ce chapitre, soit à partir des données du Benchmark, soit à partir de données expérimentales. Quelles que soient les conditions d'alimentation du réacteur (temps sec ou temps de pluie), les deux temporisations appliquées au SBR (cycle court ou cycle long), aboutissent au traitement plus ou moins complet du carbone, de l'azote et du phosphore des eaux usées. Nous proposons au paragraphe 2.2.1. une méthode simple d'identification des variables d'entrée afin d'asseoir la qualité des simulations.

# 2.1. <u>Simulations de longue durée avec les données du</u> Benchmark

Les valeurs initiales des différentes paramètres pour les simulations présentées dans ce paragraphe sont sélectionnées selon le schéma figure III-2.

Des valeurs moyennes, caractérisant des eaux usées selon le fractionnement utilisé dans le modèle ASM1, sont fournies sur le site internet du Benchmark (http://www.ensic.inplnancy.fr/COSTWWTP/). Ces valeurs, constituées en base de données, résultent du fractionnement d'eaux usées, d'origines géographiques diverses, réalisé pendant 14 jours par temps de pluie, par temps sec et en cas d'orage. Seules les valeurs moyennes obtenues par temps de pluie et par temps sec seront testées.

Les conditions de l'apport d'oxygène sont telles que la concentration en oxygène dissous maximale est non limitante en phase aérobie et égale à 8 mg  $O_2$ .L<sup>-1</sup>.



Figure III-2 : Initialisation des simulations avec les données du Benchmark par temps de pluie et par temps sec

#### 2.1.1. <u>Choix des variables d'entrée : boues, eau.</u>

#### • Valeurs initiales caractérisant les boues

L'utilisation du modèle ASM1, dans le cadre de la représentation du fonctionnement du SBR, nécessite la caractérisation initiale de la fraction solide présente dans le réacteur au temps t=0.

On considère une concentration en MES égale 5 g  $.L^{-1}$  à 70% de MVS. Les valeurs des variables initiales pour les boues à t0 sont reportées dans le tableau III-3.

Tableau III-3 : Valeurs des variables du modèle ASM1 pour les boues à t0, retenues pour les simulations des cycles avec les données du Benchmark, exprimées en mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> pour les variables carbonées et en mgN.L<sup>-1</sup> pour les variables azotées

S <sub>I i</sub>	S <sub>Si</sub>	X <sub>Ii</sub>	X <sub>Si</sub>	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alki</sub>
60	0	2142	0	4750	250	1040	0	10	0	1	5	7

#### • Valeurs initiales caractérisant l'eau d'entrée

L'initialisation du modèle est effectuée en utilisant les valeurs moyennes par temps sec et par temps de pluie des résultats du fractionnement des eaux usées sur 14 jours (tableau III-4).

Tableau III-4 : Valeurs moyennes sur 14 jours des variables du modèle ASM 1 pour l'eau usée des bases de données du Benchmark (source :Benchmark COST 682) exprimées en  $mgO_2.L^{-1}$ pour les variables carbonées et en  $mgN.L^{-1}$  pour les variables azotées

	S <sub>I0</sub>	$\mathbf{S}_{\mathbf{S0}}$	X <sub>10</sub>	X <sub>S0</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps sec	30	65,2	45,6	192,7	26,5	30,1	6,5	9 ,95
Temps de pluie	27,8	60,5	42	178	24,5	27,9	6	9,2

# 2.1.2. <u>Comparaison des résultats obtenus pour les cycles de</u> <u>12 heures et de 24 heures</u>

Les résultats en terme de concentration de sortie et de taux d'abattement, obtenus par les simulations réalisées à l'aide des valeurs moyennes issues de la base de données du Benchmark, sont consignés dans le tableau III-5. Il en ressort que les cycles de 12 heures ne permettent pas, dans le cas de l'azote, d'assurer d'un bon respect de la norme. Par contre les cycles de 24 heures permettent de descendre à de faibles concentrations en azote en sortie et ce quelles que soient les conditions climatiques.

Tableau III-5 : Résultats des simulations, concentrations moyennes de sortie et taux d'abattement moyens pour les cycles de 12 h et de 24 h, par temps de pluie et par temps sec, avec les valeurs moyennes du Benchmark

	Cycles de	e 24 heures	Cycles de	e 12 heures
	Temps sec	Temps pluie	Temps sec	Temps pluie
DCO <sub>soluble</sub> msortie	35±5,6	33,3±6	32,4±4	30,4±4,4
$(mgO_2.L^{-1})$	125*	125*	125*	125*
Abattement DCO <sub>m</sub>	90	90	91	91
(%)	70-90*	70-90*	70-90*	70-90*
N <sub>solublem</sub> sortie	5,7±0,5	5,5±0,5	15,3±0,5**	12,7±0,5
$(mgN.L^{-1})$	10-15*	10-15*	10-15*	10-15*
Abattement NGL <sub>m</sub>	88	87	67**	71
(%)	70-80*	70-80*	70-80*	70-80*
*Norme	**Valeur	hors norme		

D'après ces résultats :

- La répartition temporelle des cycles appliquée au SBR est globalement convenable pour traiter le carbone et l'azote.
- Les cycles s'étalant sur 24 heures sont à privilégier.

Cependant, les caractéristiques d'une eau usée spécifique diffèrent des résultats issus de caractéristiques moyennes d'eaux d'origines différentes. Ayant validé l'utilisation de la modélisation pour simuler le fonctionnement du SBR, il est nécessaire d'appliquer le Benchmark à la simulation du traitement de l'eau usée modèle choisie (eau de Limoges) et donc de caractériser cette eau.

# 2.2. <u>Simulation avec les variables caractérisant l'eau d'entrée</u> <u>de la station de Limoges</u>

# 2.2.1. <u>Fractionnement de l'eau d'entrée de la station de</u> <u>Limoges</u>

L'identification des variables du modèle ASM1 selon une méthode proposée par STRICKER (2000) est réalisée sur l'eau d'entrée de la station de Limoges. Des échantillons d'eau sont prélevés, après dégrillage et dessablage, journellement, à horaire fixe (9 heures), sur des périodes de temps sec et de temps de pluie.

Les résultats des identifications exprimés en pourcentage du carbone ou de l'azote total sont reportés dans le tableau (III-6) pour les variables du carbone et dans le tableau (III-9) pour les variables de l'azote.

Tableau III-6 : Répartition de l'eau d'entrée de la station de Limoges en vari	riables du modèle ASM1 :
variables carbonées exprimées en pourcentage de la DCO totale à t0	

Date	Conditions climatiques	S <sub>10</sub> (%)	S <sub>S0</sub> (%)	X <sub>10</sub> (%)	X <sub>S0</sub> (%)
02/04/2001	Pluie	4,86	27,46	25,2	42,4
04/07/2001	Sec	3	17	4	76
15/11/2001	Sec	8,5	25	15	51,5
01/2002	Intermédiaire Sec	6,7	27,85	9,3	56,15
02/2002	Fin pluie	2,8	39,3	9,6	48,2

Pour caractériser la variable  $S_{S0}$ , la méthode de coagulation floculation (avec FeCl<sub>3</sub> ou ZnSO<sub>4</sub>) puis filtration sur 0,45 µm préconisée par MAMAIS et coll. (1993) et NAIDOO et coll. (1998), est également utilisée. La méthode en réacteur fermé aboutit à une estimation de  $S_{s0}$  plus importante que la méthode par coagulation floculation (tableau III-7).

Tableau III-7 : Identification de la fraction  $S_{S0}$ , comparaison de la méthode de dégradation en réacteur fermé (STRICKER, 2000) et de la méthode de coagulation floculation puis filtration sur 0,45  $\mu$ m (MAMAIS et coll., 1993; NAIDOO et coll., 1998), résultats exprimés en pourcentage de la DCO totale à t0

Date	Conditions climatiques	S <sub>S0</sub> (%) Réacteur fermé	S <sub>50</sub> (%) Coagulation floculation FeCl <sub>3</sub>	S <sub>50</sub> (%) Coagulation floculation ZnSO <sub>4</sub>
02/04/2001	Pluie	27,46	16	16
04/07/2001	Sec	17	13	20
15/11/2001	Sec	25	18	19

L'écart entre les deux méthodes va de 3 à 42%. Le seuil de coupure utilisé lors des expérimentations en réacteurs (0,45  $\mu$ m) conduit à une surestimation de la DCO soluble rapidement biodégradable puisque le seuil de coupure théorique est de 0,1  $\mu$ m. Par contre, la coagulation floculation permet d'éliminer les macromolécules de taille inférieure à 0,45  $\mu$ m.

Les résultats de la littérature montrent que les méthodes respirométriques conduisent également à une estimation de  $S_{S0}$  supérieure à la méthode en réacteur fermé de l'ordre de 3 à 25% (MAMAIS et coll., 1993 ; NAIDOO et coll., 1998).

Les valeurs obtenues pour les variables carbonées, par temps de pluie ou par temps sec sont conformes aux valeurs rencontrées dans la littérature et aux valeurs par défaut de HENZE et coll., (1986) (tableau III-8). La proportion la plus importante de la DCO est représentée par la pollution biodégradable particulaire et soluble. Par temps sec la majeure partie de la pollution biodégradable est sous forme particulaire, mais la proportion tend à diminuer en temps de pluie. Si l'on compare aux résultats de l'identification des variables caractérisant l'eau usée de Toulouse décantée (SPERANDIO, 1998), la fraction S<sub>s0</sub> est relativement importante dans l'eau de Limoges : 23 à 34% contre 6 à 7% seulement en moyenne pour l'eau usée Toulousaine.

L'un des inconvénients de la méthode utilisée réside dans l'absence de résultats concernant la valeur de  $X_{B,H0}$  (concentration en biomasse hétérotrophe dans l'eau d'entrée), variable n'étant pas forcément négligeable.

Tableau III-8 : Comparaison des valeurs moyennes des variables carbonées (exprimées en pourcentage de la DCO totale) obtenues pour l'eau d'entrée de la station d'épuration de Limoges aux valeurs de la bibliographie

Référence	Conditions climatiques	S <sub>10</sub> (%)	X <sub>10</sub> (%)	S <sub>S0</sub> (%)	$X_{S0}$ (%)	X <sub>B,H0</sub> (%)
Limoges	Sec	6	9	23	62	
Limoges	Pluie	4	17,5	33,5	45	
STRICKER (2000)	sec	4	15	31	50	
STRICKER (2000)	pluie	6	11	28	55	
Valeurs les plus fréquentes		6-13	8-13	7-30	40-60	15-20
Valeurs extrêmes		3-20	4-26	1-54	15-80	3-20
HENZE et coll. (1986)		8-11	11-20	24-32	43-49	

La méthode développée par STRICKER (2000) permet d'accéder aux variables de l'azote au cours du même test (tableau III-9)). Les résultats sont exprimés en pourcentage de l'azote global (NGL).

Tableau III-9 : Répartition de l'eau d'entrée de la station de Limoges en variables du modèle ASM1 : variables azotées exprimées en pourcentage de l'azote global NGL à t0

Date	Conditions climatiques	S <sub>NH0</sub> (%)	S <sub>ND0</sub> (%)	X <sub>ND0</sub> (%)	S <sub>NI0</sub> (%)	X <sub>NI0</sub> (%)
02/04/2001	Pluie	32,7	8	29	27,3	3
04/07/2001	Sec	28	23	32,75	11	5,35
15/11/2001	Sec	29	12,1	49,4	8,75	0,3
01/2002	Sec	26	52	16	4	2
02/2002	Fin pluie	19,3	49,5	13,5	6,2	11,5

La moyenne des valeurs obtenues pour les variables azotées a été réalisée par temps sec et par temps de pluie. La comparaison aux valeurs de la bibliographie montre que, dans le cas de l'eau de Limoges, les fractions inertes ne sont pas négligeables comme l'indique les données du modèle ASM1 (tableau III-10).

Tableau III-10 : Comparaison des valeurs moyennes des variables azotées obtenues pour l'eau d'entrée de la station d'épuration de Limoges aux valeurs de la bibliographie exprimées en pourcentage de la concentration en azote global dans l'eau d'entrée

Référence	Conditions climatiques	S <sub>NH0</sub> (%)	S <sub>ND0</sub> (%)	X <sub>ND0</sub> (%)	S <sub>NI0</sub> (%)	X <sub>N10</sub> (%)
Limoges	Sec	27,7	29	32,7	7,9	2,7
Limoges	Pluie	26	28,75	21,25	16,75	7,25
HENZE et coll. (1986)	Valeurs par défaut selon les pays		29 à 40	50 à 59	10 à 12	négligé
HENZE (1992)	Modèle tri- substrat, avec S <sub>np</sub>					4
HENZE et coll. (1993)			45	55	négligé	négligé
STRICKER (2000)	Temps sec		33	45	10	12
STRICKER (2000)	Temps pluie		/	/	5	6

Le fractionnement de l'eau d'entrée de la station de Limoges en variables du modèle ASM1, montre 1) que pour les variables carbonées la répartition est conforme aux données de la bibliographie, et 2) que le fractionnement des variables azotées indique une proportion non négligeable de formes inertes. Par conséquent il est nécessaire de refaire des essais de modélisation pour les cycles de 12 et de 24 heures précédemment définis, à partir de la répartition moyenne de l'eau d'entrée de la station de Limoges, par temps de pluie et par temps sec.

#### 2.2.2. Choix des variables d'entrée boues, eau

Les paramètres d'initialisation du programme ainsi que les conditions d'aération sont identiques à ceux décrits figure III-2. Seules les valeurs des variables initiales pour l'eau d'entrée diffèrent.

#### • Valeurs initiales caractérisant les boues

Les valeurs initiales pour les boues sont identiques à celles utilisées précédemment pour les simulations avec les valeurs issues du Benchmark (voir tableau III-3).

#### • Valeurs initiales caractérisant l'eau d'entrée

Les valeurs moyennes de DCO et d'azote globaux, reportées dans le tableau III-11, sont issues de campagnes de caractérisation systématique des eaux usées dégrillées et dessablées de Limoges en temps de pluie et en temps sec.

Les valeurs des variables initiales du modèle ASM1 sont calculées en affectant la répartition moyenne par temps de pluie ou par temps sec (tableaux III-8 et III-10) aux valeurs moyennes de DCO et d'azote globaux mesurées par temps de pluie et par temps sec à la station d'épuration de Limoges (tableau III-11). La méthode de répartition est décrite au chapitre II paragraphe 2.3.2.1 (figure II-18).

	DCOglobale <sub>m</sub> (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	NGL <sub>M</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	NH4 <sup>+</sup> m (mgN.L <sup>-1</sup> )	Norganique <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )
Temps pluie	653±326	52±18,6	13,1±4,2	38,8±16,3
Temps sec	568±237	58±20	15,6±5,2	41±18,8

Tableau III-11 : Valeurs moyennes des paramètres globaux mesurées sur l'eau d'entrée de la station de Limoges au cours de cette étude, par temps de pluie et par temps sec

La répartition moyenne pour les variables du carbone et de l'azote aboutit alors à la répartition figurant dans le tableau III-12 et utilisée pour les simulations:

Tableau III-12 : Valeurs des variables de l'eau d'entrée de la station d'épuration de Limoges utilisées pour les simulations par temps de pluie et par temps sec

	S <sub>I0</sub>	S <sub>S0</sub>	X <sub>10</sub>	X <sub>S0</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps sec	34	131	51	352	26,5	16	17	19
Temps de pluie	26	219	114	294	24 ,5	14	15	11

#### 2.2.3. <u>Résultats des simulations</u>

Des simulations sur 10 jours de fonctionnement de cycles longs et courts selon la temporisation des phases figurant dans le tableau III-2, sont présentées en temps sec et en temps de pluie. Un trait continu représente la valeur de sortie du réacteur. Cette valeur doit être inférieure ou égale à la norme exigible par la législation, représentée par le trait discontinu horizontal.

#### 2.2.3.1. Cycles de 24 heures : temps sec, temps de pluie

#### • Cycles de 24 heures : temps sec

Les valeurs obtenues en sortie pour les concentrations en DCO soluble ou en azote sont inférieures aux valeurs minimales imposées par la norme (figures III-3 et III-4). La validité des cycles de 24 heures par temps sec est confirmée pour traiter l'eau d'entrée de la station de Limoges.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



STEP de Limoges par temps sec

Figure III-3 : Evolution de la DCO soluble au cours Figure III-4 : Evolution de la concentration des de 10 jours de fonctionnement en cycles de 24 formes solubles de l'azote au cours de 10 jours de heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la fonctionnement en cycles de 24 heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la STEP de Limoges par temps sec

#### Cycles de 24 heures : temps de pluie •

Les résultats de la simulation confirment la validité de l'utilisation des cycles de 24 heures pour le traitement de l'eau de la station de Limoges (figures III-5 et III-6). Les valeurs de concentrations en sortie pour le carbone et pour l'azote sont inférieures à celles exigées par les normes.



Figure III-5: Evolution de la DCO soluble au cours Figure III-6: Evolution de la concentration des heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la STEP de Limoges par temps de pluie

de 10 jours de fonctionnement en cycles de 24 formes solubles de l'azote au cours de 10 jours de fonctionnement en cycles de 24 heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la STEP de Limoges par temps de pluie

#### 2.2.3.2. Cycles de 12 heures : temps sec, temps de pluie

#### Cycles de 12 heures : temps sec

Les résultats de la simulation sont différents de ceux obtenus précédemment avec les variables du Benchmark. On observe notamment sur les figures III-7 et III-8 que les valeurs des concentrations de sortie sont inférieures à la norme la plus restrictive. Cette observation prouve d'une part, que la mise en place de cycles de 12 heures est envisageable avec l'eau d'entrée de la station de Limoges par temps sec et d'autre part, confirme qu'il est indispensable de caractériser les eaux d'entrée pour crédibiliser les résultats des simulations, chaque eau usée étant spécifique.



STEP de Limoges par temps sec

Figure III-7 : Evolution de la DCO soluble au cours Figure III-8 : Evolution de la concentration des de 10 jours de fonctionnement en cycles de 12 formes solubles de l'azote au cours de 10 jours de heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la fonctionnement en cycles de 12 heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la STEP de Limoges par temps sec

#### Cycles de 12 heures : temps de pluie

Les résultats de la simulation par temps de pluie confirment les résultats précédents, à savoir qu'il est envisageable d'utiliser des cycles de 12 heures pour traiter l'eau d'entrée de la station de Limoges. En effet, les évolutions des concentrations en DCO soluble et azote soluble montrent qu'elles restent inférieures aux valeurs minimales requises par la norme (figures III-9 et III-10).

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-9: Evolution de la DCO soluble au cours Figure III-10: Evolution de la concentration des de 10 jours de fonctionnement en cycles de 12 formes solubles de l'azote au cours de 10 jours de heures, valeurs moyennes de l'eau d'entrée de la fonctionnement en cycles de 12 heures, valeurs STEP de Limoges en temps de pluie

moyennes de l'eau d'entrée de la STEP de Limoges par temps de pluie

#### 2.2.4. Comparaison des résultats obtenus pour les cycles de 12 heures et de 24 heures

Les résultats en terme de concentration de sortie et de taux d'abattement obtenus pour les simulations réalisées à partir des variables caractérisant l'eau d'entrée de la station de Limoges sont consignés dans le tableau III-13. Les résultats obtenus montrent que, finalement, avec les caractéristiques de l'eau d'entrée de la station de Limoges, les cycles de 12 heures sont envisageables.

	Cycles de	e 24 heures	Cycles de 12 heures			
	Temps sec	Temps pluie	Temps sec	Temps pluie		
DCO <sub>solublem</sub> sortie	$35 \pm 5,5$	$32,9 \pm 6$	$36,2 \pm 3,5$	$28,7 \pm 4,6$		
$(mgO_2.L^{-1})$	125*	125*	125*	125*		
Abattement DCO <sub>m</sub>	94	95	94	96		
(%)	70-90*	70-90*	70-90*	70-90*		
N <sub>solublem</sub> sortie	$5,7 \pm 0,5$	$4,2 \pm 0,2$	$10,6 \pm 0,5$	$4,8 \pm 0,5$		
$(mgN.L^{-1})$	10-15*	10-15*	10-15*	10-15*		
Abattement NGL <sub>m</sub>	90	92	80	89		
(%)	70-80*	70-80*	70-80*	70-80*		

Tableau III-13: Résultats des simulations : concentrations moyennes de sortie et taux d'abattement moyens pour les cycles de 12 h et de 24 h, par temps de pluie et par temps sec, variables de l'eau d'entrée de la station Limoges

\*Norme

# 2.3. <u>Bilan de l'utilisation du Benchmark pour la définition d'un</u> cycle de fonctionnement

Le mode de fonctionnement des réacteurs discontinus séguentiels est particulier puisque fondé sur une alternance, au cours d'un cycle, de phases de réactions aérées ou non aérées et de durées variables en fonction des concentrations en polluant à traiter et des cahiers des charges définis pour la qualité de l'effluent de sortie. Cela amène à de nombreuses possibilités de gestion du SBR, qu'il est difficile et coûteux de tester une à une. La modélisation offre alors une alternative convaincante pour aboutir à un résultat rapide. le paragraphe 2 démontre que l'on peut valider, grâce à l'utilisation du Benchmark, un scénario de fonctionnement établi à partir de données consensuelles de la bibliographie dans les différents cas primordiaux pour la caractérisation des eaux à traiter : temps de pluie et temps sec, ou de productivité du réacteur (cycle court de 12 heures, cycle long de 24 heures). Ce paragraphe montre également qu'il est malheureusement encore imprudent de se fier aux valeurs moyennes caractérisant une eau usée mais, par contre, confirme la nécessité d'une méthodologie pour identifier les constituants d'une eau en terme de paramètres du modèle ASM1. Ainsi, les résultats montrent qu'un cycle de 12 heures alternant une alimentation anoxique de 1,5 heures, une phase aérée et une deuxième phase anoxique de 4,5 heures et 3,25 heures respectivement, suivies des phases de décantation, repos et purge de 2,5 heures permet d'aboutir aux normes de rejet sur le carbone et l'azote, pour les eaux de Limoges.

Cette étude valide la qualité et l'intérêt de l'utilisation du Benchmark.

Après confirmation des résultats en laboratoire, ces données vont servir de base à la mise en place de l'unité pilote.

# 3. <u>Validation à l'échelle du laboratoire du cycle de</u> fonctionnement choisi

Le cycle court de 12 heures est appliqué au fonctionnement d'un SBR à l'échelle du laboratoire dans le réacteur de 2 L utiles. Ce chapitre décrit les résultats obtenus en terme de taux d'abattement et de qualité d'eau de sortie sur le carbone, l'azote et le phosphore (paragraphe 3.1.) et détaille les évolutions de ces différents constituants au cours du temps lors d'un cycle de fonctionnement (paragraphe 3.2.). Nous montrons que les résultats obtenus confirment les simulations sur le carbone et l'azote, valident le mode fonctionnement sur le traitement du phosphore et la qualité de la décantation, permettent d'envisager l'étape d'extrapolation à un fonctionnement industriel et livrent quelques pistes de réflexions sur le contrôle du procédé.

Une comparaison entre résultats de simulation et expérimentation est reportée paragraphe 3.2.2. afin d'évaluer la qualité des résultats de la simulation.

#### 3.1. <u>Résultats du fonctionnement</u>

#### 3.1.1. <u>Caractéristiques de fonctionnement</u>

Les paramètres de fonctionnement du réacteur sont reportés dans le tableau III-14. Les valeurs moyennes des paramètres globaux (DCO, NGL), caractérisant l'eau d'entrée, utilisée sont en accord avec les valeurs moyennes utilisées pour la modélisation.

Le tableau III-15 montre que la production de boue est importante, comparée aux données de la bibliographie (0,32 kg MES. kg  $DBO_5^{-1}$  pour RIM et coll. (1997) et 1 à 1,2 kg MES. kg  $DBO_5^{-1}$  pour BANAS et coll. (1999)) du fait du choix délibéré d'un âge de boue faible (10 jours).

Tableau III-14: Caractéristiques moyennes de l'eau d'entrée, à l'échelle du laboratoire, pour des cycles de 12 h

$\frac{\text{DCO}_{\text{m}}}{(\text{mgO}_2.\text{L}^{-1})}$	NGL <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal <sub>m</sub> (mgP.L <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> (mg.L <sup>-1</sup> )	PH <sub>m</sub>	Conductivité <sub>m</sub> (µS.cm <sup>-1</sup> )
$646 \pm 105$	$52 \pm 14$	$8\pm0,5$	$294 \pm 66$	$7,4 \pm 0,2$	957 ± 129

Tableau III-15 : Caractéristiques de fonctionnement du pilote à l'échelle du laboratoire pour des cycles de 12 h

Cm (kg DBO <sub>5</sub> . kg MES. cycle <sup>-1</sup> )	Âge des boues (j)	Production de boue (kg MES. kg DBO <sub>5</sub> .cycle <sup>-1</sup> )	Temps de rétention hydraulique (j)
$0,03 \pm 0,004$	10	$1,8 \pm 0,6$	1

#### 3.1.2. Performances épuratoires du procédé

L'analyse du tableau III-16 conduit aux résultats suivants :

- Les taux d'abattement de la DCO, de la DBO<sub>5</sub>, des MES et de l'azote global (NGL), respectivement égaux à 92%, 99%, 98% et 85%, sont supérieurs aux normes exigées sur ces éléments. Les concentrations de sortie de la DCO (54 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>), de la DBO<sub>5</sub> (5mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>) et des MES (5 mg.L<sup>-1</sup>) sont très en dessous de la norme tandis que la concentration de sortie en azote global, égale à 11 mgN.L<sup>-1</sup> est dans la gamme des valeurs exigées.
- 2) La concentration de sortie en phosphore total (2 mgP.L<sup>-1</sup>) n'est pas satisfaisante puisque elle est juste à la norme et n'assure pas des conditions de sécurité de fonctionnement. Le taux d'abattement moyen est légèrement inférieur à la norme.

	Co	oncentratio	ons moyer (mg.L <sup>-1</sup> )	nes de sor	Taux d'abattement moyens (%)					
	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>
Cycles courts 12 h	54±37	5 ± 3	11±6	2 ± 0,7	5 ± 4	92 ± 6	99 ± 1	85 ± 8	76 ± 8	98 ± 2
Norme	125	25	10-15	1-2	35	75	70-90	70-80	80	90

Tableau III-16 : Performances épuratoires moyennes du mode de fonctionnement en cycles de 12 heures à l'échelle du laboratoire

#### 3.1.3. Propriétés de décantation

Dans le but d'évaluer les performances de ce procédé du point de vue de la séparation liquide solide, des suivis de l'indice de décantation, de la vitesse maximale de décantation et de la turbidité des eaux de sortie sont réalisés (tableau III-17).

L'indice de décantation, d'une valeur moyenne de 126 ml.g<sup>-1</sup>, se situe dans la gamme des valeurs conformes aux recommandations de fonctionnement et est comparable aux valeurs de la littérature reportées dans le tableau I-4 et notamment à celle de KELLER et coll. (2001). Ces bonnes propriétés de décantation sont corrélées à une faible turbidité de l'eau de sortie et à la quasi absence de matières en suspension dans l'eau de sortie.

Tableau III-17 : Paramètres moyens des boues et propriétés de décantation pour des cycles de 12h à l' échelle du laboratoire

[MES] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	[MVS] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	SVI <sub>m</sub> (ml.g <sup>-1</sup> )	υ <sub>0m</sub> (m .h <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> eau de sortie (mg.L <sup>-1</sup> )	Turbidité <sub>m</sub> eau de sortie (NTU)
$2{,}9\pm0{,}4$	1,9 ± 0,2	$126\pm34$	$1,25\pm0,8$	5 ± 3,5	1,3 ± 0,9

Les conditions de fonctionnement du système permettent d'assurer la stabilisation de la concentration en biomasse à une concentration de  $2g.L^{-1}$  (écart type faible).

#### 3.2. <u>Caractéristiques d'un cycle de fonctionnement</u>

Les processus d'épuration biologique mis en jeu sont présentés *via* l'évolution, en fonction du temps, des différents constituants lors du suivi horaire d'un cycle de fonctionnement court, après stabilisation de la concentration en biomasse (état « pseudo-stationnaire »).

Les résultats obtenus sont ensuite comparés aux résultats d'une simulation dans des conditions de fonctionnement identiques.

# 3.2.1. <u>Processus d'élimination du carbone de l'azote et du</u> phosphore

### 3.2.1.1. <u>Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement</u>

Les figures III-11 et III-12 représentent les évolutions des concentrations en azote ammoniacal, en ions nitrate, en ions orthophosphate, et en carbone organique dissous. L'évolution des différentes espèces ioniques est comparée à l'évolution du pH et du potentiel redox en fonction du temps sur 12 heures (figure III-13).

Le carbone organique dissous est éliminé au cours de la phase d'aération de manière rapide pour se stabiliser aux alentours de 15 mg. $L^{-1}$  (figure III-11).

L'élimination de l'azote se caractérise par différentes étapes qui correspondent à l'alternance des phases aérées et non aérées (figure III-12).

- Tout d'abord, la non aération au cours du remplissage permet l'élimination des ions nitrate restants du cycle précédent et ceux apportés par l'alimentation.
- Au cours de la phase d'aération, la nitrification se traduit par la diminution de la concentration en ions ammonium, et par l'augmentation de la concentration en ions nitrite et nitrate. Parallèlement on note une augmentation du potentiel redox corrélée à une diminution du pH liée à la libération de protons au cours de la nitrification (figure III-12).
- Au cours de la phase d'anoxie qui suit, la concentration en ions nitrate diminue (dénitrification), alors que la concentration en ions ammonium reste constante. La concentration en carbone organique dissous ne varie pas de manière significative bien que la dénitrification exogène nécessite la présence d'une source de carbone. L'élimination de l'azote résulte d'un phénomène de dénitrification le potentiel redox diminue. Au cours de la première phase d'anoxie, ce dernier atteint des valeurs de l'ordre de –100 mV, caractéristiques d'une dénitrification exogène. Par contre au cours de la deuxième phase d'anoxie, le potentiel redox ne descend pas sous la valeur de 0mV. La dénitrification étant endogène, son impact sur le potentiel redox semble moins important.
- Au cours de la première phase d'anoxie, le maintien d'une faible concentration en nitrates (inférieure à 10 mg.L<sup>-1</sup>) permet aux microorganismes le relargage du phosphore en anaérobiose. Au cours de la phase aérobie qui suit, les phosphates ainsi relargués sont absorbés de nouveau par les microorganismes.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-11 : Evolution des concentrations en ions orthophosphate ( $\times$ ) et en COD ( $\blacktriangle$ ) au cours d'un cycle de 12 heures à l'échelle du laboratoire



Figure III-12 : Evolution des concentrations en ions ammonium (O), ions nitrite (□) et ions nitrate (■) au cours d'un cycle de 12 heures à l'échelle du laboratoire



Figure III-13 : Profils d'évolution du pH (trait fin) et du potentiel rédox (trait gras) au cours d'un cycle de 12 heures à l'échelle du laboratoire

#### 3.2.1.2. <u>Calcul des vitesses</u>

Les vitesses d'élimination ou de production des différentes espèces du carbone, de l'azote et du phosphore sont mesurées à 15°C (tableau III-18).

La vitesse de nitrification est relativement faible (0,8 mg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) en comparaison avec les valeurs usuellement rencontrées en station d'épuration : 2 mg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> (10°C) et 11,5 mg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> (25°C) (METCALF et EDDY, 1991) et par rapport aux valeurs de la littérature concernant la nitrification dans un procédé SBR ( tableau I-13). Ce résultat s'explique principalement par un âge des boues trop faible pour promouvoir une nitrification optimale. Pour GARZON-ZUNIGA et GONZALES-MARTINEZ (1996) par exemple, l'âge des boues doit être supérieur à 12 jours à cette température, pour assurer une nitrification complète de l'effluent.

Tableau III-18 : Vitesses spécifiques de consommation de carbone, de nitrification, de dénitrification, de relargage et de reconsommation de phosphore mesurées au cours d'un cycle de 12h à l'échelle du laboratoire (âge des boues de 10 jours)

Consommation du carbone (Aérobie 1) mg DCO.g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de nitrification mg N-NH4 <sup>+</sup> . gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de dénitrification mg N-NO3 <sup>-</sup> . g MVS <sup>-1</sup> . h <sup>-1</sup>	Vitesse de relargage de PO <sub>4</sub> - (anaérobie 1) mgP-PO4 <sup>°</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de reconsommation de PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ,gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	
20	0,8	0,8	0,86	2	

La vitesse de dénitrification (0,8 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) est de l'ordre de grandeur des valeurs rencontrées dans la littérature pour une dénitrification endogène soit 0,5 à 1,5 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> (20°C) (METCALF et EDDY, 1993) pour les procédés classiques à boues activées, et 0,7 à 1,4 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup> pour un procédé SBR (KIM et coll., 2001). La dénitrification dans un procédé SBR est lente du fait de l'élimination, au cours phase de réaction aérobie, du carbone nécessaire à une dénitrification exogène, à cinétique rapide. Ce résultat est en accord avec les valeurs de HENZE et coll. (1993) lorsque la dénitrification se produit à partir d'un substrat lentement biodégradable (tableau I-21). Les conséquences de cette réaction lente sont l'allongement de la durée de la phase de dénitrification et donc une baisse de la productivité du réacteur. Il sera nécessaire, préalablement à la phase d'industrialisation du système, d'envisager l'optimisation de cette phase.

La quantité de phosphore absorbé en aérobie par rapport à la quantité de phosphore relargué en anaérobie peut être exprimée au travers de la relation suivante (équation III-1) :

#### *Pabsorbé* =1,89*Prelargué* +1,94 Équation III-1 : Cycle de 12 h à l'échelle du laboratoire

Le coefficient de 1,89 est presque deux fois plus élevé que les valeurs mentionnées dans la littérature (tableau I-14). Les conditions de fonctionnement sont donc favorables à la déphosphatation biologique.

#### 3.2.2. Validation du modèle ASM1

La validité du modèle mathématique est vérifiée non plus globalement, à l'échelle des valeurs de concentrations sur les eaux de sortie, mais spécifiquement par comparaison entre les suivis des concentrations expérimentales et théoriques en fonction du temps à l'échelle d'un cycle de fonctionnement.

La démarche entreprise pour la modélisation est celle décrite au paragraphe 2.3.1 du chapitre II, figure II-17. Les valeurs des paramètres d'initialisation du programme sont fixées selon la procédure de la figure III-14.



Figure III-14: Initialisation des simulations pour la modélisation des cycles de 12 heures à l'échelle du laboratoire

#### 3.2.2.1. Choix des paramètres initiaux

#### • Variables du modèle ASM1 pour les boues à t0

Les valeurs des paramètres des boues à t0, correspondant au jour du suivi, sont reportées dans le tableau III-19. Elles sont calculés selon la méthode décrite chapitre II, à partir d'une concentration en MES égale 5 mg. $L^{-1}$ .

Tableau III-19 : Paramètres initiaux des boues exprimés en mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> pour les variables carbonées et en mgN.L<sup>-1</sup> pour les variables azotées, pour la modélisation d'un cycle de 12 h à l'échelle du laboratoire

S <sub>Ii</sub>	$\mathbf{S}_{\mathbf{Si}}$	X <sub>Ii</sub>	X <sub>Si</sub>	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alki</sub>
60	0	2142	0	4750	250	1040	0	0	0	1	5	7

#### • Variables du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée à t0

Les valeurs de départ pour la DCO totale et l'azote total dans l'eau d'entrée sont respectivement de  $686 \text{ mg O}_2.\text{L}^{-1}$  et  $64 \text{ mgN}.\text{L}^{-1}$ .

De manière à se situer au plus près possible des conditions de fonctionnement expérimentales, deux types de variables d'entrée sont comparés (tableau III-20) :

- une première série de simulation utilise la répartition moyenne des variables du modèle ASM1 en temps de pluie (tableaux III-8 et III-10), correspondant aux conditions expérimentales,
- une deuxième série utilise la répartition des variables mesurée dans la période des essais et notée 02 / 04 /2001 (tableaux III-6 et III-9).

Tableau III-20 : Valeurs des paramètres du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée du cycle suivi, en utilisant la répartition moyenne par temps de pluie ou la répartition d'avril 2001 (02/04/01), exprimées en mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> pour les variables carbonées et en mgN.L<sup>-1</sup> pour les variables azotées

	S <sub>I0</sub>	S <sub>S0</sub>	X <sub>10</sub>	X <sub>S0</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps Pluie moyen	26	221	115	297	26	14,7	39,4	9,8
02/04/2001	32	181	165	280	26	16	4	14,5

#### 3.2.2.2. <u>Comparaisons simulations et expérimentations</u>

La comparaison des deux simulations aux résultats expérimentaux est représentée sur les figures III-15 à III-17.

Globalement on peut dire que la simulation effectuée avec la répartition moyenne par temps de pluie et avec les paramètres cinétiques de HENZE et coll. (1986) permet d'avoir une bonne approche des évolutions de la DCO soluble, des ions ammonium et des ions nitrite et nitrate au cours d'un cycle de fonctionnement.

Une bonne adéquation entre le modèle et l'expérience pour l'évolution de la DCO soluble est constatée pour les deux simulations (figure III-15).

La répartition du 02/04/2001 représente l'évolution en ions ammonium de manière plus convaincante que la répartition moyenne (figure III-16) tandis que l'évolution des ions nitrates est mieux représentée par la simulation effectuée à partir de la répartition moyenne par temps de pluie (figure III-17).

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-15 : Adéquation entre modèle et expérience pour la DCO soluble (▲) au cours d'un cycle de 12 h à l'échelle du laboratoire



Figure III-16 : Adéquation entre modèle et expérience pour les ions  $NH_4^+(O)$  au cours d'un cycle de 12h à l'échelle du laboratoire



Figure III-17 : Adéquation entre modèle et expérience pour les ions $NO_3^-(O)$  au cours d'un cycle de 12 h à l'échelle du laboratoire

#### 3.3. <u>Bilan de la validation à l'échelle du laboratoire</u>

Le cycle court défini par une étude bibliographique, et par l'utilisation du Benchmark et du modèle ASM1 est validé expérimentalement à l'échelle du laboratoire pour le traitement d'une eau usée modèle.

Ce cycle permet l'élimination simultanée du carbone, de l'azote, du phosphore et des MES et assure la qualité de l'eau de sortie par le maintien de bonnes propriétés de décantation. Les taux d'abattement de la DCO (92%), de la DBO<sub>5</sub> (99%), des MES (98%) et de l'azote global (85%), ainsi que leurs concentrations de sortie respectent la norme française.

Cependant, la concentration en phosphore résiduel (2 mgP.L<sup>-1</sup>) est très proche de la norme haute et le taux d'abattement de 76% devra être amélioré pour atteindre les 80% exigés par la norme. L'élimination du phosphore devra être optimisée si l'on veut garantir des conditions de fonctionnement stables.

Bien que le cycle court choisi permette d'aboutir à des concentrations résiduelles d'azote conformes aux exigences, le suivi horaire d'un cycle de fonctionnement met en évidence certaines limitations à l'élimination de l'azote : la nitrification n'est pas forcément complète et la vitesse de dénitrification est lente car issue d'un processus endogène. L'optimisation de la nitrification nécessite l'augmentation de l'âge des boue, action qui présente le double avantage de minimiser la production de boue et de les minéraliser. L'optimisation de la dénitrification est plus conceptuelle. Le cycle proposé pour le fonctionnement du SBR entraîne la consommation complète en aérobie du carbone, induisant un phénomène de dénitrification endogène, à cinétique lente. Il est nécessaire pour améliorer la productivité du réacteur de favoriser une dénitrification exogène et donc de fournir une source de carbone aux bactéries dénitrifiantes. Nous verrons dans le chapitre IV que plusieurs solutions sont possibles. D'autre part, la superposition des profils d'évolution des différentes espèces du carbone, de l'azote et du phosphore à ceux du pH et du potentiel montre qu'il existe des points caractéristiques en relation avec les phénomènes biologiques. Ce dernier point sera approfondi au chapitre V.

L'utilisation de la modélisation est une alternative viable dans ce cas de figure, et ce d'autant plus que nous avons montré que le modèle utilisé est représentatif à un niveau global (résultats des concentration en DCO et en azote dans les eaux de sortie) et plus spécifique (représentation des évolutions en fonction du temps sur un cycle de 12 heures).

La validation à l'échelle pilote doit permettre de valider et d'optimiser si besoin, le fonctionnement du SBR.

# 4. Validation à l'échelle semi-industrielle

Le fonctionnement, défini par la modélisation est transposé sur un pilote de 1,32 m<sup>3</sup> installé à la station d'épuration de la ville de Limoges, afin de traiter les eaux urbaines réceptionnées sur ce site et préalablement dégrillées, dessablées et dégraissées. La temporisation du cycle court adaptée au fonctionnement du pilote est rappelée dans le tableau (III-21).

Durée totale du cycle	R Anoxique	Anoxie 1	Aérobie 1	Anoxie 2	Aérobie 2	D	V	R'
12	0,5	1	4,5	3,75	0,25	1	0,5	0,5

R : Remplissage,  $R^\prime$  : Repos , D : Décantation , V : Vidange,  $R^\prime$  : Repos

Le paragraphe 4.1. montre les performances tout à fait acceptables du procédé sur trois mois de fonctionnement avec variations de l'âge des boues. Nous confirmons l'importance de la maîtrise de ce paramètre à la fois d'un point de vue technique (contrôle des vitesses de réactions, de la stabilité du processus) qu'économique (minimisation de la quantité de boue).

Les résultats expérimentaux obtenus au cours des trois mois sont comparés aux résultats de simulations (paragraphe 4.1.3).

L'étude d'un cycle journalier est présentée au paragraphe 4.2.1. et comparée aux résultats de la modélisation à la fois pour la phase de réaction et pour la phase de décantation.

### 4.1. Résultats globaux du fonctionnement

#### 4.1.1. <u>Caractéristiques de fonctionnement du pilote</u>

Les caractéristiques moyennes de la qualité de l'eau d'entrée ainsi que les caractéristiques de fonctionnement sont reportées dans les tableaux III-22 et III-23. Le mode de fonctionnement choisi est de type faible charge afin d'assurer des conditions de stabilité au procédé et trois âges des boues sont testés : 13, 28 et 66 jours (tableau III-22). Les productions de boues calculées sont de l'ordre de grandeur voire plus faibles que les productions de boues indiquées dans la littérature pour une eau usée : 0,28 g MES. g DBO<sub>5</sub> pour YANG et coll. (1999) sur un effluent synthétique ou entre 1 et 1,2 g MES. g DBO<sub>5</sub> pour BANAS et coll. (1999) pour le traitement d'une eau résiduaire urbaine.

Tableau III-22 : Caractéristiques moyennes de l'eau d'entrée au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle pour trois âges des boues : 13, 28, 66 jours

$\frac{\text{DCO}_{\text{m}}}{(\text{mgO}_2.\text{L}^{-1})}$	NGL <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal <sub>m</sub> (mgP.L <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> (mg.L <sup>-1</sup> )	pH <sub>m</sub>	Conductivité <sub>m</sub> (μS.cm <sup>-1</sup> )
$644 \pm 277$	$68 \pm 20$	$6,9 \pm 2,8$	$223\pm114$	$7,4 \pm 0,3$	$746 \pm 200$
$592\pm229$	$58 \pm 19$	$9,3 \pm 3,4$	$338\pm146$	$7,4 \pm 0,2$	$845\pm165$
$499 \pm 218$	$52 \pm 21$	8,5 ± 2,7	$296 \pm 135$	$7,2 \pm 0,2$	860 ± 211

Tableau III-23 : Caractéristiques de fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle.

Cm (kg DBO <sub>5</sub> . kg MES <sup>-1</sup> . cycle <sup>-1</sup> )	Âge des boues (j)	Production de boue (kg MES. kg DBO <sub>5</sub> .cycle <sup>-1</sup> )	Temps de rétention hydraulique (j)
$0,05 \pm 0,02$	13	$0,45 \pm 0,28$	1
$0,05\pm0,02$	28	0,21 ± 0,18	1
0,03 ± 0,01	66	0,13 ± 0,09	1

Le mode de fonctionnement mis en place permet de minimiser la production de boue.

#### 4.1.2. Performances épuratoires du procédé

Le tableau III-24 permet d'évaluer l'efficacité du mode de fonctionnement par des mesures des concentrations de sortie et des taux d'abattements sur les principaux éléments. Quel que soit l'âge des boues appliqué, les taux d'abattement et les concentrations de sortie sont en accord avec les normes pour le carbone, l'azote, et les MES et, dans une moindre mesure pour le phosphore.

Tableau III-24: Performances épuratoires moyennes du procédé SBR, adéquation avec la norme française et influence de l'âge des boues, pour les cycles de 12 heures à l'échelle semi-industrielle

Âge des boues	Concer	ntrations n	noyennes	de sortie (1	mg.L <sup>-1</sup> )	Taux d'abattement moyens (%)					
(j)	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>	
13	33 ±13	9 ± 5	16±5	$3 \pm 1$	$12 \pm 4$	95 ± 4	97 ± 2	$78 \pm 5$	$72 \pm 9$	96 ± 3	
28	26 ± 8	$5\pm5$	11±5	1,7 ± 1	9±4	94±3	97 ± 5	82 ±7	79 ±17	96 ± 3	
66	23 ± 4	4 ± 3	9±6	2,2 ± 1	$10 \pm 1$	94±3	98± 3	83±8	63 ±17	95 ± 5	
Norme	125	25	10-15	1-2	35	75	70-90	70-80	80	90	

L'analyse du tableau III-24 par rapport à l'âge des boues montre que :

- L'âge des boues n'a pas d'influence sur les taux d'abattement de la DCO mais influe sur la concentration en DCO de l'eau de sortie. Plus l'âge des boues est élevé (entre 13 et 66 jours) et plus la concentration en DCO dans l'eau de sortie est faible (varie de 33 à 23 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>). Un long temps de résidence solide favorise l'élimination d'une fraction de DCO plus difficilement biodégradable.
- Les effets de l'âge des boues sont plus marqués sur les taux d'abattement et les concentrations de sortie en azote total. Lorsque celui-ci est augmenté de 13 à 66 jours, la concentration de sortie en NGL diminue de 16 à 9 mgN.L<sup>-1</sup>.Cette observation est en accord avec les résultats de KELLER et coll. (1997); GARZON-ZUNIGA et GONZALES-MARTINEZ (1996). Plus l'âge des boues est faible, plus le taux d'abattement est faible et plus les concentrations de sortie sont élevées. Ces effets sont surtout marqués en deçà d'un âge des boues de 28 jours.
- Un âge des boues trop élevé n'est pas propice à l'abattement optimal du phosphore. Pour un âge des boues de 66 jours, le taux d'abattement et la concentration de sortie sont respectivement de 63% et de 2,2 mgP.L<sup>-1</sup>. Cela confirme les résultats de RODRIGUES et coll. (2001) qui montrent qu'un âge des boues de 37 jours ne permet pas d'effectuer correctement la déphosphatation dans un SBR. L'âge de boue optimal (tant du point de vue du taux d'abattement de 79% que de la concentration de sortie de 1,7 mgP.L<sup>-1</sup>), dans les conditions de l'expérience, est de 28 jours.
- La nitrification nécessite un âge des boues élevé, supérieur généralement à 10 jours pour une température de 15 °C et de longues phases aérobies. Or, d'après MEGANCK et coll., 1985, KUBA et coll. (1996), RIM et coll. (1997), la déphosphatation diminue au delà d'un âge des boues supérieur à 37 jours. Un compromis entre nitrification et déphosphatation semble alors se situer aux alentours d'un âge des boues de 30 jours.

Le cycle de fonctionnement défini est validé à l'échelle semi-industrielle. L'âge des boues exerce une influence particulièrement marquée sur l'élimination de l'azote et du phosphore, et dans une moindre mesure sur l'élimination du carbone. La recherche d'un compromis entre la présence d'une flore nitrifiante et déphosphatante au sein du même réacteur nous conduit à fixer à 30 jours environ l'âge de boue optimal pour la conduite du réacteur.

#### 4.1.3. <u>Modélisation de longue durée du fonctionnement</u>

Afin de valider le modèle ASM1 à la fois sur la durée et pour des âges des boues différents, une simulation de longue durée est réalisée. Deux types de conditions climatiques sont testées, les simulations sont réalisées en appliquant les répartitions moyennes par temps de pluie et par temps sec (tableaux III-8 et III-10). Les simulations notées ABCD dans le tableau III-25 correspondent aux conditions décrites figure II-19 du chapitre II.

Les rapports obtenus entre théorie et expérience, reportés dans le tableau III-25, montrent que les ratios obtenus à partir des simulations par temps sec sont plus proches de 1 que ceux obtenus par temps de pluie, résultat somme toute normal, le suivi s'étant déroulé de mai à juillet. Le cas B semble présenter le meilleur consensus pour la corrélation théorie/expérience de la DCO et de l'azote en sortie.

Tableau III-25 : Relation entre théorie et expérience pour les différentes simulations de longue durée réalisées pour les cycles de 12 h à l'échelle semi-industrielle

	Simulation A	Simulation B	Simulation C	Simulation D
DCO <sub>Soluble théorique</sub> / DCO <sub>Soluble expérimentale</sub> Eau de sortie	1,25	1,28	0,84	0,86
N <sub>Soluble théorique</sub> / N <sub>Soluble</sub> expérimental Eau de sortie	0,6	1,06	0,44	0,73

Les figures III-18 et III-19 reprennent la comparaison entre théorie et expérience pour le meilleur des cas simulés (cas B : répartition par temps sec, et récupération des valeurs pour l'eau de sortie après 10 cycles). Les concentrations de sortie sont exprimées sous forme de DCO et d'azote solubles.

Une relative adéquation entre théorie et expérience est obtenue pour les âges des boues de 66 et 28 jours. Le passage à un âge des boues plus court induit des perturbations que le modèle a du mal à représenter de manière dynamique. Lorsque l'âge des boues devient plus faible, la bonne adéquation est moins évidente. De plus, un dysfonctionnement de la pompe au cours de la période correspondant à un âge de boue de 13 jours provoque une perturbation de la qualité de l'eau de sortie (augmentation de la DCO) qui n'est pas prévue par le modèle.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-18 : Comparaison des points expérimentaux et du modèle pour la DCO soluble en sortie du SBR pour 3 âges des boues pour les cycles de 12 h à l'échelle semi industrielle



Figure III-19 : Comparaison des points expérimentaux et du modèle pour l'azote soluble en sortie du SBR pour 3 âges des boues pour les cycles de 12 h à l'échelle semi industrielle

#### 4.1.4. Les propriétés de décantation

Le tableau III-26 présente les caractéristiques de la décantation évaluées par la mesure de l'indice de décantation et de la vitesse maximale de décantation. La qualité de l'eau de sortie est évaluée par rapport à sa turbidité et à sa teneur en matières en suspension.

Âge des boues (j)	[MES] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	[MVS] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	SVI <sub>m</sub> (ml.g <sup>-1</sup> )	ν <sub>0m</sub> (m .h <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> eau de sortie (mg.L <sup>-1</sup> )	Turbidité <sub>m</sub> eau de sortie (NTU)
13	$3,2 \pm 0,5$	$2,2 \pm 0,4$	$89 \pm 20$	$2,7 \pm 0,7$	$12 \pm 4$	$4\pm2$
28	$3,3 \pm 0,6$	$2,4 \pm 0,4$	$89 \pm 18$	$2,5 \pm 0,3$	$9\pm4$	$2 \pm 1$
66	$3,8 \pm 0,3$	$2,6 \pm 0,2$	$134\pm8$	$1,3 \pm 0,13$	$10 \pm 14$	$2 \pm 1$

Tableau III-26 : Caractéristiques moyennes des boues, propriétés de décantation, qualité de l'eau de sortie au cours du fonctionnement en cycle de 12h à l'échelle du laboratoire

L'analyse du tableau III-26 montre que pour chacun des âges des boues testé la concentration en biomasse est restée stable. Les valeurs de l'indice de décantation (respectivement de 89, 89 et 134 ml.g<sup>-1</sup> pour des âges des boues croissants de 13, 28 et 66 jours) se situent dans la gamme des valeurs acceptables pour de bonnes propriétés de décantation, c'est à dire entre 50 et 150 ml.g<sup>-1</sup>. Ils sont en accord avec les valeurs de la littérature pour un procédé SBR (voir tableau I-4). Cependant, on notera une augmentation importante de cet indice lorsque l'âge des boues est très élevé (66 jours). La mesure de l'indice de décantation ne sont pas toujours le signe d'une bonne qualité de l'eau de sortie (NOVAK et coll., 1993). Des mesures complémentaires sont alors effectuées pour caractériser la teneur en matières en suspension notamment. Dans notre cas, les valeurs convenables de l'indice de décantation sont corrélées à une faible turbidité de l'eau de sortie et une faible concentration en matières en suspension. Les conditions du cycle de fonctionnement sont donc propices à une bonne séparation liquide solide.

#### 4.2. <u>Etude d'un cycle de fonctionnement.</u>

Comme lors de l'étude en laboratoire, un suivi des concentrations en carbone, azote et phosphore est réalisé sur le pilote au cours d'un cycle de 12 heures pour un âge des boues correspondant à 28 jours et ceci après stabilisation de la concentration en biomasse (« état pseudo-stationnaire »).

De la même manière, un suivi horaire de la phase de décantation est effectué afin de vérifier l'adéquation entre les profils de décantation expérimentaux et le modèle de TAKACS et coll. (1991) et d'évaluer le devenir des différentes espèces.

## 4.2.1. <u>Etude des processus d'élimination du carbone, de l'azote</u> <u>et du phosphore</u>

#### 4.2.1.1. <u>Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement</u>

Les figures III-20 à III-22 représentent l'évolution des concentrations des différentes espèces ioniques de l'azote (ions nitrate, nitrite, ammonium), du phosphore (ions orthophosphates) et de la DCO soluble. Ces évolutions sont comparées à celles du pH et de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse ( $qO_2X$ ).

Au cours de la première phase d'anoxie, les ions nitrate initialement présents dans le réacteur ou provenant de l'eau d'entrée sont éliminés grâce au carbone de cette même eau, ce qui crée des conditions anaérobies propices au re-largage du phosphore que l'on observe dès la fin du remplissage (figure III-20).

Au cours de la phase aérobie qui suit, l'élimination de la DCO soluble, la reconsommation du phosphore et la conversion de l'azote ammoniacal en ions nitrite et nitrate (nitrification) sont observées simultanément. La majeure partie de la DCO soluble est consommée au cours de la première heure d'aération. Les ions ammonium sont dégradés en 3 heures d'aération. La nitrification est complète, contrairement à ce qu'il se produisait à l'échelle du laboratoire. Les 4 heures d'aération sont suffisantes pour la nitrification, dans les conditions d'aération proposées (régulation de l'apport d'oxygène entre 2 et 5 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>). La vitesse de consommation de l'oxygène très importante en début de phase aérobie (forte concentration en carbone biodégradable et en ions ammonium), diminue en fin de phase, lorsque la réserve en carbone et en ions ammonium est épuisée (figure III-22). Cette constatation est importante pour le contrôle du procédé (chapitre V). D'autre part, l'âge des boues appliqué étant plus élevé que celui utilisé à l'échelle du laboratoire, il est plus favorable à la flore nitrifiante. Le phosphore est re-consommé rapidement dans un premier temps (tant qu'il reste du carbone) puis de façon plus lente. Notons qu'après 4 heures d'aération la reconsommation n'est pas totale.

La deuxième phase d'anoxie se traduit par la re-consommation des ions nitrate précédemment formés. Cette étape dite de dénitrification s'effectue ici dans des conditions endogènes puisqu'il n'y a plus de carbone biodégradable disponible. On peut constater que la durée de cette phase est insuffisante pour assurer une complète dénitrification. Parallèlement au phénomène de dénitrification, on observe une augmentation de la concentration en DCO soluble, liée à un possible re-largage de composés intra-cellulaires (conditions de stress dues au manque de carbone assimilable). La concentration en phosphore reste constante ; il n'y a pas de phénomène de re-largage puisque la concentration en ions nitrate est trop élevée.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-20 : Evolution des concentrations en ions orthophosphate (×) et DCO soluble (▲) au cours d'un cycle de 12 heures à l'échelle semi - industrielle



Figure III-21 : Evolution des concentrations en ions ammonium (O), ions nitrite (□) et ions nitrate (■) au cours d'un cycle de 12 heures à l'échelle semi - industrielle



Figure III-22 : Evolution du pH (trait plein) et de la vitesse de consommation d'oxygène  $qO_2X$  ( $\bullet$ ) au cours d'un cycle de 12 h. Echelle semi-industrielle

#### 4.2.1.2. <u>Calcul des différentes vitesses</u>

Les différentes vitesses d'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore permettent d'évaluer les performances du mode de fonctionnement. Les mesures sont réalisées pour un âge des boues de 28 jours et à une température de 25°C (tableau III-27).

La vitesse de nitrification  $(3,15 \text{ mg N-NH}_4^+, \text{ gMVS}^{-1},\text{h}^{-1})$  est plus élevée que pour le cycle à l'échelle du laboratoire. Cela s'explique en partie :

- 1) par un âge des boues plus élevé (28 jours pour ce cycle contre 10 jours à l'échelle du laboratoire) plus favorable à la croissance de la flore nitrifiante,
- par des conditions d'oxygénation différentes (régulation entre 2 et 5 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> au lieu de 20% de la saturation à l'échelle du laboratoire),
- par 10°C d'écart dans la température du cycle (25°C pour ce cycle contre 15°C à l'échelle du laboratoire).

Néanmoins cette vitesse reste faible si on la compare à la valeur usuellement rencontrée en station d'épuration à la même température (11,5 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>, METCALF et EDDY, 1991).

La vitesse de dénitrification endogène d'une valeur de 1,63 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup> est plus élevée que dans le cas du cycle à l'échelle du laboratoire, probablement à cause d'une température plus importante.

Tableau III-27 : Vitesses spécifiques de consommation de carbone, de nitrification et de dénitrification, de relargage et de reconsommation de phosphore, mesurées au cours du suivi horaire d'un cycle de 12 h à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 28 j)

Consommation du carbone (Aérobie 1) mg DCO.g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de nitrification mg N-NH4 <sup>+</sup> . gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de dénitrification mg N-NO3 <sup>-</sup> , g MVS <sup>-1</sup> , h <sup>-1</sup>	Vitesse de relargage de PO <sub>4</sub> - (anaérobie 1) mgP-PO <sub>4</sub> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de reconsommation de PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ,gMVS <sup>-1</sup> ,h <sup>-1</sup>
11,8	3,15	1,63	3,5	1,14

La relation entre la quantité de phosphore absorbé en phase aérobie 1 et la quantité de phosphore relargué en phase anaérobie est exprimée par l'équation III-2 :

 $P_{absorbé} = 0,54 P_{relargué} + 2,7$ 

Équation III-2 : Cycle de 12 heures à l'échelle semi-industrielle

Le coefficient de corrélation entre la quantité absorbée et la quantité relarguée est presque quatre fois plus faible que celui mesuré au cours du cycle court de 12 heures à l'échelle du laboratoire et plus faible que les valeurs de WANG et coll. (1998) et d'ABU-GHARARAH et RANDALL (1991) (tableau I-14) qui se situent aux alentours de 1. Les raisons de cette différence peuvent être liées à une différence de composition en terme d'acidité volatile lors des expérimentations ou à l'impact de la différence d'âge des boues entre les deux suivis.

## 4.2.2. <u>Validation du modèle ASM1 sur un cycle de</u> <u>fonctionnement</u>

La validité du modèle mathématique est vérifiée spécifiquement par comparaison entre les suivis des concentrations expérimentales et théoriques en fonction du temps à l'échelle d'un cycle de fonctionnement. La démarche entreprise pour la modélisation est celle décrite au paragraphe 2.3.1 du chapitre II, figure II-17. Les valeurs des paramètres d'initialisation du programme sont spécifiés par la démarche décrite sur la figure (III-23).



Figure III-23 : Initialisation des simulations pour la modélisation des cycles de 12 heures à l'échelle semiindustrielle

4.2.2.1. Choix des paramètres initiaux

#### • Variables du modèle ASM1 pour les boues à t0 :

Les valeurs sont reportées dans le tableau III-28 ci-après :

Tableau III-28 : Variables du modèle ASM1	correspondant à l'état initial des boues dans le réacteur pour
un cycle de 12h à l'échelle semi-industrielle	

S <sub>Ii</sub>	S <sub>Si</sub>	X <sub>Ii</sub>	$X_{Si}$	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alki</sub>
11	0	1537	0	3407	180	746	0	3	0	5	3	7

#### • Variables du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée :

Les valeurs de départ pour la DCO globale et l'azote global sont respectivement de **855**  $mgO_2.L^{-1}$  et de **71**  $mgN.L^{-1}$ . Deux répartitions sont testées : la répartition moyenne par temps sec (tableaux III-8 et III-10) et la répartition du 04/07/2001 (tableaux III-6 et III-9) qui est la plus proche de l'expérience. Les valeurs des variables du modèle ASM1 associées sont reportées dans le tableau III-29.

Tableau III-29 : Variables du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée correspondant au suivi journalier du cycle de 12h à l'échelle semi-industrielle, répartition moyenne en temps sec, et répartition du 04/07/2001

	S <sub>I0</sub>	S <sub>S0</sub>	X <sub>10</sub>	X <sub>80</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps sec	50	191	75	514	26	20	21	23
moyen								
04/07/2001	25	141	33	630	26	20	16	23

#### 4.2.2.2. <u>Résultats des simulations</u>

Les deux séries de simulations sont représentées sur les figures III-24 à III-27 et comparées aux évolutions des profils expérimentaux en fonction du temps. Les espèces représentées sont les ions ammonium, les ions nitrates, la DCO soluble et la DCO totale.

Les résultats des simulations montrent que quelle que soit la répartition appliquée, il y a une bonne adéquation entre modèle et expériences pour la DCO totale (figure III-24). Par contre, en ce qui concerne la DCO soluble (figure III-25), les deux simulations se situent au dessus des valeurs expérimentales. Cependant, la répartition du 04/07/2001 semble plus proche de la réalité expérimentale.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-24 : Exemple d'adéquation entre la DCO Figure III-25 : Exemple d'adéquation entre la DCO totale (▲) et le modèle au cours d'un cycle de 12h à soluble (△) et le modèle au cours d'un cycle de 12h l'échelle semi-industrielle

à l'échelle semi-industrielle

La figure III-26 montre qu'il est difficile de conclure sur la meilleure identification de paramètres. La répartition du 04/07/2001 permet de mieux représenter l'évolution de la concentration en ions ammonium (figure III-26) tandis que la répartition moyenne par temps sec correspond mieux à l'évolution des ions nitrite et nitrate en fonction du temps (figure III-27).



Figure III-26 : Exemple d'adéquation entre le modèle et l'expérience pour les ions ammonium  $NH_4^+(O)$ au cours d'un cycle de 12h à l'échelle semi-industrielle
Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



Figure III-27 : Exemple d'adéquation entre le modèle et l'expérience pour les ions nitrate NO<sub>3</sub><sup>−</sup> (■) au cours d'un cycle de 12h à l'échelle semi-industrielle

#### 4.2.3. Etude de la phase de décantation

Dans une démarche similaire à celle de l'étude de la phase de réaction, un suivi horaire de la phase de décantation est réalisé. Des prélèvements sont effectués au cours de la phase de décantation à différents temps et pour différentes hauteurs. Les niveaux I, II, III et IV représentent respectivement les profondeurs : 0,26 ; 0,52 ; 0,91 et 1,3 m à partir de la surface.

Enfin, une vérification des modèles généraux de la décantation (puissance et exponentiel) est réalisée.

## 4.2.3.1. <u>Répartition des différentes espèces au cours de la</u> décantation

Les évolutions des concentrations en DCO soluble, ions orthophosphate, ions nitrate et ions ammonium, au cours du temps, et en fonction de la profondeur sont représentées sur les figures III-28 à III-31.

Les différentes espèces à l'exception des ions nitrate se retrouvent dans les couches en profondeur (Niveau IV), c'est à dire dans les boues et non dans l'eau de sortie. On observe parallèlement dans les boues une augmentation de ces différentes espèces alors que la concentration en ions nitrate reste constante. Le comportement des ions nitrate est différent de celui des autres espèces : ils disparaissent en profondeur et pas en surface. Ce résultat est en accord avec une manipulation similaire réalisée par KAZMI et coll. (2000) (figure III-30).

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



DCO soluble au cours de la décantation à différentes ions orthophosphate au cours de la décantation à profondeurs pour un cycle de 12h à l'échelle semi- différentes profondeurs pour un cycle de 12h industrielle

Figure III-28: Evolution de la concentration en Figure III-29: Evolution de la concentration en échelle semi-industrielle



Figure III-30 : Evolution de la concentration en ions Figure III-31 : Evolution de la concentration en ions profondeurs pour un cycle de 12h à l'échelle semiindustrielle

nitrate au cours de la décantation à différentes ammonium au cours de la décantation à différentes profondeurs pour un cycle de 12h échelle semiindustrielle

Il s'avère que la composition au sein des boues n'est uniforme ni dans le temps, ni dans l'espace. Cette constatation offre des perspectives d'approfondissement de la connaissance dans le mode de répartition des différentes espèces au sein du milieu solide, de son mode de représentation par la modélisation et de son impact sur les bilans globaux de dépollution.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

Ces expériences montrent que la phase de décantation n'est pas inerte, des réactions micro-biologiques s'y déroulent et participent au bilan global de dépollution. Ces réactions n'ont pas été considérées dans notre étude mais ouvrent des perspectives d'approfondissement des connaissances afin d'améliorer les prévisions de concentrations de sortie.

#### 4.2.3.2. Validation du modèle de TAKACS et coll. (1991) au cours de la phase de décantation

Le Benchmark, tel qu'il a été conçu par le programme COST 682, permet de modéliser le comportement de la sédimentation des boues au cours de la phase de décantation à l'aide du modèle de TAKACS et coll. (1991). Au cours de la phase de décantation les évolutions de la concentration en matière en suspension et de la DCO à différentes profondeurs par rapport à la surface (0,26 m; 0,52 m; 0,91 m; 1,3 m) ont été suivies. Si l'on considère le modèle 10 couches, les différents prélèvements correspondent respectivement aux fractions x9 ; x7 ; x4 ; x1 du modèle.

Deux types de simulation sont représentées : l'une utilisant pour les paramètres du modèle de TAKACS et coll. (1991), les valeurs par défaut données par le Benchmark, et l'autre utilisant pour les vitesses v'<sub>0</sub> et v<sub>0</sub> les valeurs de l'expérience soit 2,74 et 5,2 m  $h^{-1}$ . Les figures III-32 à III-35 montrent que l'utilisation des vitesses expérimentales à la place des valeurs par défaut permet d'obtenir une meilleure adéquation entre le modèle et l'expérience.



Figure III-32: Evolution de la concentration en Figure III-33: Evolution de la concentration en semi-industrielle

DCO au cours de la décantation à une profondeur DCO au cours de la décantation à une profondeur de 1,3m et comparaison du modèle et de de 0,91m et comparaison du modèle et de l'expérience au cours d'un cycle de 12h à l'échelle l'expérience au cours d'un cycle de 12h à l'échelle semi-industrielle

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.



semi-industrielle

Figure III-34: Evolution de la concentration en Figure III-35: Evolution de la concentration en DCO au cours de la décantation à une profondeur DCO au cours de la décantation à une profondeur de 0,52 m et comparaison du modèle et de de 0,26m et comparaison du modèle et de l'expérience au cours d'un cycle de 12h à l'échelle l'expérience au cours d'un cycle de 12h échelle semi-industrielle

#### 4.3. Bilan de la validation à l'échelle semi-industrielle

Le cycle de fonctionnement court défini au paragraphe 1 et transposé à l'échelle semiindustrielle permet d'obtenir des taux d'abattement et des concentrations de sortie conformes à la norme pour le carbone, l'azote, le phosphore et les matières en suspensions.

Trois âges des boues ont été testés au cours du fonctionnement du pilote : 13, 28 et 66 jours. L'étude montre que ce paramètre influence fortement les réactions biologiques au sein du procédé SBR. L'élimination de l'azote est marquée par une diminution de la concentration en sortie de 16 à 9 mgN.L<sup>-1</sup> lorsque l'âge de boue varie de 13 à 66 jours. Cet effet est particulièrement marqué en deçà de 28 jours. D'autre part, lorsque l'âge des boues dépasse 28 jours, le taux d'abattement du phosphore chute de 79% à 63%. Il semblerait qu'un bon compromis entre un âge des boues compatible à la fois avec la flore nitrifiante et déphosphatante se situe aux alentours de 28 jours. Dans ces conditions, les taux d'abattement obtenus pour la DCO, la DBO<sub>5</sub>, l'azote global, le phosphore et les MES sont respectivement de 95%, 97% ; 78% ; 72%, et 96%.

Les modifications des conditions d'aération par rapport à l'échelle du laboratoire et le test de différentes âges des boues nous ont permis de réaliser une nitrification complète et d'optimiser l'âge des boues pour le traitement simultané de l'azote et du phosphore à une valeur de 30 jours environ et d'améliorer les vitesses de nitrification et de dénitrification.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

L'utilisation du Benchmark est validée pour la prédiction des concentrations de sortie au cours du fonctionnement (longue durée) et pour la prédiction de l'évolution des concentrations en DCO soluble, totale, en ions nitrate et ammonium au cours d'un cycle de fonctionnement court de 12 heures. Cependant, une identification des paramètres cinétiques aurait sûrement permis d'améliorer encore l'adéquation entre modèle et expérience. La validation du modèle de TAKACS et coll. (1991) prouve également que comme dans le cas des phases de réaction une détermination plus précise des paramètres permettrait d'améliorer l'adéquation théorie/expérience. Ainsi l'utilisation de ce simulateur associant le modèle ASM1 et le modèle de TAKACS et coll. (1991), est un outil précieux pour la sélection de scénarios de fonctionnement.

Parallèlement, une étude des propriétés de décantation des boues, montre que le cycle court permet d'assurer de bonnes propriétés de décantation (l'indice de décantation est compris en moyenne entre 89 et 134 ml.g<sup>-1</sup>) ainsi qu'une bonne qualité de l'eau de sortie (la turbidité ne dépasse pas en moyenne 4 NTU). Les paramètres caractéristiques des modèles puissance et exponentiel ont été déterminés.

Cependant, certaines améliorations restent possibles : la dénitrification n'est pas complète et l'élimination du phosphore est à la limite de la norme. Une étude horaire de la phase de décantation montre que les ions ammonium, orthophosphate et la DCO soluble restent dans les boues tandis que les ions nitrate s'accumulent en surface. Cette étape n'est donc pas inerte comme on le suppose lors de simulations.

#### CONCLUSION

L'élaboration d'une politique de gestion d'un SBR destiné au traitement du carbone, de l'azote et du phosphore contenus dans une eau usée urbaine a fait l'objet d'une démarche méthodologique utilisant des données bibliographiques pour initialiser un simulateur de fonctionnement (Benchmark). Ce Benchmark est constitué de l'association d'un modèle de simulation du métabolisme du carbone et de l'azote de bactéries autotrophes et hétérotrophes à partir d'une eau usée (ASM n°1) et d'un modèle de décantation (modèle de TAKACS et coll., 1991).

Les résultats de la simulation ont été validés et exploités au niveau expérimental en laboratoire et extrapolés sur un pilote semi-industriel installé à la station d'épuration de Limoges. Il ressort de l'étude présentée dans ce chapitre les conclusions ci-après.

L'étude bibliographique, exhaustive, a amené à la définition d'un cycle de fonctionnement, résultant d'un consensus entre les différents auteurs. Ce cycle est défini par un remplissage anoxique, deux phases de réaction anoxique puis aérobie, une phase de décantation suivie par la purge de l'effluent traité, d'un soutirage des boues et d'une phase de repos. Les temps des différentes étapes (anoxie 1, aérobie1, anoxie2 aérobie2, décantation/vidange/repos) sont respectivement de (1,5h; 0,5h; 4,5h; 3,25h; 0,25h; 2,5h et 1,5h; 0,5h; 8h; 11,75h; 0,25h; 2,5h) reparti sur un cycle court (12 heures) ou un cycle long (24 heures).

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

La modélisation a nécessité la discrimination de plusieurs types de variables d'entrée afin d'initialiser le Benchmark. Une base de données contenant des valeurs de composition d'eau usée sur différentes installations dans le monde, différenciées selon les indications du modèle ASM1 a permis de tester l'opportunité de l'utilisation du Benchmark pour la validation des scénarii de gestion du SBR déterminés, par temps de pluie et par temps sec. Les résultats obtenus montrent que le protocole permet de traiter effectivement carbone, azote et phosphore d'une eau usée mais dans des conditions non-optimales et que les cycles de 12 heures sont parfois insuffisants au traitement complet de l'azote. La volonté d'asseoir les résultats de simulation sur des données fiables a nécessité l'estimation des variables définies pour ASM1 spécifiques à l'eau de Limoges. Pour cela, une méthode d'identification, inspirée des travaux de STRICKER (2000), a été choisie. Les valeurs obtenues montrent qu'effectivement l'eau usée de la ville de Limoges, comme chacune des eaux usées, a des spécificités qui peuvent avoir des répercussions sur la modélisation. On constate par exemple une forte teneur en azote global. Les simulations effectuées à partir de ces nouvelles données, par temps sec ou par temps de pluie valident les cycles courts et longs. Cette étude montre également l'intérêt de l'utilisation de la simulation pour définir les politiques de fonctionnement.

Le gain de temps réalisé par l'utilisation du Benchmark est indiscutable par rapport à l'expérimentation de tous les scénarii testés. Cependant certaines limites persistent quant à l'utilisation de ce programme : tout d'abord, l'utilisation du modèle ASM1 ne nous permet pas d'optimiser le traitement du phosphore, il faudra donc envisager l'utilisation d'un modèle permettant d'appréhender l'évolution de ce paramètre (ASM2). Nous nous sommes placés dans des conditions d'utilisation extrêmement simples c'est à dire en identifiant uniquement les variables de l'eau d'entrée les autres paramètres étant ceux du modèle de HENZE et coll. (1986). Une étude plus fine consisterait en l'identification notamment des paramètres cinétiques et stœchiométriques, ou encore en l'identification en ligne des variables par des méthodes respirométriques par exemple. Le programme de fonctionnement ne nous permet pas de simuler simplement des perturbations climatiques ou la présence de produits toxiques.

L'étude expérimentale à l'échelle du laboratoire confirme les simulations et la validité du cycle court de traitement. Les performances épuratoires du procédé en matière de carbone, d'azote, et de matière en suspension sont conformes aux exigences de la législation française. Le suivi d'un cycle et le calcul des vitesses de traitement montrent cependant que le fonctionnement n'est pas totalement optimal : les processus de nitrification, dénitrification et déphosphatation sont incomplets, notamment du fait de leurs faibles vitesses.

Les modifications des conditions d'aération par rapport à l'échelle du laboratoire et le test de différents âges des boues nous ont permis de réaliser une nitrification complète et d'optimiser l'âge des boues. La phase d'élimination de l'azote est effectuée par un processus de dénitrification endogène, à vitesse lente, puisque tout le carbone facilement biodégradable est consommé lors de la phase de réaction aérobie. L'âge des boues, paramètre primordial pour le contrôle de la nitrification, le traitement du phosphore et la production de boue doit être compris entre 20 et 40 jours.

L'adéquation simulation expérimentation a été montrée, validant l'utilisation de la modélisation pour la prédiction du fonctionnement à l'échelle du laboratoire et à l'échelle semi-industrielle, aussi bien pour des prédictions de longue durée que la simulation d'un cycle de fonctionnement.

Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement dans un SBR en vue du traitement du carbone et de l'azote. Etude de la déphosphatation biologique.

Cependant, dans certains cas, le premier cycle simulé est plus représentatif de la réalité que le dixième. L'explication est soit d'origine purement mathématique soit lié au fait que nous exploitons un système discontinu perturbé comme un système continu. Ce problème devra être élucidé pour une utilisation plus poussée du modèle mathématique.

Dans le procédé SBR, les bonnes performances sont assurées à la fois par une bonne gestion de la phase de réaction et par une bonne gestion de l'étape de décantation. La validation du mode de fonctionnement a donc aussi impliqué la vérification des bonnes propriétés de décantation et la validation du modèle de TAKACS et coll. (1991). A l'échelle du laboratoire comme à l'échelle semi-industrielle, le mode de fonctionnement a permis d'assurer de bonnes propriétés de décantation.

Malgré tout, le modèle ne prend pas en compte la possibilité de réaction pendant la phase de décantation bien qu'elle existe. Ce phénomène peut se révéler décisif quant à la prédiction de la qualité de l'eau de sortie.

Enfin, une étude approfondie des cycles de fonctionnement montre que certains points restent à améliorer : la dénitrification reste incomplète et l'élimination du phosphore est parfois insuffisante. L'amélioration des performances du système par rapport à ces deux points précis fera l'objet du chapitre IV.

Enfin, la superposition, au cours des suivis horaires d'un cycle de fonctionnement, des évolutions des concentrations des différentes espèces en présence dans le milieu d'un part et des profils d'évolution des capteurs de pH, oxygène dissous et potentiel rédox d'autre part montre qu'il existe des points caractéristiques associés aux réactions biologiques. Ce dernier point sera approfondi au chapitre V.

# CHAPITRE IV : METHODOLOGIE D'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE A L'AIDE DU BENCHMARK, ETUDE EXPERIMENTALE DE LA DEPHOSPHATATION

## IV METHODOLOGIE D'AMELIORATION DE L'ELIMINATION DE L'AZOTE A L'AIDE DU BENCHMARK, ETUDE EXPERIMENTALE DE LA DEPHOSPHATATION

#### **INTRODUCTION**

Le cycle de fonctionnement court, défini au cours du chapitre III, bien que donnant satisfaction par rapport au respect des normes de rejet et des propriétés de décantation, peut être amélioré à plusieurs niveaux. Le traitement de l'azote et plus particulièrement la dénitrification restent incomplets et le traitement du phosphore n'est pas optimal. Du fait des différentes configurations de réseau et de la présence possible d'eaux d'origine industrielle, les eaux usées urbaines, comme celles traitées par la station d'épuration de Limoges, présentent de nombreuses variations de charge au cours de la journée, de la semaine, du mois. La simultanéité d'une surcharge massique et d'un traitement incomplet de l'azote et du phosphore au sein du SBR peuvent entraîner un non respect de la norme de rejet dans le milieu récepteur.

Afin d'éviter ce genre de dysfonctionnements et contrôler l'élimination de l'azote et du phosphore en plus de celle du carbone et des MES, différentes stratégies de conduite du SBR seront précisées au cours de ce chapitre.

Dans un premier temps, l'utilisation du modèle ASM1 et l'identification des variables de l'eau d'entrée de la station d'épuration de Limoges doit permettre de tester différents scénarii d'amélioration de la dénitrification dans un procédé SBR, amélioration définie par le double objectif : respect de la norme et amélioration de la dénitrification. Dans un deuxième temps, la nouvelle stratégie est appliquée à l'échelle du laboratoire et le modèle ASM1 validé pour un cycle de fonctionnement (figure IV-1)

*Chapitre IV : Méthodologie d'amélioration de l'élimination de l'azote à l'aide du Benchmark, étude expérimentale de la déphosphatation.* 



Figure IV-1 : Méthodologie d'utilisation du Benchmark pour l'amélioration de l'élimination de l'azote

A l'issue de cette étude, la stratégie d'amélioration du traitement de l'azote la plus intéressante est validée à l'échelle semi-industrielle. L'étude plébiscite un cycle de fonctionnement long pour le traitement pérenne des polluants.

L'optimisation de la déphosphatation en laboratoire, présentée au chapitre 2, permet de définir les limitations à l'élimination du phosphore et de proposer des solutions économiquement viables et simples à mettre en œuvre.

### 1. Amélioration du traitement de l'azote

#### 1.1. <u>Source de dysfonctionnement : variabilité de l'eau d'entrée</u>

L'eau usée de la station de Limoges est soumise aux variations climatiques (réseau partiellement unitaire collectant des eaux pluviales) et à l'apport ponctuel d'eaux usées industrielles, périodiquement, au cours de la journée et de la semaine. Au cours du fonctionnement du pilote, l'eau est toujours prélevée aux mêmes heures de la journée (9 h et 21 h). Les résultats des figures IV-2 et IV-3 représentent la moyenne des analyses obtenue sur le mois, par jour de la semaine pour les prélèvements du matin et les prélèvements du soir.

Ces deux horaires présentent de grandes différences en terme de qualité de l'eau d'entrée : les eaux du matin sont très chargées notamment à cause d'une activité humaine et industrielle importante (on notera particulièrement la présence des rejets de l'abattoir), les eaux du soir correspondent à une heure creuse et sont donc peu chargées. Les variations de DCO évoluent de 200 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> au minimum le dimanche jusqu' à plus de 700 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> en semaine. De mêmes les variations de concentrations en azote global entre le week-end ou les nuits et les jours de semaine vont du simple au double de 35-40 mgN.L<sup>-1</sup> à plus de 70 mgN.L<sup>-1</sup>

L'azote global de l'eau d'entrée est composé à 99% d'azote Kjeldhal qui se répartit en azote ammoniacal (30%) et en azote organique (70%).

Dans ces conditions il devient difficile de programmer une gestion des temporisations constante, telle que celle que nous avons établie, susceptible de traiter de manière optimale des charges polluantes variant du simple au triple.

*Chapitre IV : Méthodologie d'amélioration de l'élimination de l'azote à l'aide du Benchmark, étude expérimentale de la déphosphatation.* 





Figure IV-2 : Variabilité hebdomadaire de la DCO globale dans l'eau d'entrée de la station de Limoges

Figure IV-3 : Variabilité de la teneur en azote global dans l'eau d'entrée de la station de Limoges

Les résultats des figures IV-2 et IV-3 sont en accord avec les données de la littérature montrant que la composition d'une eau usée au cours d'une même journée ou d'un jour de la semaine à un autre n'est pas constante. KRISTENSEN et coll. (1992), ont constaté une variabilité de + ou - 30 % autour de la DCO rapidement biodégradable de l'échantillon moyen journalier. MELCER et coll. (1999) montrent que la même variable pouvait varier de 12 à 54 % d'un jour à l'autre et ce à cause de l'arrivée d'une eau usée industrielle.

Des mesures de la charge d'entrée sont réalisées au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle en cycle court. La temporisation des cycles est telle que les deux alimentations se font à 9 heures le matin et à 21 heures le soir. A ces variations quotidiennes s'ajoutent les variations climatiques. Au final, le suivi de la charge massique de l'eau d'entrée présente une allure bruitée très marquée.

Les figures IV-4 à IV-6 permettent d'étudier l'impact des variations de charge sur la qualité de l'épuration des cycles de 12 heures. Les concentrations en DCO, azote global (NGL) et phosphore total en sortie sont comparées à l'évolution de la charge massique au cours du suivi pendant 76 jours. Les traits pleins horizontaux indiquent la norme requise en sortie.



Figure IV-4: Evolution de la charge massique Cm (×) et de la concentration en DCO totale (▲) après traitement, au cours du fonctionnement en cycles de 12 h à l'échelle semi-industrielle



Figure IV-5 : Evolution de la charge massique Cm ( $\times$ ), de la concentration en azote global (NGL) ( $\Box$ ) après traitement et de la norme en sortie au cours du fonctionnement en cycles de 12 h à l'échelle semi-industrielle



Figure IV-6 : Evolution de la charge massique Cm ( $\times$ ), de la concentration en phosphore total ( $\diamondsuit$ ) après traitement et de la norme en sortie au cours du fonctionnement en cycles de 12h à l'échelle semi-industrielle

L'évolution comparée des concentrations de sortie en DCO, azote global (NGL) et phosphore total et de la charge massique à l'entrée du réacteur montre que : 1) l'évolution des concentrations de sortie est dépendante de la valeur de la charge d'entrée 2) on retrouve cet effet pour le carbone, l'azote et le phosphore 3) les variations de charge importantes n'induisent pas de dépassement de la norme pour le carbone. Des charges importantes provoquent un dépassement de la norme en sortie parfois pour l'azote et souvent pour le phosphore. La diminution de l'efficacité du procédé SBR en liaison avec une variation de charge est un phénomène connu mentionné par de nombreux auteurs (MELCER et coll., 1987; LAUGHLIN et coll., 1999). D'autre part, la comparaison des profils d'évolution en fonction des âges des boues appliqués montre que l'effet des variations de charge sur les concentrations de sortie est d'autant plus marqué que l'âge de boue est faible.

#### 1.2. <u>Les solutions d'amélioration de l'élimination de l'azote</u>

Les procédés de dénitrification de l'azote contenu dans les eaux usées urbaines proposent généralement de favoriser la dénitrification exogène par l'utilisation du carbone issu de l'effluent d'entrée. Les systèmes traditionnels consistent en la succession d'un bassin anoxique en tête de traitement, suivi d'un bassin aéré, couplé à un recyclage important de la liqueur mixte (de l'ordre de 400% (V/V)) du bassin aéré vers le bassin anoxique. Un deuxième type de procédé consiste en un syncopage de l'aération afin de conserver du carbone disponible pour la dénitrification : il s'agit alors d'alterner des périodes d'aération et de non aération au sein du même bassin afin de stimuler des phases de nitrification aérobie et de dénitrification anoxique (PLISSON-SAUNE et coll., 1996; CHEN et coll., 2001).

Les procédés séquentiels type SBR offrent une alternative viable au couplage du traitement du carbone avec l'élimination de l'azote : la nitrification et la dénitrification peuvent être conduites dans une même cuve, simultanément au traitement du carbone selon deux étapes séparées dans le temps et correspondant à des périodes d'aération ou d'arrêt de l'aération (KELLER et coll., 1997). Plusieurs stratégies de conduite du SBR sont possibles selon que le cahier des charges impose le traitement du carbone et l'élimination plus ou moins rapide de l'azote, voire du phosphore. Cependant le principe même du fonctionnement en SBR impose une phase de traitement du carbone et de nitrification de l'azote ammoniacal préalablement à l'étape de dénitrification. Il en résulte un manque crucial de carbone pour favoriser une dénitrification exogène rapide. Les utilisateurs du SBR contournent ce problème par différentes stratégies : 1) en gérant l'apport de la source de carbone par des remplissages multiples (YALMAZ et coll., 2001), 2) par des phases de remplissage judicieusement choisies pendant les phases de décantation et de vidange (KELLER et coll., 2001), 3) par l'ajout de carbone exogène (sous forme de méthanol) lorsque l'effluent est très chargé en azote (LOUKIDOU et ZOUBOULI., 2001) ou d'acétate (KIM et coll., 2001), 4) par la gestion de la disponibilité du carbone via l'optimisation de l'apport d'oxygène en alternant des phases aérobies et anoxiques (RODRIGUES et coll., 2001).

Trois stratégies d'amélioration sont proposées au cours de cette étude et validées à l'échelle du laboratoire : il s'agit de l'allongement de la phase d'anoxie, du rajout de carbone exogène au moment de la dénitrification, et du syncopage de l'aération.

Le Benchmark a de nouveau été utilisé pour cette comparaison. Les simulations en mode prédictif sont réalisées sur 10 jours en prenant toujours pour chaque cycle la même eau d'entrée et les mêmes boues. La concentration de sortie au moment de la vidange est représentée par un trait plein et la norme exigée par un trait pointillé. On considère une séparation liquide solide telle que l'on ne retrouve dans l'eau de sortie que les formes solubles.

Pour chacune des simulations décrites au cours de ce paragraphe, les conditions initiales sont celles décrites figure IV-7.



Figure IV-7: Initialisation des simulations pour l'amélioration de l'élimination de l'azote à l'échelle du laboratoire

#### 1.2.1. Allongement de la phase d'anoxie

#### 1.2.1.1. <u>Utilisation du modèle en mode prédictif</u>

Comme dans le cas du dimensionnement du cycle de départ, le modèle ASM1 est utilisé pour prédire le comportement du SBR. A partir de la temporisation du cycle court définie au cours du chapitre précédent, un nouveau cycle de 24 heures est proposé (défini dans le tableau IV-1), les 12 heures supplémentaires étant allouées à l'allongement de la phase d'anoxie.

Tableau	IV-1:	Temporisation	en	heure	du	cycle	de	fonctionnement	proposé	pour	améliorer	la
dénitrific	ation, c	as de l'allongem	ent	de la ph	ase	d'anox	ie					

Durée totale du cycle	R Anoxique	Anoxie 1	Aérobie 1	Anoxie 2	Aérobie 2	D	V	R'
24	1	0,5	4,5	15,25	0,25	1	1	0,5

R : le remplissage, R' : le repos, D : Décantation, V : Vidange

Les résultats des simulations représentés sur les figures IV-8 et IV-9, montrent que par temps sec et par temps de pluie, les concentrations de sortie en azote soluble sont très faibles, largement inférieures à la norme.



Figure IV-8 : Résultats de la simulation correspondant à l'allongement de la phase d'anoxie, répartition temps sec moyen eau de Limoges

Figure IV-9 : Résultats de la simulation correspondant à l'Allongement de la phase d'anoxie, répartition temps pluie moyen eau de Limoges.

8

9

10

Les concentrations de sortie et les taux d'abattement obtenus par rapport à la DCO et à l'azote global sont comparés à la norme et aux taux d'abattement précédemment obtenus avec le cycle de 12 heures (cycle court) à l'échelle du laboratoire. Les résultats renvoyés tableau IV-2 montrent que, théoriquement, on améliore considérablement les taux d'abattement et la concentration de sortie en azote. L'allongement de la phase d'anoxie devrait nous permettre de passer d'un taux d'abattement de 82-85% à un taux d'abattement de 90%, et d'une concentration de sortie de 11 mgN.L<sup>-1</sup> à une concentration de l'ordre de 4 mgN.L<sup>-1</sup>.

	Abatteme (%	ent moyen %)	Concentration m (mg	oyenne de sortie .L <sup>-1</sup> )
	DCOm	NGL <sub>m</sub>	DCOm	NGL <sub>m</sub>
Simulation temps	93	90	$40,6 \pm 4,7$	$4,2 \pm 0,2$
sec				
Simulation temps	95	91	$34 \pm 6$	$3,4 \pm 0,2$
pluie				
Cycles de 12 h	$92 \pm 6$	$85\pm8$	$54 \pm 37$	$11 \pm 6$
échelle laboratoire				
Cycles de 12 h	94 ± 3	$82 \pm 7$	$26\pm 8$	$11 \pm 5$
échelle semi-				
industrielle (âge des				
boues : 28j)				
Norme	75	70-80	125	10-15

Tableau IV-2 : Taux d'abattement moyens et concentrations moyennes de sortie obtenus après simulation de l'allongement de la phase d'anoxie, comparaison à la norme, et aux cycles de 12 heures à l'échelle du laboratoire et à l'échelle semi-industrielle

#### 1.2.1.2. Validation expérimentale

#### • Suivi horaire d'un cycle

Le cycle de fonctionnement définit précédemment est testé à l'échelle du laboratoire et les évolutions des concentrations des différentes espèces sont mesurées au cours d'un cycle de fonctionnement (figures IV-10 et IV-11). Les traits verticaux représentent les différentes phases et le trait en pointillé représente la borne de fin de la phase anoxie 2 pour le cycle court. La figure IV-11 montre que l'allongement de la phase d'anoxie permet effectivement d'éliminer complètement les ions nitrate. Cette stratégie n'a aucune incidence sur les autres espèces, les concentrations des ions orthophosphate, ammonium et de la DCO n'évoluent pas de manière significative au cours de la phase anoxie 2 (figures IV-10 et IV-11).



Figure IV-10 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate (×) et de la DCO soluble (▲), amélioration de la dénitrification par allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire



Figure IV-11 : Evolution de la concentration en ions nitrate et ions nitrite (NOx) (■), de la concentration en ions ammonium (O), amélioration de la dénitrification par allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire

L'analyse de la figure IV-11 montre que la phase d'anoxie 2, d'une durée de 12 heures, est beaucoup trop longue, 3 heures ayant suffi à l'élimination des ions nitrate produits. Cependant, le temps de dégradation est difficile à prévoir si l'on ne dispose pas de capteurs indiquant la disparition complète de l'azote. Nous aborderons ce sujet au chapitre V.

#### • Performances épuratoires de la méthode:

La stratégie mise en place permet d'améliorer le taux d'abattement de 85 à 92%, la valeur de la concentration de sortie diminuant de 11 à 0,33 mgN.L<sup>-1</sup> (tableau IV-3). Les vitesses d'élimination des différents éléments sont inchangées par rapport au cycle court. Les taux d'abattement observés sont en accord avec ceux prédits par le modèle et la concentration de sortie est inférieure à ce que l'on pouvait attendre.

Tableau IV-3 : Performances	épuratoires	de la	méthode	d'allongement	de la	ı phase	d'anoxie	mise	en
oeuvre à l'échelle du laboratoir	·e								

	Abattement NGL (%)	NGL sortie (mgN.L <sup>-1</sup> )	Vitesse de nitrification (mgN-NH4 <sup>+</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Vitesse de dénitrification (mgN-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )
Allongement de la phase d'anoxie	92	0,33	0,8 (15°C)	0,8 (15°C)
Cycle de 12 h échelle du laboratoire	85	11	0,8 (15°C)	0,8 (15°C)

#### 1.2.1.3. Validation du modèle ASM1

Les variables caractérisant les boues à t0 ont été calculées à partir d'une concentration en MES de 5 g  $.L^{-1}$ , et d'une concentration en MVS de 3,5 g $.L^{-1}$ . Les valeurs des variables sont reportées dans le tableau IV-4 ci-après.

Tableau IV-4 : Variables du modèle ASM1 pour les boues à t0 dans le cas de l'allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire

S <sub>Ii</sub>	S <sub>Si</sub>	X <sub>Ii</sub>	X <sub>Si</sub>	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alk i</sub>
60	0	2142	0	4750	250	1040	0	0	0	1	5	7

Les variables du modèle ASM1 caractérisant l'eau d'entrée sont calculées à partir des deux répartitions climatiques les plus proches de l'expérience : la répartition moyenne par temps de pluie et la répartition du 02/04/0. Les valeurs de départ pour la DCO globale et l'azote global sont respectivement égales à : **686 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>** et **50 mgN.L<sup>-1</sup>** (tableau IV-5).

Tableau IV-5 : Répartition de l'eau d'entrée en variables du modèle ASM1 : temps pluie moyen et temps du 02/04/2001 dans le cas de l' allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire

	S <sub>I0</sub>	$\mathbf{S}_{\mathbf{S0}}$	X <sub>10</sub>	$X_{S0}$	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps pluie moyen	26,4	221	116	297	26	13	14,5	10,5
02/04/2001	32	181	165	280	26	16	4	14 5

#### **Résultats des simulations**

Les figures IV-12 et IV-14 représentent la comparaison entre les évolutions expérimentales des concentrations en DCO soluble, en ions ammonium et en ions nitrate et les différentes simulations en fonction du temps.

Globalement on peut dire que le modèle représente correctement la dégradation de la DCO soluble au cours de l'expérience réalisée. La superposition du modèle et de l'expérience montre que la répartition du 02/04/2001 est plus proche des conditions de l'expérience que la répartition moyenne en temps de pluie.

La figure IV-13 montre que la meilleure adéquation entre théorie et modèle pour les ions ammonium se produit lorsque l'on utilise pour l'eau d'entrée la répartition moyenne du02/04/2001. En ce qui concerne les ions nitrate, la figure IV-14 montre que l'utilisation de la répartition moyenne par temps de pluie permet de représenter correctement le phénomène.

Les résultats des simulations nous permettent de conclure que l'utilisation de la répartition moyenne par temps de pluie utilisée dans l'étude prédictive permet de reproduire correctement les phénomènes expérimentaux. Le modèle ASM1 est donc validé pour ce mode de fonctionnement.

La stratégie ainsi définie permet à moindre coût de dénitrifier totalement l'effluent. Cependant elle conduit à une diminution de la productivité globale du système. Cette conduite n'est intéressante que si elle ne nuit pas à l'efficacité des autres taux d'abattement (carbone, MES, phosphore) ou à la décantation des boues. Elle peut cependant être appliquée lors de fonctionnement du SBR à faible charge (dans le cas de la station d'épuration de Limoges en fin de semaine voir figures IV-2 et IV-3). Le temps nécessaire pour le traitement des ions nitrate peut être contrôlé par l'évolution du potentiel redox (KATSOGIANNIS et coll., 1999 et chapitre V).



Figure IV-12 : Comparaison modèle / expérience, évolution de la concentration en DCO soluble, amélioration de la dénitrification par allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire



Figure IV-13 : Comparaison modèle / l'expérience, évolution de la concentration en ions ammonium, amélioration de la dénitrification par allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire



Figure IV-14 : Comparaison modèle / l'expérience, évolution de la concentration en ions nitrite et nitrate, amélioration de la dénitrification par allongement de la phase d'anoxie, à l'échelle du laboratoire

#### 1.2.2. <u>Ajout de carbone exogène</u>

Afin de pallier le déficit de substrat carboné constaté lors de l'expérience précédente, une source de carbone assimilable est ajoutée au début de la deuxième phase d'anoxie, dans un premier temps sous forme d'acétate. La dénitrification est alors décrite par l'équation IV-1.

 $CH_3COOH+1,14HNO_3 \rightarrow 0,1C_5H_7NO_2+1,5CO_2+1,08H_2O+0,52N_2+1,14H_2O$  Équation IV-1

Si l'on considère une concentration en ions nitrate de 45 mg.L<sup>-1</sup> à la fin de la phase de nitrification, la quantité d'acétate à rajouter dans les deux litres du volume réactionnel est voisine de 100 mg. Afin d'éliminer complètement les ions nitrates une quantité de 300 mg de DCO est rajoutée.

La temporisation du cycle de fonctionnement est reportée dans le tableau IV-6 (cycle court).

Tableau	IV-6:	Temporisation	en	heures	du	cycle	de	fonctionnement	proposé	pour	améliorer	la
dénitrific	cation pa	ar l'ajout de car	bon	ie exogèi	ıe							

Durée totale du cycle	R Anoxique	Anoxie 1	Aérobie 1	Anoxie 2 R"	Aérobie 2	D	V	R'
12	1	0,5	4,5	3,25	0,25	1	1	0,5

R : Remplissage 1,  $R^{\prime}$  : Repos ,  $R^{\prime\prime}$  : remplissage 2, ajout d'acétate, D : Décantation, V : Vidange

#### 1.2.2.1. <u>Utilisation du modèle en mode prédictif</u>

Cette stratégie implique que l'on remplisse deux fois le réacteur. La première eau d'alimentation est constituée d'eau usée de la station d'épuration de Limoges et le raisonnement des calculs de répartition sera identique au cas précédent.

- <u>Alimentation 1</u>: Le pourcentage de chacune des formes azotées et carbonées des variables du modèle ASM1 est celui qui a été identifié pour l'eau de la station de Limoges (voir chapitre précédent). Deux types de conditions climatiques sont envisagées : temps de pluie moyen et temps sec moyen (tableaux III-8 et III-10). A partir des valeurs moyennes globales de DCO et d'azote dans l'eau d'entrée de la station de Limoges par temps de pluie et par temps sec (tableau III-11), nous avons appliqué les répartitions mesurées. Les valeurs utilisées sont celles du tableau III-12. Le volume d'eau rajouté est de 850 mL au lieu de 900 mL .
- <u>Alimentation 2</u> : Le seul apport réalisé est de l'acétate de sodium ce qui en terme de répartition correspond à la fraction Ss (8000 mg O<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>).

Les résultats des simulations, représentés sur les figures IV-15 et IV-16 montrent que par temps sec et par temps de pluie, les concentrations de sortie en azote soluble simulées sont très faibles (inférieures à 2 mgN.L<sup>-1</sup>).



Figure IV-15 : Résultats de la simulation correspondant à l'ajout de carbone exogène, répartition moyenne par temps sec, eau de Limoges



Figure IV-16 : Résultats de la simulation correspondant à l'ajout de carbone exogène, répartition moyenne par temps de pluie, eau de Limoges

Les concentrations de sortie et les taux d'abattement obtenus sont comparés à la norme et aux taux d'abattement précédemment obtenus avec le cycle court (tableau IV-7). Les résultats montrent qu'il est possible en théorie d'améliorer considérablement les taux d'abattement et la concentration de sortie en azote. Le taux d'abattement théorique obtenu avec cette méthode est de 98% contre 82-85% pour le mode de fonctionnement en cycles de 12 heures, et la concentration de sortie simulée est de l'ordre de 1 mgN.L<sup>-1</sup> contre 11 mgN.L<sup>-1</sup> pour le cycle court.

Tableau IV-7 : Taux d'abattement moyens et concentrations moyennes de sortie obtenus après simulation de l'allongement de la phase d'anoxie, comparaison à la norme et aux cycles de 12 heures à l'échelle du laboratoire et à l'échelle semi-industrielle

	Abatteme (9	ent moyen %)	Concentration m (mg	oyenne de sortie .L <sup>-1</sup> )
	DCOm	NGL <sub>m</sub>	DCOm	NGL <sub>m</sub>
Simulation temps sec	96	98	$35,6 \pm 4$	1,1
Simulation temps pluie	97	98	28,7±5	0,9
Cycles de 12 heures échelle laboratoire	92 ± 6	85 ± 8	54 ± 37	11±6
Cycles de 12 h échelle semi- industrielle (âge des boues : 28j)	94 ± 3	82 ± 7	26 ± 8	11 ± 5
Norme	75	70-80	125	10-15

#### 1.2.2.2. Validation expérimentale

#### Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement

Le suivi des concentrations des différentes espèces au cours d'un cycle permet d'évaluer l'efficacité de la méthode simulée (figures IV-17 et IV-18).

L'ajout d'acétate au début de la deuxième phase d'anoxie permet d'accélérer considérablement l'élimination des ions nitrate, ces derniers disparaissant en moins de 2 heures (figure IV-17). D'autre part, le carbone ajouté est rapidement consommé et l'on revient au seuil de base d'avant l'ajout (figure IV-18). Cet ajout ne perturbe donc pas l'élimination du carbone.



Figure IV-17 :Evolution de la concentration en ions nitrate et nitrite (■), ions ammonium (O) au cours d'un cycle de fonctionnement de 12 h avec ajout d'acétate à l'échelle du laboratoire



Figure IV-18 : Evolution de la concentration en DCO soluble, (▲) et en ions orthophosphate (×) au cours d'un cycle de fonctionnement de 12 h avec ajout d'acétate à l'échelle du laboratoire

La disparition des ions nitrate dans un temps inférieur à celui de la durée de la phase (2 heures au lieu de 3 heures) induit des conditions anaérobies propices au relargage du phosphore.

Le relargage de phosphore à ce moment du cycle peut être préjudiciable à la qualité de l'eau de sortie. En réalité, on ne le retrouve pas dans le rejet car au cours de la décantation les ions orthophosphate s'accumulent dans les boues (chapitre III). Le phosphore réapparaîtra au début du cycle suivant au cours duquel ils sera finalement traité. Ce désagrément est donc compensé par la spécificité du procédé SBR.

#### • Performances épuratoires de la méthode

La mesure des taux d'abattement, des concentrations de sortie et des vitesses spécifiques permet d'évaluer les performances du système par rapport à l'amélioration de l'élimination de l'azote (tableau IV-8). La vitesse de dénitrification obtenue avec ajout d'acétate est 2,5 fois plus grande que celle obtenue précédemment (2 mgN-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.mgMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> contre 0,8 mgN-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.mgMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) et voisine des valeurs de vitesses de dénitrification exogène usuellement rencontrées en station d'épuration (2,7mgN-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> à 20°C, METCALF et EDDY, 1991). Certains auteurs mesurent des vitesses plus importantes (CHOI et coll.,1997; RIM et coll., 1997; BANAS et coll., 1999; CARUCCI et coll., 1996); tandis que d'autres mesurent des vitesses plus faibles (OLESZKIEWICZ et BERQUIST, 1988). Cependant on ne peut faire une véritable comparaison car les températures de mesure de ces vitesses sont différentes.

-	Abattement NGL (%)	NGL sortie (mgN.L <sup>-1</sup> )	Vitesse de nitrification (mgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Vitesse de dénitrification (mgN-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )
Ajout de carbone exogène (acétate)	99	0,5	0,8 (15°C)	2 (15°C)
Cycle de 12 h échelle du laboratoire	85	11	0,8 (15°C)	0,8 (15°C)

Tableau IV-8 : Performances épuratoires de la méthode : cycle de 12h avec ajout de carbone exogène à l'échelle du laboratoire

Le taux d'abattement (99%) obtenu est en accord avec les prédictions du modèle. La valeur moyenne de la concentration de sortie (0,5 mgN.L<sup>-1</sup>) est légèrement inférieure. L'ajout de carbone exogène rapidement biodégradable permet d'améliorer de 16,5% l'élimination de l'azote global et de réduire de manière importante la quantité d'azote en sortie (de 11 à 0,5 mgN.L<sup>-1</sup>). Enfin cet ajout permet de réduire la durée de la phase anoxique et d'augmenter la productivité du système. Cette stratégie est souvent appliquée dans le cas d'effluents fortement chargés en azote comme les lixiviats de décharge (YALMAZ et OZTURK, 2001, DOYLE et coll., 2001), les eaux usées d'abattoir (POCHANA et KELLER, 1999) ; les effluents de raffinerie (HUDSON et coll., 2001), mais rarement dans le cas d'eaux usées urbaines. Cette stratégie est à manipuler avec précaution car dans certains cas on peut observer une détérioration des propriétés de décantation (DOYLE et coll., 2001).

#### 1.2.2.3. Validation du modèle ASM1 :

Les variables caractérisant les boues à t0 sont identiques à la méthode précédente (tableau IV-4).

Pour les variables caractérisant l'eau d'entrée, deux alimentations sont définies.

<u>Alimentation 1</u>: Les variables du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée sont calculées à partir de la répartition moyenne par temps de pluie. Les valeurs de départ pour la DCO globale et l'azote global sont respectivement égales à : 561 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> et 45 mgN.L<sup>-1</sup>. La répartition correspondante est consignée dans le tableau (IV-9).

Tableau IV-9 : Alimentation 1, Répartition de l'eau d'entrée en variables du modèle ASM1,(temps de pluie moyen), cycle de 12 heures avec ajout de carbone, à l'échelle du laboratoire

	<b>S</b> <sub>10</sub>	$S_{S0}$	X <sub>10</sub>	$X_{S0}$	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps								
pluie	21,4	179	93,6	241	26	11,8	13	9,7
moyen								

## • <u>Alimentation 2</u>: La seule variable de l'alimentation 2 est Ss , elle est égale à 8000 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>, comme défini précédemment.

Cependant une étude de sensibilité montre que l'on peut affiner les profils en modifiant le taux de croissance et le rendement de la biomasse hétérotrophe. Deux séries de manipulations seront réalisées (figure IV-19):



Figure IV-19 : Simulations réalisées pour modéliser au mieux l'amélioration de la dénitrification par l'ajout de carbone exogène au cours d'un cycle de 12h à l'échelle du laboratoire

#### Résultats des simulations

La comparaison modèle expérience pour un cycle est représentée sur les figures IV-20 à IV-22. La figure IV-20 montre qu'en ajustant les paramètres cinétiques de la biomasse hétérotrophe, le profil du modèle est fortement amélioré par rapport à l'expérience pour la DCO soluble. Rappelons que les paramètres cinétiques sont ceux issus directement du Benchmark.

La modification des paramètres cinétiques de la biomasse hétérotrophe influence fortement les profils d'évolution des formes azotées, mais le modèle décrit mieux l'expérience lorsque les paramètres cinétiques ne sont pas changés (figures IV-21 et IV-22).



Figure IV-20 : Comparaison modèle ASM1 / expérience, évolution de la concentration en DCO soluble, au cours d'un cycle de 12 h avec ajout de carbone exogène sous forme d'acétate, à l'échelle du laboratoire



Figure IV-21 : Comparaison modèle ASM1 / expérience, évolution de la concentration en ions ammonium, au cours d'un cycle de 12 h avec ajout de carbone exogène sous forme d'acétate, à l'échelle du laboratoire



Figure IV-22 : Comparaison modèle ASM1 / expérience, évolution de la concentration en ions nitrites et ions nitrate, au cours d'un cycle de 12 h avec ajout de carbone exogène sous forme d'acétate, à l' échelle du laboratoire

#### 1.2.3. <u>Gestion de l'aération</u>

#### • Suivi horaire d'un cycle de fonctionnement

Afin de conserver une concentration résiduelle de carbone utilisable comme source de carbone exogène pour la dénitrification, on procède à une aération syncopée (figures IV-23 et IV-24). La fréquence de l'alternance des phases anoxiques et aérobies est passée de 2 à 5 par cycle.

La temporisation du cycle mise en place est reportée dans le tableau IV-10.

Tableau IV-10 : Temporisation en heure du cycle de 12 h proposé pour l'amélioration de la dénitrification par la gestion de l'aération, testé à l'échelle du laboratoire

Anoxie 1 (dont remplissage)	Motif Aérobie 1/Anoxie 2 répété 5 fois au cours du cycle de 12h	Décantation Vidange Repos
1,5 (1)	0,5/1	2

Le motif aérobie (4,5 heures) anoxie (3,25 heures) du cycle court est remplacé par le motif aérobie (0,5 heures) anoxie (1heures) répété 5 fois.

Comme pour les stratégies précédentes, une étude des cinétiques biologiques d'élimination des différents éléments est réalisée.

La figure IV-23 montre que la nitrification est incomplète et une forte présence d'azote ammoniacal est mesurée dans l'eau de sortie. La DCO soluble est consommée dès la première phase aérobie ce qui limite l'intérêt de cette méthode dont l'objectif était de maintenir du carbone disponible pour la dénitrification (figure IV-24). Par contre on observe que les ions nitrate sont éliminés au fur et à mesure de leur formation. L'élimination du phosphore n'est pas perturbée par le mode de fonctionnement mis en place. On observe un processus identique à celui observé lorsque l'on a une simple alternance anoxie-aérobie-anoxie : les ions orthophosphate sont relargués au cours de la première phase puis reconsommés tout long de l'alternance des phases aérobie anoxie comme s'il n'y avait qu'une seule phase aérobie (figure IV-24).



Figure IV-23 : Evolution de la concentration en ions nitrate (■) et en ions ammonium (O) au cours d'un cycle de fonctionnement de 12 h à l'échelle du laboratoire, gestion de l'aération par augmentation de l'alternance des phases aérobie/anoxie



Figure IV-24 : Evolution de la concentration en DCO soluble (▲) et en ions orthophosphate (×) au cours d'un cycle de fonctionnement de 12 h à l'échelle du laboratoire, gestion de l'aération par augmentation de l'alternance des phases aérobie/anoxie

#### • Performances épuratoires de la méthode

Si la vitesse de dénitrification  $(0,7 \text{ mgN-NO}_3^-\text{.gMVS}^{-1}\text{.h}^{-1})$  est dans ce cas de l'ordre de grandeur de la vitesse calculée pour le cycle court, la vitesse de nitrification  $(0,4 \text{ mgN-NH}_4^+\text{.gMVS}^{-1}\text{.h}^{-1})$  est quant à elle deux fois plus faible (tableau IV-11). Il s'ensuit que le taux d'abattement par rapport à l'azote global passe de 85 à 65% et la concentration de sortie de 11 à 24 mgN.L<sup>-1</sup>. Différentes hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ces mauvais résultats:

- Mauvaise nitrification liée à l'indisponibilité de l'oxygène.
- Pas de prise en compte des temps d'induction de la nitrification.

Cette stratégie de conduite peut cependant être appliquée après optimisation des rapports des phases anoxiques et aérobies et en contrôlant la nitrification (*via* le suivi de la concentration en oxygène dissous).

Tableau IV-11 : Performances épuratoires de l'amélioration de la dénitrification par gestion de l'apport d'oxygène et vitesses de nitrification et de dénitrification, cycle de 12h à l'échelle du laboratoire

	Abattement NGL (%)	NGL sortie (mgN.L <sup>-1</sup> )	Vitesse de nitrification (mgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )	Vitesse de dénitrification (mgN-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup> )
Ajout de carbone				
exogène (acétate)	65	24	0,4 (15°C)	0,7 (15°C)
Cycle de 12 h				
échelle du	85	11	0,8 (15°C)	0,8 (15°C)
laboratoire				

#### 1.3. <u>Conclusion : amélioration de l'élimination de l'azote</u>

Trois méthodes d'optimisation de l'élimination de l'azote fondées sur le passage d'une dénitrification de type endogène à une dénitrification de type exogène ont été comparées (tableau IV-12).

- L'allongement de la durée de la phase d'anoxie 2 de 3,25 h à 15,25h aboutit à une amélioration de 8% du taux d'abattement (on passe de 85 à 92%) et à une diminution importante de la concentration en azote global de 11 à 0,3 mgN.L<sup>-1</sup>. Cependant, un allongement excessif de cette phase peut nuire aux qualités de la décantation et de la turbidité de l'eau de sortie. L'asservissement de la durée de cette phase avec un paramètre de contrôle du procédé sera présenté au chapitre V.
- L'ajout de carbone rapidement biodégradable au moment de la phase de dénitrification permet une amélioration de 16,5% du taux d'abattement (on passe de 85 à 99%), une diminution importante de la concentration de sortie en azote global (de 11 à 0,5 mgN.L<sup>-1</sup>) et une augmentation de la productivité du système par la réduction de la durée de la phase.
- La gestion du séquençage des phases aérobie/anoxie lors de la phase de réaction n'a pas permis d'améliorer les performances du procédé.

L'utilisation du Benchmark a été validée en mode prédictif sur des cycles consécutifs et en mode représentatif sur un cycle réactionnel dans les cas 1 et 2. L'utilisation du Benchmark pour le troisième cas semble nécessaire afin d'optimiser le séquençage.

Si la meilleure méthode semble l'ajout de carbone exogène, celle-ci peut conduire à un certain nombre d'inconvénients (décantation, phosphore) et doit être gérée avec précaution.

## Tableau IV-12 : Avantages et inconvénients des méthodes développées pour l'amélioration de l'élimination de l'azote

Méthode	Avantages	Inconvénients
Allongement de la phase d'anoxie	Amélioration des performances	Risques pour la décantation
		Gestion du temps inadéquate
Ajout de carbone exogène : acétate	Amélioration des performances	Risques pour la décantation
de sodium		Perturbe l'élimination du phosphore
		Augmente les coûts
Gestion de l'aération		Méthode non optimisée

Il ressort de cette étude qu'il est possible d'adapter le fonctionnement du SBR afin de promouvoir la dénitrification exogène par l'ajout d'une quantité de carbone exogène sous la forme d'eau usée. Cela entraîne une modification du cycle de fonctionnement puisque ce deuxième apport nécessite une nouvelle phase aérobie, afin de nitrifier l'azote ammoniacal apporté et une troisième phase anoxique afin d'éliminer les ions nitrate formés.

L'enchaînement des phases serait le suivant : un premier remplissage anoxique suivi d'une phase d'anoxie 1, une phase aérobie 1, une phase anoxie 2 au début de laquelle on effectue un second remplissage, puis une phase aérobie 2 et anoxie 3, puis décantation vidange et repos.

La mise en place d'un tel cycle de fonctionnement est validée à l'échelle du pilote semiindustriel au chapitre 1.4. suivant.

### 1.4. <u>Mise en place à l'échelle du pilote semi-industriel d'un</u> cycle permettant d'améliorer l'élimination de l'azote

#### 1.4.1. <u>Définition du cycle de fonctionnement</u>

L'étude précédente a permis de dégager le point critique de l'élimination de l'azote dans un procédé SBR. Le manque de carbone rapidement assimilable est le facteur limitant l'élimination biologique, l'absence de source de carbone rapidement assimilable ayant pour conséquence un ralentissement du processus de dénitrification. Le rajout de carbone sous forme d'acétate ou de méthanol par exemple se révèle être un mode de conduite très efficace mais onéreux. Au vue des conclusions des paragraphes précédent nous choisissons la solution de l'ajout de carbone exogène sous forme d'eau usée pour l'amélioration de la dénitrification.

La définition d'un nouveau cycle de fonctionnement, intégrant deux remplissages un double cycle aérobie / anaérobie constitue alors une alternative possible. Le nouveau cycle, d'une durée de 24 heures (cycle long) et établi à partir des résultats précédents, est défini comme suit (tableau IV-13) :

Tableau IV-13 : Temporisation en heure du cycle de 24 h (cycle long) avec double remplissage et allongement de la phase anoxie / anaérobie de départ

Anoxie 1 (R*)	Aérobie 1	Anoxie 2 (R*)	Aérobie 2	Anoxie 3	Aérobie3	Décantation	Vidange	Repos
3	6	4	2	6	0.5	1,5	0.5	0,5
R* : signifie que la durée du remplissage est comprise dans la durée de l'étape.								

La durée de la phase anoxie 1 est doublée pour favoriser la déphosphatation (voir paragraphe 2). Le carbone exogène est ajouté sous forme d'eau usée au début de la phase anoxie 2 pour favoriser la dénitrification.

Les calculs concernant la quantité d'eau à ajouter au deuxième remplissage sont fournis en ANNEXE 7. Il en résulte que le premier remplissage conduira à apporter 70% du volume total de remplissage et le second les 30% restant.

#### 1.4.2. Validation expérimentale

#### • <u>Conditions de fonctionnement</u>

Le cycle de fonctionnement défini est mis en place à l'échelle semi-industrielle. Deux âges des boues sont testés, l'un d'une valeur de 30 jours environ, valeur qui est proche de l'âge des boues optimal défini pour les cycles courts, et l'autre plus élevé, soit 37 jours environ, pour réduire la production de boue.

Les résultats obtenus dans les conditions de fonctionnement permettent de vérifier que le nouveau cycle aboutit à l'amélioration de l'élimination de l'azote et du phosphore.

Les caractéristiques moyennes de l'eau d'entrée sont très proches pour les trois modes de fonctionnement que l'on souhaite comparer (tableau IV-14). Les conditions de fonctionnement (tableau IV-15) sont telles que l'on se situe, tout comme pour les cycles de 12 heures, dans la gamme des faibles charges.

	$DCO_m$ (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	Nglobal <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal <sub>m</sub> (mgP.L <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> (mg.L <sup>-1</sup> )	рН <sub>т</sub>	Conductivité <sub>m</sub> (µS.cm <sup>-1</sup> )
Cycle de 24h (37j)	$683\pm265$	$46 \pm 10$	8,1 ± 2,3	$339 \pm 147$	$7,2 \pm 0,1$	$930\pm234$
Cycle de 24h (30j)	791 ± 338	$67 \pm 22$	$10,2 \pm 4,7$	$335\pm202$	7,4 ± 0,3	$955 \pm 232$
Cycle de 12h (28j)	592 ± 229	58 ± 19	9,3 ± 3,4	338 ± 146	$7,4 \pm 0,2$	$845\pm165$

Tableau IV-14 : Caractéristiques moyennes de l'eau d'entrée du pilote à l'échelle semi-industrielle au cours des cycles longs de 24 heures avec double remplissage

	Cm (kg DBO <sub>5</sub> . kg MES <sup>-1</sup> . cycle <sup>-1</sup> )	Âge des boues (j)	Production de boue (kg MES. kg DBO <sub>5</sub> .cycle <sup>-1</sup> )	Temps de rétention hydraulique (j)
Cycle de 24h (37j)	0,04	37	$0,7 \pm 0,5$	2
Cycle de 24h (30j)	0,025	30	0,8 ± 0,3	2
Cycle de 12h (28i)	$0,05 \pm 0,02$	28	0,21 ± 0,18	1

Tableau IV-15: Caractéristiques de fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle au cours des cycles longs de 24 heures avec double remplissage

#### <u>Impacts du nouveau mode de fonctionnement sur les variations de charge</u>

Les figures IV-25 à IV-28 montrent que si l'on superpose les concentrations de sortie en DCO, azote global, phosphore total et MES à l'évolution de la charge: les valeurs des concentrations de sortie sont indépendantes des variations de la charge.



Figure IV-25 : Impact des variations de charge sur la concentration de sortie en DCO au cours des cycles de 24 h à l'échelle semi-industrielle, pour un âge des boues de 30j

Figure IV-26 : Impact des variations de charge sur la concentration de sortie en NGL au cours des cycles de 24 h à l'échelle semi-industrielle, pour un âge des boues 30j




Figure IV-27 : Impact des variations de charge sur la concentration de sortie en Ptotal au cours des cycles de 24 h à l'échelle semi-industrielle, pour un âge des boues de 30j

Figure IV-28 : Impact des variations de charge sur la concentration de sortie en MES au cours des cycles de 24 h à l'échelle semi-industrielle, pour un âge des boues de 30j

#### 1.4.2.1. Bilan global du fonctionnement

#### • <u>Performances épuratoires</u>

Les performances épuratoires globales (tableau IV-16) montrent que le mode de fonctionnement mis en place permet d'améliorer les performances du système par rapport à l'élimination de l'azote et ce, pour les deux âges des boues appliqués. Le taux d'abattement de l'azote global augmente de 12% pour passer de 82 à 92 et 94% et la concentration de sortie diminue de 11 à 3-4 mgN.L<sup>-1</sup>.

	Concentrations moyennes de sortie (mg.L <sup>-1</sup> )						Taux d'abattement moyens (%)			
	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>	DCO <sub>m</sub>	DBO <sub>5m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>
Cycles Longs 24h (37j)	21 ± 3	3 ± 2	3±3	2 ± 1	8 ± 3	97 ± 2	99 ± 1	92 ±10	71±17	97 ± 2
Cycles Longs 24h (30j)	35±12	3 ± 3	4 ± 2	1,5 ± 1	12 ±9	95 ± 2	99 ± 1	94 ± 4	66±14	95 ± 4
Cycles courts 12h (28j)	26 ± 8	5 ± 5	11 ± 5	1,7 ± 1	9 ± 4	94 ± 3	97±5	82 ±7	79 ±17	96 ± 3
Norme	125	25	10-15	1-2	35	75	70-90	70-80	80	90

Tableau IV-16 : Performances épuratoires moyennes du procédé SBR, adéquation avec la norme française et influence de l'âge des boues pour les cycles de 24 heures à l'échelle semi-industrielle avec double remplissage, et comparaison aux cycles de 12 heures

Par contre, l'objectif d'élimination optimale du phosphore n'a pas été atteint. Si des concentrations de sortie pour les cycles de 24 heures sont identiques à celles constatées lors des cycles de 12 heures (soit environ 2 mgP.L<sup>-1</sup>), les taux d'abattement obtenus au cours des cycles de 24 heures sont inférieurs (66 et 71%) aux valeurs des cycles de 12 heures (79%). L'utilisation d'un âge des boues élevé est peut-être l'une des causes de cet état de fait. Cependant, pour un âge des boues identique entre les cycles de 12 et de 24 heures, les taux d'abattement sont différents. Nous pouvons supposer que le double remplissage a des conséquences sur la déphosphatation.

Enfin, les performances épuratoires des cycles de 24 heures en ce qui concerne l'élimination de la DCO, la DBO<sub>5</sub> et les MES sont comparables aux résultats obtenus pour les cycles de 12 heures.

## 1.4.2.2. <u>Validation du modèle ASM1 au cours du</u> fonctionnement (longue durée)

Une étude de la validité du modèle ASM1 sur la durée du fonctionnement a été réalisée. Dans la mesure où les conditions climatiques n'ont pas été constantes au cours du fonctionnement, les simulations ont été réalisées en utilisant la répartition moyenne par temps de pluie d'une part et la répartition moyenne par temps sec d'autre part. Les variables de départ sont celles mentionnées sur la figure IV-29.





Tableau IV-17 : Répartition des variables du modèle ASM1 pour les boues à t0 pour les simulations longue durée des cycles de 24h avec double remplissage à l'échelle semi industrielle (âge des boues 30j)

$S_{Ii}$	$\mathbf{S}_{\mathbf{Si}}$	X <sub>Ii</sub>	$\mathbf{X}_{\mathbf{Si}}$	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alki</sub>
25	0	4221	0	9356	492	2048	0	1	0	4	5	7

Les simulations A,B, C, D correspondent aux cas décrits dans matériel et méthode pour les simulations de longue durée.

Les coefficients de corrélations obtenus entre modélisation et expérience sont consignés dans le tableau IV-18. Les simulations A et B (temps sec) donnent des ratios moins bons que les simulations C et D (temps de pluie). La simulation C (caractérisée par les conditions suivantes : temps pluie, et récupération des valeurs de sortie après 1 cycle de simulation) donne des ratios très proches de 1 à la fois pour la DCO soluble et pour l'azote soluble. La comparaison des valeurs de sortie de la simulation C aux valeurs expérimentales est réalisée sur les figures IV-30 et IV-31.

	Simulation A	Simulation B	Simulation C	Simulation D
Ratio DCO <sub>Soluble théorique</sub> / DCO <sub>Soluble expérimentale</sub> Eau de sortie	1,5	1,54	1,04	0,9
Ratio N <sub>Soluble</sub> théorique / N <sub>Soluble</sub> expérimental Eau de sortie	0,98	1,05	0,92	0,86

Tableau IV-18 : Relation entre théorie et expérience pour les différentes simulations de longue durée réalisées pour les cycles de 24 h avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 30j)

Etant donnée la complexité du système mis en place et la volontaire simplicité relative des modèles du Benchmark, nous pouvons estimer que les simulations produites dans le cas C sont acceptables (figures IV-30 et IV-31). L'utilisation du modèle ASM1 permet d'estimer dans des conditions proches de l'expérience les valeurs de concentration en sortie du SBR. Ces profils pourraient être affinés en prenant en compte, non pas un climat global sur la durée du fonctionnement, mais un climat par jour. Enfin une évaluation des paramètres cinétiques nous permettrait certainement d'ajuster ces profils.



Figure IV-30 : Comparaison modèle / expérience pour la DCO soluble en sortie du SBR au cours des cycles de 24 h avec double remplissage à l'échelle semi industrielle (âge des boues 30j)



#### 1.4.2.3. <u>Etude des propriétés de décantation</u>

Les valeurs de l'indice de décantation et de la vitesse de décantation sont mesurées au même moment du cycle de manière à avoir des résultats comparables. Les résultats consignés dans le tableau IV-19, montrent que les valeurs des concentrations en MES/MVS et les propriétés de décantation des boues sont comparables dans les différentes expériences conduites. La concentration en MES se situe aux alentours de 3-4 mg.L<sup>-1</sup> et la concentration en MVS entre 2 et 3 mg.L<sup>-1</sup>. L'indice de décantation varie de 80 à 109 en moyenne pour les cycles de 24 heures et se situe à 90 en moyenne pour les cycles de 12 heures. Les cycles de 24 heures assurent des propriétés de décantation dans la gamme des valeurs acceptables. Cependant, la vitesse de décantation des cycles de 24 heures à un âge des boues de 30 jours est deux fois plus faibles (1,2 m.h<sup>-1</sup>) que celle mesurée pour les cycles de 24 heures à un âge des boues de 37 jours et pour les cycles de 12 heures.

La qualité de l'eau de sortie en terme de MES et de turbidité est comparable pour les deux types de cycles mis en œuvre et en accord avec la norme française.

cycle de 12 h à	l'échelle semi i	ndustrielle (âge	des boues 28j)			
	[MES] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	[MVS] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	SVI <sub>m</sub> (ml.g <sup>-1</sup> )	$v_{0m}$ (m .h <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> eau de sortie (mg.L <sup>-1</sup> )	Turbidité <sub>m</sub> eau de sortie (NTU)
Cycles de 24h (37j)	2,9 ± 0,3	1,8±0,2	79 ± 13	2,7 ± 0,7	8 ± 3	1,6±0,6
Cycles de 24h (30j)	4,1 ± 0,3	2,8±0,3	$109 \pm 11$	$1,2 \pm 0,1$	12 ±9	3 ± 1,7
Cycle de 12h (28j)	3,3 ± 0,6	$2,4 \pm 0,4$	89±18	$2,5 \pm 0,3$	$9\pm4$	$2\pm 1$

Tableau IV-19 : : Caractéristiques moyennes des boues, propriétés de décantation , qualité de l'eau de sortie au cours du fonctionnement en cycle de 24 h à l'échelle semi-industrielle et comparaison avec le cycle de 12 h à l'échelle semi industrielle (âge des boues 28j)

#### 1.4.2.4. <u>Etude horaire d'un cycle de fonctionnement</u>

Le mode de fonctionnement mis en place permet d'améliorer l'élimination de l'azote sans perturber les bonnes propriétés de décantation et l'élimination du carbone et des matières en suspension. Afin de comprendre les limites constatées lors de l'élimination du phosphore, une étude horaire d'un cycle de fonctionnement est réalisée.

#### <u>Suivi horaire d'un cycle de 24 heures</u>

Le suivi de l'évolution des concentrations des différentes espèces du carbone de l'azote et du phosphore, ainsi que le suivi de la dégradation du phosphore par le dosage des intermédiaires métaboliques des voies de dégradation de cet élément (AGV, glycogène, et PHB) sont représentés sur figures IV-32 à IV-34.

L'analyse de la figure IV-32 montre que les processus de nitrification et de dénitrification représentés sont conformes aux prévisions : la phase aérobie 1 dont la durée est suffisante permet d'effectuer la nitrification complète de l'effluent.

Cette durée pourrait cependant être réduite car la nitrification est terminée précocement. Le deuxième remplissage au début de la phase anoxie 2 induit une dénitrification rapide et complète des ions nitrate précédemment formés. Ce deuxième apport amène des ions ammonium, rapidement nitrifiés au cours de la phase aérobie 2 puis dénitrifiés de manière plus lente au cours de la phase anoxie 3. Malgré la lenteur du processus de dénitrification exogène, la longueur de la phase anoxie 3 et la faible teneur en ions nitrate au début de cette phase permettent une dénitrification complète de l'effluent avant la fin de la phase. La durée de cette phase pourrait aussi être réduite.



Figure IV-32 : Evolution de la concentration en ions nitrate (■), ions nitrite (□), ions ammonium (O) au cours d'un cycle de 24 h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 30 jours)



Figure IV-33 : Evolution de la concentration en DCO soluble (▲), et en AGV (\*) au cours d'un cycle de 24 h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 30 jours)



Figure IV-34 : Evolution de la concentration en ions orthophophate ( $\times$ ), et de la concentration en PHB ( $\blacklozenge$ ) et glycogène ( $\triangle$ ) ramené à la concentration en biomasse au cours d'un cycle de 24 h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 30 jours)

Une étude approfondie du processus de déphosphatation au travers du dosage des différents intermédiaires métaboliques montre que (figures IV-33 et IV-34) :

- Comme le prévoit la littérature, le relargage de phosphore se produit lorsque l'on atteint un état anaérobie en phase anoxie 1 (disparition des ions nitrate). Il s'accompagne de la consommation d'AGV (COMEAU et coll., 1986; WENTZEL et coll., 1985), de glycogène intracellulaire et il conduit au stockage de PHB à l'intérieur des cellules. La littérature offre des explications diverses quant à l'utilisation du glycogène. Pour certains auteurs, il fournit la capacité réductrice (MINO, 1987; SMOLDERS et coll., 1994 a) et b)) tandis que pour d'autres, il fournit en plus l'énergie nécessaire à la consommation du substrat (SATOH et coll., 1992).
- La reconsommation du phosphore en phase aérobie 1 et dans une moindre mesure en phase aérobie 2 conduit à la reconsommation du PHB intracellulaire, au relargage d'AGV dans le milieu et au stockage de glycogène.

Les processus de déphosphatation sont conformes aux données de la littérature jusqu'à la phase anoxie 3. Au cours de cette phase, nous observons l'élimination des ions nitrate par un processus de dénitrification endogène. Après deux heures d'anoxie, le milieu devient anaérobie du fait de la disparition des ions nitrate. Les conditions anaérobies sont alors propices au relargage du phosphore intracellulaire à un moment inopportun du cycle (juste avant la vidange). Ce phénomène ne s'est pas produit au cours de la phase anoxie 2 car la temporisation correspond exactement au temps nécessaire pour la dénitrification. La durée trop importante de la phase anoxie 3 est donc néfaste aux performances épuratoires de la déphosphatation.

Un autre phénomène peut être nuisible à l'élimination du phosphore. En effet, la phase aérobie 1 s'étend longtemps après la fin de la nitrification. De nombreux auteurs montrent que des phases d'aération trop importantes sont néfastes à l'élimination du phosphore en provoquant une dégradation inutile du potentiel cellulaire en PHB (BRDJANOVIC et coll., 1998; PETERSEN et coll., 1998).

Un contrôle plus pointu des phases s'avère nécessaire et sera présenté au chapitre V.

#### • Calcul des différentes vitesses

Le suivi horaire d'un cycle de fonctionnement permet de calculer les différentes vitesses de consommation ou de relargage et de les comparer aux valeurs obtenues pour les cycles de 12 heures dans des conditions similaires d'âge des boues.

Le tableau IV-20 rassemblant les résultats du suivi horaire des cycles de 24 heures pour les deux âges des boues différents (30 et 37 jours), montre que les vitesses de consommation de DCO au cours de la phase aérobie 1 sont beaucoup plus faibles pour les cycles de 24 heures (0,65 et 2,56 mg DCO.g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) que pour les cycles de 12 heures (11,8 mg DCO.g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>). Au cours des cycles de 24 heures la phase anoxie 1 est deux fois plus longue, ce qui favorise la consommation de la DCO soluble par la biomasse déphosphatante.

Tableau IV-20 : Vitesses spécifiques de consommation de carbone, de nitrification et de dénitrification, de relargage et de reconsommation de phosphore, mesurées au cours du suivi horaire d'un cycle de 24 h à l'échelle semi-industrielle, pour deux âges des boues différents et comparaison aux valeurs d'un cycle de 12 h à l'échelle semi-industrielle (28j)

Cycle (SRT)	Consommation du carbone (Aérobie 1) mg DCO.g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de nitrification mg N-NH4 <sup>+</sup> . gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de dénitrification mg N-NO3 <sup>-</sup> . g MVS <sup>-1</sup> . h <sup>-1</sup>	Vitesse de relargage de PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> (anaérobie 1) mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ,gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de reconsommation de PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> ,gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>
Cycle			0,9		
long	0,65	1,6 (20°C)	(endogène)	1,5	0,85
24h	(20°C)		(20°C)		
(37j)			1,6		
			(exogène)		
			(20°C)		
Cycle			0,5	2,58	1,4
long	2,56	2,85	(endogène)		
24 h			2,56		
(30j)			(exogène)		
Cycle					
court	11,8 (25°C)	3,15 (25°C)	1,63	3,5 (25°C)	1,14 (25°C)
12h			(endogène)		
(28j)			(25°C)		

Les vitesses de nitrification (1,6 et 2,85 mg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) et de dénitrification endogène (0,9 et 0,5 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup>) et exogène (1,6 et 2,56 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup>) sont du même ordre de grandeur et comparables aux valeurs rencontrées dans la littérature pour ce procédé (tableauI-13). Cependant, elles sont globalement plus élevées au cours des cycles de 12 heures (3,15 N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> pour la vitesse de nitrification et 1,63 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup> pour la vitesse de dénitrification endogène) . Ce phénomène est probablement du aux conditions de températures plus élevées pour les cycles de 12 heures, les processus de nitrification étant très sensibles à une modification de la température (BAETENS et coll., 1999). Au cours d'un même cycle, l'ajout de carbone sous forme d'eau usée a provoqué une augmentation de la vitesse de dénitrification d'un facteur 2 (0,9 contre 1,6 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g  $MVS^{-1}$ .  $h^{-1}$ ) pour le cycle de 24 heures (âge des boues 37 jours) et d'un facteur 5 (0,5 contre 2,56 mg N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. g  $MVS^{-1}$ .  $h^{-1}$ ) pour le cycle de 24 heures avec un âge des boues de 30 jours. Pourtant la quantité de DCO soluble apportée au début du deuxième remplissage est identique dans les deux cas. On peut supposer qu'un âge des boues de 30 jours est plus favorable qu'un âge des boues de 37 jours.

Un âge des boues de 37 jours est défavorable à l'élimination du phosphore. Cela se traduit par des vitesses de relargage et de reconsommation beaucoup plus faibles qu'à 30 jours. Les vitesses de relargage et de reconsommation étant respectivement à 30 et à 37 jours égales à 2,58 contre 1,5 mgP-PO<sub>4</sub><sup>-</sup>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> et à 1,4 contre 0,85 mgP-PO<sub>4</sub><sup>-</sup>.gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> Ces résultats sont en accord avec ceux de RODRIGUES et coll. (2001).

Les relations entre la quantité de phosphore relarguée et la quantité absorbée ont été calculées pour les deux âges des boues considérés (équations VI-2 et IV-3):

*Pabsorbé* =1,02*Prelargué* -0,27 Équation IV-2 : Cycle de 24h échelle semi industrielle, âge des boues 37j.

Pabsorbé =0,84Prelargué +0,704 Équation IV-3 : Cycle de 24h échelle semi industrielle, âge des boues 30j.

Pour les deux âges des boues la pente est du même ordre de grandeur que les valeurs de la littérature (tableau I-14). La valeur de la pente mesurée pour les cycles de 12 heures est deux fois plus faible. Comme les âges des boues sont très proches, une des explications à ce phénomène peut provenir d'une différence de composition de l'eau d'entrée en AGV. Nous pouvons aussi supposer que l'allongement de la phase anaérobie est favorable au processus global d'élimination du phosphore.

## 1.4.3. <u>Validation du modèle ASM1sur un cycle de</u> <u>fonctionnement</u>

Les variables initiales sont déterminées selon les recommandations de la figure IV- 35.



Figure IV-35 : Initialisation des simulations : modélisation d'un cycle de fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle en cycles de 24 heures avec double remplissage

Tableau IV-21 : Variables du modèle ASM1 pour les boues à t0 pour la modélisation d'un cycle de 24 h, à l'échelle semi-industrielle, âge des boues 37j

S <sub>I i</sub>	$\mathbf{S}_{\mathbf{Si}}$	X <sub>Ii</sub>	X <sub>Si</sub>	X <sub>B,Hi</sub>	X <sub>B,Ai</sub>	X <sub>Pi</sub>	S <sub>Oi</sub>	S <sub>NOi</sub>	S <sub>NHi</sub>	S <sub>NDi</sub>	X <sub>NDi</sub>	S <sub>alki</sub>
30	0	1056	0	2339	123	512	0	0	0	1	5	7

• <u>Alimentation 1</u> : Les variables du modèle ASM1 pour l'eau d'entrée sont calculées à partir des trois répartitions climatiques les plus proches de l'expérience : la répartition moyenne par temps sec, la répartition du 04 /07/01 et la répartition du 15/11/01. Les valeurs de départ pour la DCO globale et l'azote global sont respectivement égales à : 466 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> et 53 mgN.L<sup>-1</sup>. Les valeurs des variables initiales pour l'eau d'entrée sont consignées dans le tableau IV-22.

Tableau IV-22: Répartition de l'eau d'entrée en variables du modèle ASM1 pour les 3 simulations envisagées, modélisation d'un cycle de 24 heures avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle (Alimentation 1)

Répartition	S <sub>10</sub>	$\mathbf{S}_{\mathbf{S0}}$	X <sub>10</sub>	X <sub>S0</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps sec moyen	26,4	101	40	273	26	14,7	15,3	17,3
04/07/01	13,2	75	17,6	334,4	26	14,8	12,2	17,3
15/11/01	37,4	110	66	227	26	15,4	6,4	26,2

• <u>Alimentation 2</u>: Le principe de la répartition est le même que pour l'alimentation 1 avec des valeurs de départ pour la DCO et l'azote total de : **400** mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup> et **46** mgN.L<sup>-1</sup> (tableau IV-23).

Tableau IV-23 : Répartition de l'eau d'entrée en variables du modèle ASM1 pour les 3 simulations envisagées, modélisation d'un cycle de 24 heures avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle (Alimentation 2).

Répartition	S <sub>10</sub>	$S_{S0}$	X <sub>10</sub>	X <sub>S0</sub>	X <sub>B,H0</sub>	S <sub>NH0</sub>	S <sub>ND 0</sub>	X <sub>ND 0</sub>
Temps sec moyen	22,4	86	33,7	273	26	12,7	15,4	17,3
04/07/01	11,2	63,6	15	286	26	12,9	10,6	15
15/11/01	31,8	93,5	56,1	193	26	8,1	3,4	13,,8

#### Résultats des simulations

La comparaison entre les résultats expérimentaux et les différentes simulations représentées sur les figures IV-36 à IV-38 montre que quelle que soit la répartition appliquée nous observons une bonne adéquation entre le modèle et l'expérience pour la DCO totale (figure IV-38). Par contre en ce qui concerne les espèces azotées le bilan est plus mitigé. La simulation du 04/07/01 semble mieux convenir à l'évolution réelle des ions nitrate et nitrite au cours du cycle (figure IV-37) tandis que les conditions de la simulation du 15/11/01 sont plus favorables à l'évolution des ions ammonium (figure IV-36). La répartition moyenne par temps sec, représente relativement correctement l'évolution de la DCO totale et des ions nitrite et nitrate. En revanche, la représentation des ions ammonium est erronée. Une étude de sensibilité de différents paramètres cinétiques ne nous a pas permis d'améliorer ce résultat. Par conséquent il n'existe pas dans ce cas une répartition qui représente un consensus pour l'ensemble des espèces .



Figure IV-36: Comparaison modèle ASM1 / expérience pour l'évolution de la concentration en ions ammonium au cours d'un cycle de 24 h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 37j)



Figure IV-37 : Comparaison modèle ASM1 / expérience pour l'évolution de la concentration en ions nitrate et en ions nitrite au d'un cycle de 24 h avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 37j)



Figure IV-38 : Comparaison modèle ASM1 / expérience pour l'évolution de la concentration en DCO totale au cours d'un cycle de 24 h avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle (âge des boues 37j)

## 1.4.4. <u>Bilan de mise en place à l'échelle du pilote semi-</u> industriel des cycles de 24 heures (cycles longs)

Le rassemblement des données des pré-études a permis de dégager un cycle de fonctionnement fondé sur l'allongement de la durée des phases et sur un double remplissage.

Les durées des phases anoxies/anaérobies et aérobies de départ sont doublées pour passer de 1,5 à 3 heures et de 3 à 6 heures respectivement. Un ajout de carbone exogène sous forme d'eau usée est réalisé au début de la phase anoxie 2, d'une durée de 4 heures, afin de dénitrifier par un processus exogène les ions nitrate formés au cours de la phase aérobie 1. Une deuxième phase aérée, d'une durée de 2 heures, oxyde les ions ammonium amenés par le deuxième apport d'eau usée; les ions nitrate ainsi formés sont ensuite éliminés de manière endogène lors d'une troisième phase anoxique, d'une durée de 6 heures.

Le bilan du fonctionnement du pilote selon ce principe montre que les objectifs sont atteints en ce qui concerne l'élimination de l'azote. La mise en place d'un double remplissage et l' allongement de la durée globale du cycle ont permis d'améliorer l'élimination de l'azote. Le taux d'abattement de l'azote global a été augmenté de 12% ( il passe de 82% à 92-94%) et la valeur de la concentration de sortie a diminué de 11 à 3-4 mgN.L<sup>-1</sup>.

Le calcul des différentes vitesses confirme qu'un âge des boues trop élevé (supérieur à 30 jours) est néfaste aux vitesses de déphosphatation. De plus, l'ajout d'eau usée au début de la deuxième phase anoxique permet d'augmenter la vitesse de dénitrification d'un facteur 2 (âge des boues égal à 37 jours) à 5 (âge des boues égal à 30 jours).

Le cycle mis en place permet de maintenir des vitesses de décantation et des indices de décantation à des valeurs tout à fait correctes et en accord avec les critères requis pour une bonne décantation. L'indice de décantation varie entre 89 et 109 ml.g<sup>-1</sup> en moyenne.

La validation du modèle ASM1 sur un cycle de fonctionnement montre qu'aucune des répartitions testées ne représente un consensus pour décrire l'ensemble des espèces présentes. Une estimation des paramètres cinétiques aurait peut être permis d'affiner les profils.

Ce mode de fonctionnement n'a modifié ni les conditions de décantation, ni l'élimination du carbone et des MES mais trouble l'élimination du phosphore. L'étude approfondie d'un cycle de fonctionnement nous a permis de lever le verrou lié à la limitation de l'élimination du phosphore. Un mauvais ajustement de la durée des phases aérobie 1 et anoxie 3 conduit respectivement à : une surconsommation des réserves de PHB et à des conditions favorables au relargage du phosphore juste avant la fin du cycle.

Il apparaît à l'issu de cette étude qu'une meilleure connaissance des processus de déphosphatation dans un procédé SBR est nécessaire pour l'amélioration des performances épuratoires. Dans cet objectif, une étude approfondie des paramètres influençant la déphosphatation biologique est réalisée au paragraphe suivant.

# 2. <u>Amélioration de l'élimination du phosphore</u>

L'élimination du phosphore contenu dans une eau résiduaire urbaine nécessite l'alternance d'une phase anaérobie et d'une phase aérobie. Au cours de la phase anaérobie des acides gras volatils (AGV) à courtes chaînes (acétate propionate) sont convertis en polyhydroxyalcanoates. L'énergie nécessaire à cette conversion est fournie par l'hydrolyse des réserves polyphosphatées, ce qui conduit au relargage de phosphore. La quantité de phosphates accumulés est directement fonction de la quantité de substrat carboné disponible (COMEAU et coll., 1986; WENTZEL et coll., 1985). En aérobie, le phosphore est consommé, et les réserves internes de carbone sont hydrolysées. Le bilan global conduit à une baisse de la concentration en phosphore dans les eaux.

Dans la première partie de ce paragraphe, la qualité de l'eau de Limoges en terme de composition en DCO rapidement biodégradable et en AGV est analysée, puis dans la deuxième partie des stratégies d'amélioration de l'élimination du phosphore sont présentées. Une première série d'expérimentation montre que l'élimination du phosphore dans notre procédé n'est pas limitée par la capacité déphosphatante des boues. Les données de la littérature montrent qu'une des stratégies possibles dans le cas des eaux usées consiste en l'ajout de carbone exogène (BERNADES et coll., 1996 a); KIM et coll., 2001). L'ajout de concentrations croissantes en acétate montre que la déphosphatation est favorisée jusqu'à une valeur optimale. Enfin, une étude réalisée avec des concentrations croissantes en phosphore dans l'eau d'entrée, et une concentration en acétate non limitante, met en lumière le fait que la concentration initiale en phosphore est un facteur limitant de la déphosphatation.

### 2.1. <u>Etude de la composition de l'eau d'entrée</u>

BRENNER et coll. (1997) soulignent qu'une bonne maîtrise de la déphosphatation dans un procédé SBR nécessite le contrôle de la composition en substrat organique. Les modèles de COMEAU et coll. (1986) ; WENTZEL et coll. (1985) prévoient l'utilisation de 2 mgDCO/mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> relargués en anaérobie, la DCO étant fournie sous forme d'AGV exclusivement. La composition en AGV d'une eau usée dépend des caractéristiques du réseau (longueur, conditions d'aération) et des conditions climatiques.

Une étude de la composition de l'eau de Limoges a été réalisée. Cependant, une étude seule de la concentration en AGV est incomplète, car d'autres molécules peuvent intervenir dans les processus de déphosphatation *via* des mécanismes de fermentation, dans la zone anaérobie. Les potentialités déphosphatantes de l'eau de Limoges ont été étudiées en évaluant la proportion d'AGV et la proportion de DCO soluble par rapport à la DCO totale.

Les Figures IV-39 à IV-42 représentent l'évolution de la DCO totale, du phosphore total, et des pourcentages d'AGV et de DCO soluble par rapport à la DCO totale en fonction du jour de la semaine et des heures de prélèvement (9 h et 18 h ). Les moyennes bi-journalières de ces différents paramètres ont été calculées pour un suivi d'un mois.

La proportion d'AGV varie de 3 à 11% de la DCO totale ce qui représente une proportion assez faible. La concentration en phosphore total varie quant à elle de 5 à 20 mgP.L<sup>-1</sup>. On observe de plus que la quantité d'AGV est beaucoup plus faible en début de semaine. Or, comme c'est en début de semaine que les quantités de phosphore à éliminer sont les plus importantes, la déphosphatation biologique est limitée par la quantité d'AGV.





Figure IV-39: Evolution moyenne de la concentration en DCO en fonction du jour de la semaine (2 prélèvements par jour) pour l'eau entrée de la station de Limoges après pré- traitement



Figure IV-40 : Evolution moyenne de la concentration en phosphore total en fonction du jour de la semaine (2 prélèvements par jour) pour l'eau entrée de la station de Limoges après pré- traitement



Figure IV-41 : Evolution moyenne du pourcentage d'AGV par rapport à la DCO totale en fonction du jour de la semaine (2 prélèvements par jour) pour l'eau entrée de la station de Limoges après prétraitement

Figure IV-42 : Evolution moyenne du pourcentage de DCO soluble par rapport à la DCO totale en fonction du jour de la semaine (2 prélèvements par jour) pour l'eau entrée de la station de Limoges après pré- traitement

# 2.2. <u>Vérification de la capacité déphosphatante des boues</u> <u>utilisées</u>

Des mesures de relargage et de reconsommation d'ions orthophosphate ont été réalisées à l'aide du fermenteur de 2L. Des boues issues de la station d'épuration de Limoges sont mélangées séparément à de l'eau distillée, de l'eau usée après pré-traitement et de l'acétate de sodium. Les proportions du mélange sont telles que l'on rajoute 1L de solution à 1L de boues activées. La concentration de la solution d'acétate est telle que la quantité de DCO apportée est équivalente à la quantité de DCO apportée par les AGV dans l'eau usée soit environ 100 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>. La concentration en ions orthophosphate dans l'eau d'entrée est fixée à 10 mgP.L<sup>-1</sup>. Pour les trois expériences la concentration en MVS est de 2,4 g.L<sup>-1</sup>. Le cycle est composé d'une phase anaérobie de 4 heures et d'une phase aérobie de 4 heures. Les conditions anaérobies sont assurées par un bullage à l'azote, et au cours des expériences le pH est maintenu à 7.

Les courbes de la figure IV-43 et notamment celle avec ajout d'acétate montrent que le relargage n'est pas limité par les réserves internes de polyphosphates des boues activées, mais par la concentration en AGV dans l'eau d'entrée.



Figure IV-43 : Relargage et reconsommation des ions orthophosphate selon que l'on ajoute de l'eau usée (■) de l'acétate (▲) ou de l'eau distillée (♦)

L'ajout d'acétate permet d'accélérer considérablement la vitesse de déphosphatation, puisque l'on atteint un relargage maximum après 2 heures seulement. Le relargage s'effectue à une vitesse de 4,64 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>. Cette vitesse est lente par rapport aux valeurs de la littérature : 12 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> pour SPERANDIO (1998), 16,1 à 20,6 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> pour KIM et coll. (2001). Par contre la quantité de phosphates libérés après 1 heure est de 0,43 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. mg DCO<sup>-1</sup>, ce qui est accord avec les données de SPERANDIO (1998) avec de l'acétate.

La cinétique de relargage des ions orthophosphate lorsque l'alimentation se fait avec de l'eau usée, avec une quantité équivalente d'AGV, présente un profil différent : après un temps de latence d'1 heure, le relargage s'effectue à une vitesse constante de 1 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> ce qui, comparé aux valeurs précédentes est extrêmement faible. Une des explications réside peut être dans la nature des AGV présents dans l'eau usée. En effet on sait que les acides gras à courtes chaînes comme l'acétate sont les AGV les plus efficaces et qu'au delà de 5 atomes de carbone l'efficacité diminue (RANDALL et coll., 1997).

Pour arriver à la même quantité d'ions orthophosphate relargés avec acétate, il faudrait prolonger la phase anaérobie de plus de 2 heures (trait pointillé). L'allongement de la phase anaérobie pourrait être une solution d'amélioration de la déphosphatation dans un SBR.

#### 2.3. <u>Amélioration de la déphosphatation par l'ajout d'AGV</u>

L'expérience précédente montre que si l'on rajoute directement des AGV au début de la phase anaérobie, le relargage des ions orthophosphate est considérablement favorisé. Une série de manipulations est réalisée à l'aide de concentrations croissantes en acétate. Les conditions des expériences sont similaires à celles décrites précédemment.

Les figures IV-44 et IV-45 montrent que la quantité de phosphore relarguée et de polyhydroxy-butyrate (PHB) stockés est proportionnelle à la quantité d'acétate rajoutée jusqu'à un certain seuil. Ce dernier correspond à la capacité maximale déphosphatante des boues : soit une quantité d'AGV correspondant à une DCO de 70 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>, une quantité de PHB stockés égale à 1,7 mgPHB. gMVS<sup>-1</sup>, et une concentration maximale en ions orthophosphate relargués de 18 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.L<sup>-1</sup>.



Figure IV-44 : Impact d'ajouts croissants d'acétate sur le relargage et la reconsommation des ions orthophosphate



Figure IV-45 : Impact d'ajouts croissants d'acétate sur le stockage puis la reconsommation de PHB intracellulaire

L'impact d'ajouts croissants d'acétate sur les propriétés de déphoshatation peut être mesuré par la vitesse moyenne de relargage en anaérobie, la vitesse de reconsommation de phosphore en aérobie, le ratio entre la quantité de phosphates relargués et la quantité de DCO consommée et enfin, la quantité globale de phosphates éliminés. Ces résultats sont reportés dans le tableau IV-24. Les analyses des vitesses et de la quantité éliminée montrent que l'on atteint le seuil maximum de déphosphatation des boues, puisqu'au delà d'une quantité d'acétate correspondant à une DCO de 70 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>, la vitesse de relargage est constante et égale à 2,37 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>, la quantité de phosphates éliminés se situe autour de 3 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.L<sup>-1</sup>, et la vitesse de reconsommation atteint un palier à 0,8 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. g MVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>

Quantité d'acétate ajoutée mgO2.L-1	Vitesse de relargage mgP-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> . g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de reconsommation mgP-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> . g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Phosphates libérés après 1h mgP-PO4 <sup>3-</sup> . mg DCO <sup>-1</sup>	Phosphates éliminés mgP-PO4 <sup>3-</sup> .L <sup>-1</sup>
1	0,23	0,13	/	0,34
22,5	0,64	0,49	9,45	3,11
72	2,37	0,8	1,6	2,55
113	2,57	0,8	1,6	3,06

Tableau IV-24: Caractéristiques de la déphosphatation pour des ajouts croissants d'acétate

Les cinétiques de relargage peuvent être représentées par le modèle de WENTZEL et coll. (1985) (équation I-4) :

$$P(t) = P_{\max}\left(1 - \left(\frac{P_{\max} - P_0}{P_{\max}} \cdot e_{-Ct}\right)\right) \text{ Équation IV-4}: \text{ Modèle de WENTZEL et coll. (1985)}$$

P<sub>max</sub>: Concentration maximale en phosphates

P<sub>0</sub>: Concentration initiale en phosphates

C : Constante  $(T^{-1})$ 

Si l'on pose T égal 0,8 h<sup>-1</sup>, la comparaison entre modèle et expérience est représentée figure IV-46. Le modèle de WENTZEL et coll. (1985) représente correctement les cinétiques de relargage.



Figure IV-46: Comparaison entre expérience et modèle de WENTZEL et coll. (1985) pour la prédiction de cinétiques de relargage de phosphates avec ajouts croissants d'acétate

# 2.4. <u>Concentration initiale en phosphore : facteur limitant de la</u> <u>déphosphatation</u>

Les études précédentes montrent que la capacité déphosphatante d'une boue peut être limitée par les réserves intracellulaires en polyphosphates et par la quantité d'AGV présents. Des expériences réalisées sur les mêmes boues que précédemment, avec un apport d'AGV optimal (72 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>) et des concentrations croissantes en phosphates (de 2 à 20 mg.L<sup>-1</sup>) montrent que la capacité déphosphatante est aussi limitée par la quantité de phosphates présents au départ (figure IV-47).



Figure IV-47 : Impact de concentrations croissantes en ions orthophosphate dans l'eau d'entrée sur le relargage et la reconsommation d'ions orthophosphate en condition non limitante d'apport d'AGV (70 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>)

En condition de non limitation de la source d'AGV, la vitesse de relargage d'ions orthophosphate après 1 heure d'anaérobie est identique quelle que soit la quantité de phosphate ajoutée au départ et égale à 8 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>L<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>. Par contre, la quantité totale de phosphates éliminés est proportionnelle à la concentration en ions orthophosphate dans l'eau d'entrée (tableau IV-25). Lorsque la concentration en ions orthophosphate dans l'alimentation passe de 2 à 20 mgP.L<sup>-1</sup>, la quantité maximale d'ions orthophosphate relargués en fin de phase anaérobie passe de 12 à 25 mgP.L<sup>-1</sup> et la quantité totale de phosphates éliminés d'une valeur négative à 7,63 mgP.L<sup>-1</sup>.

Tableau IV-25 : Caractéristiques de la déphosphatation en condition non limitante d'apport d'AGV pe	our
des concentrations croissantes en ions orthophosphate	

Concentration en ions P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> dans l'eau d'entrée (mgP.L-1)	Quantité maximale en ions P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> relargué en fin de phase anaérobie (mgP.L <sup>-1</sup> )	Phosphates éliminés mgP-PO4 <sup>3-</sup> .L <sup>-1</sup>
2	12	-1,88
10	18,5	2,55
20	25	7,63

Ces expériences montrent que la qualité de la déphosphatation est limitée par la concentration en ions orthophosphate dans l'eau d'entrée. Si celle-ci est trop faible l'ajout d'AGV ne permet pas d'effectuer une déphosphatation correcte de l'effluent.

#### 2.5. <u>Bilan de l'étude expérimentale de la déphosphatation</u>

L'étude bibliographique montre qu'un point clé du processus d'élimination du phosphore se situe au niveau de la concentration en AGV dans l'eau à épurer. Une étude de la composition de l'eau d'entrée de la station de Limoges montre que la proportion d'AGV dans l'eau d'entrée varie selon le jour de la semaine (de 3 à 11% de la DCO totale). Cette variabilité est à l'origine des modifications des performances épuratoires du système.

Si la concentration en AGV est augmentée jusqu'à un seuil défini, les vitesses de déphosphatation augmentent. La qualité de la déphosphatation est améliorée à condition de ne pas être limité par les réserves intracellulaires en polyphosphates. Dans notre cas, au delà d'un apport d'AGV représentant une DCO de 70 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>, pour une concentration en ions orthophosphate de 10 mgP.L<sup>-1</sup> dans l'alimentation, la capacité maximale de déphosphatation des boues est atteinte. Cette capacité maximale se traduit par une vitesse de relargage maximale de 2,5 mg P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> et une quantité de phosphates éliminés de 3 mgP.L<sup>-1</sup>.

La disponibilité en AGV n'est pas le seul facteur limitant. Le « pool » d'ions orthophosphate dans l'eau d'entrée est aussi un élément déterminant. En condition non limitante de l'apport d'AGV, plus la concentration en ions orthophosphates est importante dans l'eau d'entrée (entre 2 et 20 mgP.L<sup>-1</sup>) et plus les quantités d'ions orthophosphate relargués et éliminés au final sont importantes.

L'assurance de conditions de déphosphatation optimales passe donc par la maîtrise de ces deux paramètres : la concentration en AGV et la concentration en phosphates. Un apport d'AGV systématique est inefficace si la quantité d'ions orthophosphates au départ est insuffisante. Cependant, l'expérience réalisée au paragraphe 2.2 montre que si l'on n'est pas limité par la réserve intracellulaire en polyphosphates, l'allongement de la phase anaérobie permet d'améliorer la déphosphatation. Cette solution simple est celle que nous retiendrons.

#### CONCLUSION

Les objectifs fixés au départ de ce chapitre étaient doubles. Dans un premier temps, l'utilisation du modèle ASM1 devait nous permettre de mettre en place un cycle permettant d'améliorer l'élimination de l'azote et notamment de lever la limitation liée à la dénitrification endogène. Dans un second temps, les études expérimentales de la déphosphatation devaient nous conduire à dégager une procédure simple d'amélioration de l'élimination de cet élément.

L'utilisation du Benchmark en mode prédictif couplée à l'identification des variables de ce modèle, spécifiques à l'eau traitée et ce, dans différentes conditions climatiques, permet d'anticiper correctement les phénomènes épuratoires du carbone et de l'azote dans un SBR. Les résultats ont été confirmés au laboratoire. L'utilisation du modèle permet de tester trois stratégies et d'en retenir deux pour l'élimination de l'azote : l'une consistant en cas de faible charge à allonger la phase d'anoxie et l'autre en cas de forte charge à rajouter du carbone exogène sous forme d'acétate ou d'eau usée. La validation à l'échelle du laboratoire de ces deux stratégies a permis d'améliorer considérablement les rendements épuratoires d'élimination de l'azote (de 85% à 92% et 99% respectivement) sans perturber la décantation et l'élimination du carbone. De plus, la validité des simulations fournit par le Benchmark a été globalement confirmée par une comparaison entre celles-ci et les résultats issus d'un suivi d'un cycle complet de traitement.

Cependant, le programme utilisé ne nous permet pas de tester des dysfonctionnements impromptus comme par exemple un changement du climat, des variations de charge, la présence d'un produit toxique dans l'eau d'entrée. Il pourrait être intéressant de modifier le programme pour y intégrer l'ensemble de ces phénomènes.

La troisième stratégie testée concernant la gestion de l'apport d'oxygène, doit faire l'objet d'investigations futures pour être optimisée.

Les deux stratégies retenues ont conduit à mettre en place un nouveau cycle. Ce nouveau cycle se caractérise par : 1) une durée totale plus longue (24h), 2) un apport de carbone exogène réalisé au début de la deuxième phase anoxique sous forme d'eau usée, et 3) l'ajout d'un « deuxième cycle » au motif initial du cycle court pour traiter ce deuxième apport. La séquence proposée est constituée par l'enchaînement suivant: anoxie 1, aérobie 1, anoxie 2, aérobie 2, anoxie 3, aérobie 3, décantation/vidange/repos dont les durées respectives sont : 3, 6, 4, 2, 6 et 3 heures. Ce nouveau cycle permet d'améliorer l'élimination de l'azote par rapport aux cycles courts, puisqu'on passe de 82 à 92% d'abattement de l'azote global et à une concentration de sortie de 3-4 mgN.L<sup>-1</sup> contre 11 mgN.L<sup>-1</sup> précédemment. Les performances épuratoires sur le carbone, les MES et la qualité de la décantation ne sont pas perturbées par ce mode de fonctionnement. Par contre, la déphosphatation biologique est moins performante. Deux hypothèses relatives à cette minoration de l'épuration ont été dégagées d'une étude horaire d'un cycle de fonctionnement : d'une part la durée de la phase aérobie 1 est trop importante ce qui conduit probablement à une oxydation excessive des réserves de PHB et d'autre part, la phase anoxie 3, elle aussi d'une durée trop longue, conduit à des conditions anaérobies propices au relargage du phosphore.

Ces observations ont amenées à mener une étude expérimentale des paramètres influant la déphosphatation dans un procédé SBR. Un point clé du processus de déphosphatation se situe au niveau de la concentration en AGV. Si l'on augmente la concentration en AGV jusqu'à un certain seuil on améliore considérablement la déphosphatation. La disponibilité en AGV n'est pas le seul facteur limitant.

En condition non limitante d'apport d'AGV, la quantité de phosphates éliminés est proportionnelle à la concentration en ions orthophophate dans l'eau d'entrée. L'eau d'entrée lors de notre étude est faiblement chargée en AGV (3 à 10% de la DCO totale). L'ajout d'AGV pourrait donc constituer une solution d'amélioration de la déphosphatation. Cependant, si cet ajout n'est pas couplé à une quantité de phosphates suffisante au départ, les effets n'en sont que très limités. Une autre solution consiste simplement en l'allongement de la phase anaérobie jusqu'à l'obtention du relargage maximum. Cette stratégie n'est valable que si l'on n'est pas limité par la concentration intracellulaire en polyphosphates.

Les études réalisées au laboratoire nous ont montré que la limitation de l'élimination du phosphore dans un procédé SBR résidait dans la durée relative des phases anaérobies et aérobies et dans la teneur en AGV et phosphates de l'eau usée. L'utilisation d'un modèle n'intégrant pas le phosphore contraint à effectuer de nombreuses expérimentations, et n'a pas permis d'intégrer à la simulation des scénario commun d'optimisation de l'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore.

Enfin, les études réalisées montrent que l'élément limitant à une optimisation du traitement du carbone, de l'azote et du phosphore réside dans une mauvaise gestion relative de la durée des phases. Il apparaît clairement qu'en fonction de la qualité de l'eau d'entrée, la durée des différentes phases peut être ajustée. Le programme de modélisation ne permettant pas d'ajuster ce paramètre en ligne, il est nécessaire de dégager des points de contrôle en temps réel nous permettant de vérifier respectivement la qualité de l'eau d'entrée de sortie, de la décantation et l'évolution des processus d'épuration biologique.

L'objet du chapitre suivant sera de définir des points de contrôle notamment de la durée des phases par l'utilisation de mesures permettant de suivre l'évolution des processus biologiques et de faire face à des variations de charge ou à des pollutions accidentelles. Une étude complète nous amènera à considérer les points de contrôle pouvant être mis en place sur l'eau d'entrée et l'eau de sortie ou encore sur la phase de décantation. Un cycle automatisé basé sur le contrôle de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs sera mis en place.

CHAPITRE V : RECHERCHE DE POINTS DE CONTROLE ET AUTOMATISATION DE LA DUREE DES PHASES PAR L'UTILISATION CONJOINTE DE TROIS CAPTEURS

# V RECHERCHE DE POINTS DE CONTROLE ET AUTOMATISATION DE LA DUREE DES PHASES PAR L'UTILISATION CONJOINTE DE TROIS CAPTEURS

#### INTRODUCTION

Les résultats présentés au cours des chapitres III et IV mettent en exergue des points sensibles ou verrous technologiques du procédé SBR à 3 niveaux (figure V-1):

- Les variations de la composition de l'eau d'entrée peuvent induire des dépassements de la norme en sortie pour l'azote et le phosphore, notamment dans le cas de cycles courts de fonctionnement.
- L'absence d'indication de l'avancement des réactions biologiques et l'utilisation de temporisations fixes conduisent à une mauvaise gestion des capacités épuratoires du système.
- La phase de décantation est une phase sensible. Une gestion inadéquate de cette phase peut conduire à des dysfonctionnements nuisibles à la qualité de l'eau de sortie (présence de matières en suspension).





Figure V-1 : Points de contrôle du procédé SBR, et choix de paramètres et de procédures

L'un des principaux obstacles à la mise en place de procédures de contrôle réside dans la méconnaissance en ligne de la composition de l'eau d'entrée, des processus de dégradation biologique et des propriétés de décantation. Les mesures en laboratoire sont souvent lourdes et *à postériori*. Certaines méthodes d'estimation en ligne des concentrations des différentes espèces, comme les réseaux de neurones, sont souvent difficiles à mettre en œuvre et pas toujours validées. Les méthodes de contrôle de la qualité de la phase de décantation sont difficilement automatisables.

L'objectif de l'étude présentée au cours de ce chapitre sera de définir pour chacune des étapes clés définies précédemment (apport d'eau usée de nature variable, phase de réaction biologique, et phase de décantation) des paramètres de contrôle fiables, faciles à mettre en œuvre et n'engendrant pas des coûts élevés (figure V-1), et de mettre en application les plus pertinents pour le contrôle du procédé.

Dans une première partie (chapitre 1.1.), nous confirmons qu'il est possible de corréler des mesures rapides d'absorbance ou de turbidité à des mesures plus lentes comme la DCO, ou la teneur en MES. Ces corrélations peuvent être utilisées, en ligne, pour le contrôle de la qualité de l'eau d'entrée du procédé SBR (HELNESS et ODEGAARD, 1999).

Dans une deuxième partie nous abordons le thème de la décantation au travers des différentes sources de perturbation : variations de charge, perturbations de l'alimentation du réacteur. Les propriétés de décantation seront évaluées à l'aide des paramètres traditionnels que sont la vitesse de décantation ( $v_0$ ) et l'indice de décantation (SVI), mais aussi à l'aide de techniques soit plus rapides comme la mesure de la turbidité de l'eau de sortie et soit plus précises comme l'analyse d' images.

Les méthodes de contrôle de la phase de réaction ont toutes pour objectif de suivre en temps réel l'évolution des réactions biologiques au cours du temps. Dans la littérature on distingue trois types de méthodes : la première consiste à suivre l'évolution des valeurs de différents capteurs (pH, rédox, oxygène dissous), la deuxième implique l'utilisation de modèles mathématiques, et enfin la dernière repose sur l'utilisation de programmes informatiques à base réseaux de neurones pour la prédiction de l'évolution des concentrations des différentes espèces. Du fait de leur complexité de mise en œuvre à un stade industriel pour des petites collectivités, ces deux dernières solutions n'ont pas été retenues.

Au cours de la troisième partie, les profils d'évolution de trois capteurs (pH, potentiel rédox, concentration en oxygène dissous) sont mis en parallèle avec l'évolution des différentes espèces au sein du réacteur. Des suivis, réalisés pour les cycles de 24 heures (décrits au chapitre IV), montrent qu'il est possible de suivre l'avancement des réactions biologiques (nitrification et dénitrification notamment) par la détection de points caractéristiques sur les profils d'évolution des trois capteurs précédemment cités. Une gestion fine de la durée des étapes est alors rendue possible.

Au cours du chapitre 2, nous montrons que l'on peut appliquer de manière efficace, cette procédure au contrôle la durée des phases dans un procédé SBR.

Ainsi, des algorithmes de contrôle fondés sur l'utilisation de différents capteurs pour chaque type de phase (aérobie, anoxie) sont définis au chapitre 2.1. L'originalité de notre concept de contrôle réside dans l'utilisation de deux capteurs par phase afin de détecter plus rapidement le changement de phase et de prévenir une défaillance éventuelle de l'un ou l'autre des capteurs.

Une étude globale tout d'abord puis approfondie d'un cycle de fonctionnement montre que l'utilisation de ces algorithmes de contrôle permet d'améliorer considérablement les performances épuratoires du procédé et d'augmenter la productivité des installations de traitement. Ces résultats sont présentés au chapitre 2.2.

# 1. <u>Recherche de points de contrôle</u>

## 1.1. <u>Contrôle de la qualité de l'eau d'entrée</u>

L'eau d'entrée de la station de Limoges présente de grandes variations de concentration car constituée d'un mélange d'eaux usées urbaines, industrielles et pluviales. La plupart des mesures de caractérisation globale d'une eau usée ne permettent pas une réponse rapide du système. Au cours des dernières années, une législation de plus en plus restrictive a conduit à un intérêt croissant pour la fiabilisation des procédés. Une évaluation rapide de la pollution entrante permet de réagir sur la conduite du réacteur et nous avons choisi dans le cadre de cette étude d'estimer la pollution à l'aide de corrélations entre les différentes formes de pollution et des mesures optiques comme l'absorbance ou la turbidité.

Un suivi des paramètres globaux de l'eau d'entrée (DCO, NGL, Ptotal, MES) est réalisé pendant plusieurs mois sur l'eau d'entrée de la station de Limoges au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle (figures V-2 à V-5). La fréquence d'échantillonnage est de 12 heures (9 heures et 21 heures).

Les figures V-2 à V-5 montrent que les variations de concentrations de l'eau d'entrée en DCO, MES, NGL et phosphore total sont importantes. La période suivie est caractéristique de la variabilité de composition d'une eau résiduaire urbaine soumise à un réseau unitaire.

La DCO varie entre 200 et 1200 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>, les MES entre 0,1 et 0,6 g.L<sup>-1</sup>, l'azote global entre 2 et 14 mgP.L<sup>-1</sup>.

*Chapitre V* : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.



Figure V-2 : Variations de la concentration en DCO totale dans l'eau d'entrée de la station de Limoges



Figure V-3 : Variations de la concentration en matières en suspension MES dans l'eau d'entrée de la station de Limoges



Figure V-4 : Variations de la concentration en azote global dans l'eau d'entrée de la station de Limoges



Figure V-5 : Variations de la concentration en phosphore global dans l'eau d'entrée de la station de Limoges

Les corrélations entre les mesures d'absorbance et les paramètres caractéristiques sur la période du suivi montrent que la mesure de l'absorbance à 254 nm permet d'évaluer la concentration en DCO totale, en azote global et en phosphore total (figures V-6, V-8, et V-9) et que la mesure de l'absorbance de l'eau d'entrée à 546 nm permet une estimation correcte de la teneur en matières en suspension (figure V-7).

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-6 : Corrélation entre la mesure de la DCO totale dans l'eau d'entrée et la mesure de l'absorbance à 254 nm



Figure V-7 : Corrélation entre la mesure de la concentration en MES dans l'eau d'entrée et la mesure de l'absorbance à 546 nm





Figure V-8 : Corrélation entre la valeur de la concentration en azote global dans l'eau d'entrée et la valeur de l'absorbance à 254 nm

Figure V-9 : Corrélation entre la valeur de la concentration en phosphore global dans l'eau d'entrée et la valeur de l'absorbance à 254 nm

La mesure de l'absorbance de l'eau d'entrée, en ligne, semble être une méthode intéressante de contrôle en temps réel de la qualité de l'eau d'entrée. Certains appareils commerciaux proposent des mesures à des longueurs d'ondes fixes. Cela présente l'inconvénient de ne pas détecter la présence de composés absorbants à d'autres longueurs d'ondes. Une méthode plus efficace d'utilisation de l'absorbance UV pour la caractérisation d'une eau usée est proposée par THOMAS et coll. (1996) qui effectuent une mesure complète du spectre d'absorbance dans l'UV.

16

L'analyse du spectre repose alors sur la technique de déconvolution déterministe qui consiste à dire qu'un spectre est composé d'une somme de spectre dont chacun correspond à une espèce chimique définie. Cette technique pourra être développée lors de l'industrialisation du procédé.

# 1.2. <u>Contrôle de la phase de décantation et de la qualité de</u> l'eau de sortie

De nombreux paramètres influencent la biofloculation. Si la formation du floc dépend de la nature, des concentrations des différents éléments, de la gestion de l'alimentation, mais également de la concentration en oxygène et de l'hydrodynamique du réacteur, de nombreux articles font état de résultats contradictoires quant aux relations reliant les propriétés épuratoires d'un système, la structure du floc (taille, longueur des filaments), les propriétés de décantation (caractérisées par l'indice de décantation), la qualité des eaux de sortie (en terme de turbidité ou d'absorbance) et la qualité biochimique du floc (composition intracellulaire et extracellulaire).

Dans un procédé SBR, afin de favoriser la concomitance journalière des cycles de transformations, les populations bactériennes sont soumises à des alternances de périodes d'aération, de non-aération, de mélange, de non mélange, de diète et de suralimentation.

Le principal inconvénient de ce système de fonctionnement est une dérive de l'équilibre de l'écosystème bactérien en faveur d'un type d'écosystème adapté au genre de stress appliqué.

Cette dérive, si elle peut avoir une conséquence lente sur les rendements épuratoires, aura certainement une conséquence rapide sur la structuration et la constitution du floc bactérien. Les retours d'expérience quant à l'utilisation des systèmes SBR conventionnels montrent que ceux-ci peuvent souffrir d'une mauvaise séparation liquide solide caractérisée par un mauvais indice de boue (SVI > 200) (NG et DROSTE, 1989). Celle-ci peut être liée au fait que pendant plus de 50% du temps de fonctionnement, les microorganismes croissent dans un milieu appauvri en oxygène ce qui amène généralement au développement d'un bulking filamenteux. Cependant, pour d'autres auteurs au contraire, le gradient de concentration au cours du remplissage et l'alternance de périodes d'alimenteuses (HUDSON et coll., 2001).

La gestion des capacités de décantation du floc bactérien est fondamentale pour l'optimisation du procédé d'épuration non seulement parce qu'une mauvaise décantation est source de perte de matière dans l'effluent, décelable dans l'effluent sous forme de MES, mais également parce que bien souvent la déstructuration des flocs s'accompagne d'une augmentation des teneurs en substances dissoutes et d'une augmentation de la turbidité de l'effluent.

Les méthodes conventionnelles caractérisant la décantabilité sont l'indice de décantation (SVI) ou la vitesse maximale de décantation ( $v_0$ ). Ces mesures, simples de mises en œuvre et peu coûteuses, présentent les inconvénients d'être des mesures à posteriori, donnant une information tardive sur un dérèglement ayant déjà affecté la microflore bactérienne et le fonctionnement du procédé. D'autre part, ce sont des mesures globales sur l'état général d'une boue, qui ne fournissent d'informations sur la structure du floc et sur les conséquences de cette structure sur le procédé en terme d'épuration.

Ce chapitre propose de suivre par des méthodes non conventionnelles en assainissement les évolutions de la structure des flocs et leurs conséquences sur la qualité des eaux de sortie. Nous abordons le problème de la réponse du procédé SBR à des conditions de dysfonctionnement. Nous étudions cette réponse d'une part en conditions contrôlées par l'utilisation d'un substrat synthétique et d'autre part en conditions réelles au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle en cycles courts de 12 heures définis au chapitre III.

## 1.2.1. <u>Etude de l'effet d'une variation de charge réalisée avec</u> <u>une alimentation synthétique</u>

Les principaux dysfonctionnements liés à la décantation dans un SBR sont le développement d'une flore filamenteuse d'une part, et la défloculation des flocs due à des variations de charge d'autre part. Certains auteurs ont suivi la dégradation de la décantabilité des boues sous stress (oxygénation, charge organique) et ont observé des modifications de répartition granulométrique. Qu'ils s'agissent de mauvaise oxygénation ou de modifications importantes de charge organique, BARBUSINSKI ET KOSCIELNIAK, (1995) constatent l'augmentation de la taille des flocs par un développement des bactéries filamenteuses.

Le retour à la charge initiale ne ramène pas le floc à son état de départ mais le fragilise et induit, malgré un indice de décantation satisfaisant, une augmentation de la turbidité de l'effluent caractéristique du dysfonctionnement de décantation en « pin-point ».

Afin d'anticiper et de caractériser les effets d'une variation de charge sur le procédé, un réacteur de laboratoire (4,5L) est alimenté avec un effluent synthétique après une phase d'acclimatation puis soumis après stabilisation de la concentration en biomasse à une brusque augmentation de la charge massique. La temporisation du cycle est reportée dans le tableau (V-1).

Tableau V-1 : Temporisation (h) du cycle de 12 h à l'échelle du laboratoire, SBR plexiglas 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique

Remplissage	Réaction aérobie	Décantation	Vidange	Repos
Manuel instantané	9	2	0,17	0,83

La qualité des eaux de sortie est estimée par la mesure de turbidité et de la teneur en carbone organique dissous. L'état structurel des flocs est caractérisé par analyse d'images et leur propriétés de décantabilité par mesure des indices de décantation et des vitesses de décantation. Nous montrons ainsi l'existence de corrélations entre la structure des flocs et la qualité des eaux de sortie, l'objectif final étant d'établir des méthodes de gestion de l'alimentation sans nuire à la qualité des flocs.

# 1.2.1.1. <u>Effets d'une variation de charge qualité de l'eau de</u> sortie

L'utilisation d'un substrat synthétique ainsi que les conditions de fonctionnement mises en place (une phase d'aération unique très longue conduisant à de longues périodes de famine) conduisent au développement d'une flore filamenteuse. Après stabilisation de la concentration en biomasse , une augmentation brutale de la charge appliquée (de 0,06 à 0,15 kgDBO<sub>5</sub>.kgMES<sup>-1</sup>.cycle<sup>-1</sup>) ainsi qu'une diminution importante de l'âge des boues (de 25 à 5 jours) sont provoquées (figure V-10). La variation de charge est induite en multipliant par trois la concentration de l'eau d'entrée en COD.



Figure V-10 : Variation de charge massique (kgDBO<sub>5</sub>.kgMES<sup>-1</sup>.cycle<sup>-1</sup>) (□) et évolution de l'âge des boues (**\***) au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle du laboratoire (4,5L), alimenté avec un effluent synthétique

Les cycles ayant une durée totale de 12 heures, on considère que la charge journalière est double et que la variation de charge provoquée fait que l'on passe d'une situation de faible charge à une situation de forte charge. La littérature rapporte deux types d'effets suite à une augmentation de la charge massique dans un procédé SBR : une perte d'efficacité du système en terme de taux d'abattement (LAUGHLIN et coll., 1999), une détérioration de la qualité de l'eau de sortie par l'augmentation de la teneur en MES (YOONG et LANT, 2001).

La figure (V-11) montre que lorsque l'on induit une variation de charge (d'un facteur 2,5) au cours du fonctionnement du SBR, on observe une augmentation de la concentration de sortie en carbone organique dissous et une augmentation de la turbidité. Par contre la variation de charge n'affecte pas les performances épuratoires d'élimination de la DCO (figure V-12). Après augmentation de la charge, le taux d'abattement de la DCO n'augmente que transitoirement pour revenir à son niveau d'avant la variation de charge.



Figure V-11 : Evolution de la turbidité (×) et de la concentration en COD (▲) en sortie du SBR après une augmentation brutale de la charge au cours du fonctionnement du pilote (4,5L) à l'échelle du laboratoire, alimenté avec effluent synthétique



Figure V-12 : Evolution du taux d'abattement de la DCO après une variation de charge au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle du laboratoire (4,5L), alimenté avec un effluent synthétique

Les cycles de fonctionnement tels qu'ils ont été définis induisent de fortes périodes de famines. En effet on observe sur la figure V-13 que le carbone organique dissous est consommé très rapidement après le début du cycle. La vitesse de consommation de COD est environ deux fois plus rapide après la variation de charge due à une augmentation du débit d'aération. Ensuite l'aération continue alors qu'il n'y a plus de carbone disponible. Ce phénomène se produit souvent dans des procédés discontinus comme le procédé SBR. Cela peut induire une augmentation de la turbidité des eaux de sortie.

CHARMOT et coll. (1999) montrent que dans des procédés séquencés alimentés à forte charge, des produits microbiens solubles sont relargués pendant la période qui correspond aux conditions de privation. La quantité relarguée est proportionnelle à la durée de la phase de privation. Si une quantité trop importante est relarguée, cela conduit à la destructuration des flocs bactériens mieux connue sous le nom de « pin point ». Cette déstructuration conduit à l'augmentation de la turbidité en sortie et de la DCO dans une proportion de 4 kgDCO.kg Polyssacharides<sup>-1</sup>.



Figure V-13 : Evolution de la concentration en COD au cours d'un cycle de fonctionnement de 12h avant et après la variation de charge, à l'échelle du laboratoire (pilote de 4,5L), avec un effluent synthétique

L'effet conjugué d'une augmentation de la charge massique et d'un mode de fonctionnement tel qu'il existe au cours du cycle de longues périodes de privations conduisent à une détérioration de la qualité de l'eau de sortie par une augmentation de la DCO et de la turbidité, mais pas des performances épuratoires en terme de taux d'abattement de la DCO. Cette détérioration est due à une modification des propriétés de décantation.

## 1.2.1.2. <u>Effets d'une variation de charge sur les propriétés de</u> <u>décantation</u>

Afin d'évaluer l'impact de la variation de charge sur l'indice de décantation (SVI) et sur la vitesse de décantation  $v_0$  une mesure quotidienne de ces paramètres a été effectuée au cours du fonctionnement.

La figure V-14 montre qu'au cours du fonctionnement, différentes évolutions de l'indice de décantation et de la vitesse maximale de décantation sont observées. Entre le premier et le 8<sup>ème</sup> jour, l'indice de décantation augmente et la vitesse de décantation diminue sans que cela ne soit lié à aucune modification de la charge ni de la qualité de l'épuration ou de l'eau de sortie. Entre le 8<sup>ème</sup> et le 14<sup>ème</sup> jour, la vitesse de décantation et l'indice de décantation sont stables.
L'augmentation de la charge massique au jour 14 induit une diminution de l'indice de décantation, ainsi qu'une diminution de la vitesse de décantation. La diminution de l'indice de décantation est rapide entre le jour 14 et le jour 19 puis se stabilise.



Figure V-14 : Effets d'une variation de la charge massique sur l'évolution de l'indice de décantation ( $\bullet$ ) et de la vitesse maximale de décantation ( $\Box$ ) au cours du fonctionnement du pilote (4,5L) à l' échelle du laboratoire, alimenté avec effluent synthétique

Cette diminution rapide est corrélée à l'augmentation de la turbidité et de la concentration en COD constatée au cours du paragraphe précédent.

On observe figure V-15 que la diminution de l'indice de décantation est corrélée à l'augmentation de la turbidité et de l'absorbance à 546 nm. La modification des propriétés de décantation est liée à une augmentation de la teneur en matières en suspension dans l'eau de sortie. D'après ces résultats, l'utilisation de la mesure de la turbidité de l'eau de sortie est une mesure fiable de détection de problèmes liés à la décantation.



Figure V-15 : Corrélation entre l'indice de décantation et l'absorbance à 546 nm ( $\Delta$ ) et entre l'indice de décantation et la turbidité (\*) lors de l'augmentation de la charge massique au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle du laboratoire (4,5L), alimenté avec un effluent synthétique

Ces mesures globales, bien que largement utilisées sont cependant loin d'être idéales pour caractériser l'état structurel du floc bactérien et l'utilisation de techniques permettant de décrire plus précisément la structure des flocs comme l'analyse d'image, est une méthode alternative à la caractérisation des flocs.

## 1.2.1.3. <u>Caractérisation microscopique de la structure des</u> flocs : Utilisation de l'analyse d'image

Des photographies des flocs de boues activées, prises à différents moments au cours du fonctionnement et notamment avant et après la variation de charge massique (figure V-16 à V-19), montrent qu'une simple analyse visuelle permet de constater la modification de la structure des flocs due à la variation de la charge.



Figure V-16 : Photographie des flocs de boues prise à t 6 jours au cours du fonctionnement du réacteur à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique



Figure V-17 : Photographie des flocs de boues prise à t 14 jours (jour du changement de charge) au cours du fonctionnement du réacteur à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique



Figure V-18 : Photographie des flocs de boues prise à t 19 jours (pic de turbidité) au cours du fonctionnement du réacteur à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique Figure V-19 : Photographie des flocs de boues prise à t 21 jours (retour turbidité normale) au cours du fonctionnement du réacteur à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique

L'examen des images (grossissement \*100) montre que l'augmentation de la charge induit une diminution de la taille des flocs (figure V-18). Les flocs en forme de tête d'épingle sont caractéristiques du phénomène dit de « pin-point ». On observe beaucoup de petits débris dans le milieu. L'hypothèse d'une augmentation de la turbidité pour cause de phénomène de défloculation ou pin point semble confirmée.

Les paramètres mesurés par la méthodologie de l'analyse d'image vont nous permettre de quantifier ce phénomène de manière rigoureuse.

La mesure du nombre et de la longueur des filaments permet de caractériser physiquement un floc bactérien. Si ces mesures sont bien souvent manuelles, les techniques issues de l'analyse d'images couplées à des logiciels d'interprétation permettent de caractériser statistiquement une boue activée sur des données telles que le nombre de filaments, la longueur de ces filaments, la répartition volumétrique entre filaments et pelote, la présence d'unités individualisées, les nombres fractals, et ce, sur un nombre important de prises de vue. Des auteurs ont développé des procédures d'analyse d'images automatisées pour caractériser la morphologie du floc en terme de dimension fractale que l'on corrèle avec les propriétés de décantabilité. DA MOTTA et coll. (2001) ont validé sur une douzaine de station d'eaux usées une méthode automatisée d'analyse d'images afin de caractériser quantitativement les flocs et les bactéries filamenteuses dans l'objectif de contrôler les phénomènes de bulking filamenteux dans les stations d'épuration. La faisabilité de l'établissement de corrélation entre les paramètres issus de l'analyse d'images et des paramètres traditionnels caractérisant la décantation (SVI) a été montrée par DAGOT et coll. a) (2001) lors de mesures ponctuelles sur un réacteur séquentiel.

Afin d'une part de comprendre quels sont les processus qui conduisent à l'augmentation de la turbidité de sortie et à la modification des propriétés de décantation et, d'autre part, afin d'évaluer l'efficacité de la méthode dans le but de l'utiliser comme moyen de contrôle du procédé, des photographies des flocs de boues activées ont été prises tout au long du fonctionnement du réacteur. L'analyse des images a été menée à Nancy par M.N. PONS; les résultats obtenus sont représentés sur les figures V-20 à V-23 et sont exprimés en terme de surface de floc, longueur et nombre de filaments par image.

La figure V-20 montre qu'au cours du fonctionnement, la taille des flocs a tendance à augmenter. La longueur et le nombre des filaments augmentent au cours du fonctionnement jusqu'au moment où l'augmentation de la charge (jour 14) provoque une diminution très importante du nombre de filaments et de leur longueur (figures V-21 à V-23). Ces deux paramètres finissent quasiment par s'annuler à la fin du suivi.

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-20 : Evolution de la surface des flocs au cours du fonctionnement à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L,alimenté avec un effluent synthétique



Figure V-21 : Evolution du nombre de filaments par image cours du fonctionnement à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique



Figure V-22 : Evolution de la longueur des filaments au cours du fonctionnement à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique



Figure V-23 : : Evolution de la fraction de filaments par image au cours du fonctionnement à l'échelle du laboratoire, pilote 4,5L, alimenté avec un effluent synthétique

L'augmentation la surface des flocs (figure V-20) est en contradiction avec l'hypothèse de la présence de flocs en tête d'épingle qui conduirait plutôt à une diminution de la taille des flocs. Par contre les évolutions du nombre et de la longueur des filaments confirment tout à fait l'hypothèse d'un réarrangement des flocs bactériens caractérisé par la rupture et la disparition des filaments (état de défloculation). L'augmentation de la turbidité est liée à la présence de morceaux de filaments dans l'eau de sortie.

L'indice de décantation, la turbidité, le nombre et la longueur des filaments présentent des allures similaires après la variation de charge. Afin de déterminer une stratégie de contrôle appropriée, les paramètres de mesure globale (turbidité, indice de décantation) sont corrélés à des paramètres de caractérisation précise de la structure des flocs comme la longueur ou le nombre des filaments.

Les figures V-24 et V-27 montrent que l'on obtient de bonnes corrélations entre les caractéristiques des flocs de boues activées fournies par l'analyse d'image et une caractéristique globale comme l'indice de décantation (SVI). Cette observation indique que les propriétés de décantation sont directement liées à la structure des flocs et à l'équilibre relatif entre les bactéries filamenteuses et les bactéries formant des flocs. La disparition des bactéries filamenteuses se caractérise par une diminution du nombre et de la longueur des filaments et par une diminution de l'indice de décantation.





Figure V-24 : Corrélation entre la longueur des filaments et l'indice de décantation après la variation de charge (entre le jour t 14 et le jour t 22)

Figure V-25 : Corrélation entre le nombre de filaments et l'indice de décantation après la variation de charge (entre le jour t 14 et le jour t 22)

Les corrélations entre l'augmentation de la turbidité et les caractéristiques des flocs de boues données par l'analyse d'image sont moins évidentes (figures V-26 et V-27). Les corrélations ne sont linéaires qu'entre le jour 14 et le jour 19. Cette période correspond en fait très exactement au moment de la défloculation qui conduit à l'augmentation de la turbidité due au réarrangement des flocs et à la rupture des filaments caractérisée par la diminution de la longueur et du nombre de filaments.

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-26 : Corrélation entre la turbidité et la longueur des filaments après la variation de charge entre le jour t 14 et le jour t 19

Figure V-27 : Corrélation entre la turbidité et le nombre de filaments après la variation de charge entre le jour t 14 et le jour t 19

L'étude réalisée à partir d'un effluent synthétique et d'une variation de charge provoquée montre que la mesure de la turbidité permet de détecter très rapidement une modification des propriétés de décantation et de la structure des flocs. Cependant cette mesure est ponctuelle et ne permet pas de caractériser précisément des modifications profondes de la structure des flocs. L'analyse d'image permet d'y remédier en apportant des informations précises sur l'évolution de la structure des flocs, leur taille, leur organisation, et sur la longueur et le nombre des filaments.

## 1.2.2. <u>Cas d'un dysfonctionnement avec un effluent réel,</u> <u>Surcharge ou arrêt de l'alimentation : incidence sur les</u> <u>propriétés de décantation</u>

Les études réalisées au chapitre IV montrent que les caractéristiques de l'eau d'entrée de la station de Limoges évoluent au cours du temps, et des variations de charge sont induites périodiquement. De plus, d'autres types de perturbations peuvent intervenir au cours du fonctionnement, comme par exemple un arrêt de l'alimentation (du à une panne de la pompe): la phase de jeûne forcé puis de retour de l'alimentation peuvent être perçues comme des perturbations importantes pour le procédé.

Un suivi des propriétés de décantation et de la qualité de l'eau de sortie est réalisé au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi industrielle. Ce suivi est effectué pour une période de 3 mois correspondant au fonctionnement du pilote en cycles de 12 heures (cycles courts) définis au chapitre III. Ce suivi valide les corrélations établies au chapitre 1.2.1.3. précédent entre des mesures rapides (turbidité) et les mesures classiques de caractérisation de la décantation (SVI,  $v_0$ ) et met en évidence des points de contrôle en ligne de la décantation.

# 1.2.2.1. <u>Effets des variations de la charge massique sur la</u> gualité de l'eau de sortie

Au cours du chapitre IV, une étude comparée de l'évolution de la charge massique et des concentrations de sortie en DCO, NGL et Ptotal montre que les variations de charge provoquent des augmentations des concentrations de sortie qui aboutissent dans certains cas à un dépassement de la norme pour les cycles courts (12h) (figures IV-4 à IV-6). De plus, une panne de la pompe d'alimentation le jour 34 a perturbé le fonctionnement du pilote. Les variations de charge massique et de la turbidité de l'eau de sortie au cours du suivi sont représentées sur la figure V-28.



Figure V-28 : Evolution de la charge massique de l'eau d'entrée (trait plein) et de la turbidité de l'eau de sortie (×) au cours du fonctionnement du pilote en cycles de 12h à l'échelle semi-industrielle

L'évolution de la turbidité de l'eau de sortie est liée aux variations de la charge massique d'entrée. La figure V-28 montre une augmentation importante de la turbidité le 34<sup>ème</sup> jour du suivi consécutive un arrêt du réacteur du à une panne de la pompe d'alimentation. Les conditions de jeûne induites conduisent à un comportement similaire à celui observé précédemment lors d'une variation importante de la charge avec l'effluent synthétique. Le système réagit en peu de jours pour retrouver un niveau de turbidité normal.

## 1.2.2.2. <u>Effets des variations de charge quotidienne sur les</u> propriétés globales de décantation du réacteur

Les figures V-29 et V-30 représentent l'évolution de l'indice de décantation (SVI) et de la vitesse de décantation ( $v_0$ ) au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi industrielle avec les cycles de 12 heures définis au chapitre III en relation avec les variations de la charge massique à l'entrée du pilote. Les évolutions du SVI et de  $v_0$  peuvent être décrites selon trois zones. Entre t 0 et t 34 jours les évolutions des deux paramètres sont stables et indépendantes des variations de charge : le SVI se situe aux alentours de 130 ml.g<sup>-1</sup> et la vitesse de décantation aux alentours de 1,3 m.h<sup>-1</sup>. L'événement survenu le 34<sup>ème</sup> jour provoque une diminution de l'indice de décantation et une augmentation de la vitesse maximale de décantation. Les modifications imposées semblent irréversibles puisque les valeurs de  $v_0$  et du SVI ne reviennent pas à leur niveau d'avant la panne. Dans un troisième temps vers le 40<sup>ème</sup> jour, les valeurs du SVI et de  $v_0$  retrouvent un état quasi stationnaire à des valeurs oscillant autour de 80 ml.g<sup>-1</sup> et de 2,5 m.h<sup>-1</sup> respectivement.



Figure V-29 : Evolution de l'indice de décantation (●) et de la charge massique de l'eau d'entrée (trait plein) au cours du fonctionnement du pilote en cycles de 12h à l'échelle semi-industrielle

*Chapitre V* : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.



Figure V-30 : Evolution de la vitesse maximale de décantation et de la charge massique de l'eau d'entrée au cours du fonctionnement du pilote en cycles de 12h à l'échelle semi-industrielle

Comme lors des travaux en laboratoire sur un effluent synthétique, la surcharge massique induit des modifications des propriétés de décantation. Cependant, la vitesse augmente quand l'indice de décantation diminue, alors qu'elle diminuait dans le cas précédent.

La figure V-31 montrent que les deux mesures de caractérisation de la décantation corrèlent parfaitement entre elles.



Figure V-31 : Corrélation entre la vitesse maximale de décantation et l'indice de décantation au cours du fonctionnement du pilote en cycles de 12 heures à l'échelle semi-industrielle

Figure V-32 : Evolution de l'indice de décantation (●) et de la vitesse maximale de décantation (□) en fonction de la turbidité au moment de l'arrêt de la pompe d'alimentation

La figure V-32 représentant l'évolution de la vitesse de décantation et de l'indice de décantation en fonction de la turbidité entre le jour 34 et le jour 40 montre que la mesure de la turbidité est effectivement un bon indicateur des perturbations des propriétés de décantation . Le SVI diminue quand la turbidité augmente et la vitesse de décantation réagit inversement.

Cependant cette mesure est ponctuelle, la turbidité augmente au moment où se produit la modification des valeurs des indices globaux de décantation puis lorsque ces valeurs se stabilisent à nouveau la turbidité retourne à son seuil de base. Pourtant on observe sur les figures V-29 et V-30 que les perturbations induites par le dysfonctionnement font que l'indice de décantation et la vitesse maximale de décantation ne retrouvent pas leur valeur initiale prouvant que des modifications de la structure des flocs ont probablement eu lieu.

#### 1.3. <u>Contrôle de la phase de réaction</u>

L'une des principales causes de non respect des normes réside dans une gestion inadéquate de la durée des différentes étapes du cycle en relation avec les variations de charge à l'entrée du réacteur même si l'allongement de la durée des phases ou le principe du double remplissage permettent une certaine minimisation de l'impact des variations de la charge sur la qualité de l'eau de sortie (chapitre IV). Ce problème est énoncé dans la littérature et la plupart des procédures de contrôle se sont orientées vers une optimisation de la gestion de la durée des étapes du cycle. Une gestion fine de la durée des différentes étapes d'aération ou de non aération permet 1) d'augmenter la productivité du système en réduisant la durée des phases à leur durée minimale, 2) de réduire les dépenses d'énergie dues à l'apport d'oxygène notamment et 3) de fiabiliser le procédé .

L'étude bibliographique montre que différentes méthodes peuvent être appliquées : certains auteurs utilisent la modélisation mathématique afin de prédire en fonction des valeurs mesurées sur l'eau d'entrée le temps nécessaire pour le traitement, d'autres encore décrivent des méthodes à base de réseaux de neurones, et enfin de nombreuses études montrent que l'utilisation des profils d'évolution de certains capteurs, au cours du temps, permet d'assurer une gestion fine des phases de réaction.

Cette dernière méthode est particulièrement intéressante de part sa simplicité de mise en œuvre industrielle et sa fiabilité. Au cours de ce chapitre nous décrirons de quelle manière l'utilisation des profils d'évolution du pH, du potentiel rédox ou de la concentration en oxygène dissous sont associés aux réactions biologiques.

Les points de contrôle sont définis à partir d'un cycle long d'une durée de 24 heures, décrit au chapitre IV. Ce cycle de fonctionnement a permis, de par la durée de ses différentes phases, de mettre en parallèle les profils d'évolution des valeurs de trois capteurs : pH , potentiel rédox, oxygène dissous, et les évolutions des différentes espèces du carbone de l'azote et du phosphore de manière à mettre en évidence notamment : la fin des phases de nitrification, et de dénitrification, la fin de la consommation du carbone ou encore l'arrêt du cycle avant le relargage du phosphore.

## 1.3.1. <u>Utilisation de la mesure du pH pour la détection de la fin</u> <u>de la phase de nitrification et de dénitrification</u>

Au cours du processus d'élimination de l'azote, le pH varie. Selon les équations I-2 et I-3 la phase de nitrification conduit à une production de protons qui provoque une diminution du pH. Au cours du processus de dénitrification (équations I-5 et I-6), il se produit le phénomène inverse, les protons sont consommés et le pH augmente. Le profil d'évolution du pH en fonction du temps présente deux points caractéristiques qui correspondent respectivement à la fin de la nitrification et à la fin de la dénitrification. La fin de la nitrification est marquée par un minimum de valeurs du pH que l'on retrouve dans la littérature sous le nom de « ammonia vallee », tandis que la fin de la dénitrification est caractérisée par un maximum de valeurs du pH connu sous le nom de « nitrate apex » (PAUL et coll., 1998 ; PLISSON-SAUNE et coll., 1996).

Le suivi horaire du cycle de 24 heures décrit au chapitre IV et la superposition des profils d'évolution des différentes espèces du carbone de l'azote et du phosphore au profil d'évolution du pH met en évidence ces deux points de contrôle (figures V-33 à V-35).

D'après des études conduites à l'INSA de Toulouse, il semblerait que le fort bruitage des courbes pH provienne en partie des phénomènes de stripping de  $CO_2$ , lors des phases aérées, perturbant les équilibres calco-carboniques.

Les figures V-33 et V-35 montrent que le minimum des valeurs du pH est associé à la fin de la consommation de la DCO soluble et à la fin de la transformation des ions ammonium en ions nitrate (phases aérobies 1 et 2). Au cours des phases anoxiques (2 et 3) la disparition des ions nitrate correspond au maximum des valeurs du pH (figure V-35). Les phases aérobie 1 et anoxie 3 auraient pu être arrêtées plus tôt : dans le premier cas cela aurait évité une sur-aération (d'autant que l'on atteint la norme en sortie pour le phosphore en même temps que la fin de la dénitification) et dans le second (phase anoxie 3), le relargage intempestif d'ions orthophosphate à la fin du cycle (figure V-34).

*Chapitre V* : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.



Figure V-33: Evolution de la concentration en DCO soluble (▲) et du pH au cours d'un cycle de 24h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle



Figure V-34 : Evolution de la concentration ions orthophosphate (×) et du pH au cours d'un cycle de 24h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-35 : Evolution des concentrations en ions nitrate (■), ions nitrite (□), ions ammonium (O) et du pH au cours d'un cycle de 24h avec double remplissage, à l'échelle semi –industrielle

## 1.3.2. <u>Utilisation de la mesure du potentiel rédox pour détecter</u> <u>la fin de la phase de dénitrification</u>

De nombreux exemples dans la littérature montrent que la mesure du potentiel rédox peut être utilisée de manière efficace dans le contrôle du procédé. PAUL et coll. (1998), PLISSON-SAUNE et coll. (1996), définissent 3 points d'inflexion : 1 en aérobie (correspond à la fin de la consommation des ions ammonium en aérobie) et 2 en anoxie (marquent respectivement le début de la phase anoxique et la disparition des ions nitrate nommé « nitrate knee »). La mesure du potentiel rédox a souvent été contestée, notamment parce que pour un milieu donné, deux sondes n'ayant pas subit le même traitement de surface pouvaient donner des valeurs différentes (HEDUIT et coll., 1987). Afin de palier à cet inconvénient, notre détection est fondé sur l'évolution des valeurs et non sur une valeur seuil comme cela pouvait se faire précédemment.

La superposition des profils d'évolution des différentes espèces ioniques et de l'évolution du potentiel rédox au cours d'un cycle de 24 heures permet de distinguer notamment le point d'inflexion ou « nitrate knee » de la courbe du potentiel rédox au cours des phases anoxies 2 et 3 (voir figures V-36 et V-37).

Les deux « nitrate knee » désignés sur la figure V-36 correspondent à la fin des phases de dénitrification exogène et endogène. La phase anoxie 3 notamment est trop longue et s'étend au delà de la disparition des ions nitrate ce qui crée des conditions anaérobies favorables au relargage du phosphore à la fin du cycle (t = 19 heures), et détériore la qualité de l'eau de sortie (figure V-37).

Nous n'avons pas observé au cours de cette étude les deux autres points d'inflexion  $\alpha$  et  $\beta$  mentionnés par la littérature.



Figure V-36 : Evolution des concentrations en ions nitrate (■), ions nitrite (□) ions ammonium (O) et du potentiel rédox (Eh) au cours du cycle de 24h avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle



Figure V-37 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate (×) et du potentiel rédox (Eh) au cours du cycle de 24h avec double remplissage à l'échelle semi-industrielle

## 1.3.3. <u>Utilisation de la consommation d'oxygène pour la</u> <u>détection la fin de la phase de nitrification et la fin de la</u> <u>consommation du carbone rapidement biodégradable</u>

La mesure de la concentration en oxygène dissous pour le contrôle du fonctionnement d'un SBR peut être utilisée de plusieurs manières :

- Si la concentration en oxygène dissous ne fait pas l'objet d'une régulation, la fin de la phase de nitrification est indiquée par l'annulation de la dérivée première (PAVELJ et coll., 2001 ; IP et coll., 1987). Il est également possible d'utiliser des respiromètres extérieurs qui renvoient l'information vers le process (LAROYE, 1997).
- Si la concentration en oxygène dissous fait l'objet d'une régulation, la vitesse de consommation d'oxygène par les microorganismes (ro<sub>2</sub>) est calculée en ligne et est représentée par la pente des segments de droites correspondant à la diminution de la concentration en oxygène dissous à partir du temps d'arrêt de l'aération (JOHANSEN et coll., 1997).

Au cours des phases d'aération une régulation PID (Régulation automatique à action Proportionnelle, Intégrale, Dérivée) induit une régulation de l'apport d'oxygène compris entre 2 et 5 mg/l. Les profils de concentration en oxygène dissous ont l'allure suivante (figure V-38):



Figure V-38: Evolution de la concentration en oxygène dissous au cours d'un cycle de 24 heures à l'échelle semi-industrielle

Au cours des phases d'aération sur les tronçons de courbes compris entre 5 et 2 mg. $L^{-1}$  le terme de transfert d'oxygène est nul. Les vitesses de consommation d'oxygène sont obtenues à partir des équations V-1à V-3 :

$$\frac{dC_L}{dt} = k_L a \left( C^* - C_L \right) - q O_2 X$$
 Équation V-1

 $C^*$ : concentration en oxygène dissous en mg.L<sup>-1</sup> à la saturation.  $qO_2$ : vitesse spécifique de consommation d'oxygène par la biomasse (mg O<sub>2</sub>.s<sup>-1</sup>.gX<sup>-1</sup>). X: concentration de la biomasse (g.L<sup>-1</sup>).  $C_L$ : concentration en oxygène dissout dans le réacteur en mg.L<sup>-1</sup>

 $k_L a$ : coefficient volumétrique de transfert en s<sup>-1</sup>.

Cette équation peut aussi s'écrire (équation V-2):

$$r_{02} = OUR = qO_2 X = k_L a (C^* - C_L) - \frac{dC_L}{dt}$$
 Équation V-2

Si le k<sub>L</sub>a est nul, l'équation V-3 s'écrit alors :

$$r_{O 2} = \frac{dO 2}{dt} = q_{O 2} X$$

La superposition des profils d'évolution des différentes espèces ioniques de l'azote au profil d'évolution de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse (ro<sub>2</sub>) est représentée sur la figure V-39. Au cours des phases d'aération 2 et 3, l'évolution de  $qO_2X$  en fonction du temps présente des points d'inflexions qui correspondent à la fin de la phase de nitrification et de consommation de la DCO soluble rapidement biodégradable (figure V-39).

Équation V-3

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-39: Evolution des concentrations en ions nitrate ( $\blacksquare$ ), ions ammonium (O) de la DCO soluble ( $\blacktriangle$ ) et de la vitesse de consommation d'oxygène qO<sub>2</sub>X (trait gras) au cours d'un cycle de 24h avec double remplissage, à l'échelle semi-industrielle

La consommation d'oxygène par la biomasse est principalement liée aux besoins de la nitrification et à l'oxydation du carbone. Lorsque ces deux phénomènes sont terminés la vitesse de consommation de carbone chute jusqu'à une valeur minimale, correspondant certainement à une consommation nécessaire à la maintenance cellulaire.

Ainsi, il est possible de mettre en évidence trois points de contrôle de la fin de la nitrification et de la dénitrification.

- au cours des phases aérobies, un minimum de l'évolution du pH au cours du temps et un point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène qui marquent la fin de la nitrification, la fin de l'oxydation de la DCO soluble ou encore la fin de la reconsommation du phosphore,
- au cours des phases anoxiques, un maximum de l'évolution du pH au cours du temps et un point d'inflexion de l'évolution du potentiel rédox associés à la fin de la dénitrification.

## 2. <u>Mise en œuvre d'une procédure de contrôle de la</u> <u>durée des phases de réaction par l'utilisation</u> conjointe de trois capteurs

L'étude des cycles longs de 24 heures réalisée au chapitre 1.3. montre qu'il existe un lien entre des points caractéristiques des profils d'évolution des capteurs de mesure du pH, du potentiel rédox et de la vitesse de consommation d'oxygène et la fin de certaines réactions biologiques. La fin de la nitrification est marquée par un minimum de l'évolution du pH et un point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse. La fin de la dénitrification est marquée par un maximum de l'évolution du pH et un point d'inflexion de l'évolution du potentiel rédox. Un arrêt des phases consécutif à la détection de ces évènements permettrait d'optimiser l'élimination de l'azote, d'améliorer celle du phosphore et ainsi d'augmenter la productivité du système.

## 2.1. <u>Définition des algorithmes de contrôle pour la détection</u> <u>des points caractéristiques</u>

Les algorithmes de contrôle ont été définis après une étude approfondie des profils d'évolution des différents capteurs au cours des cycles de 24 heures comme décrit au chapitre 1.3. L'exploitation des courbes associées à l'évolution du pH, du potentiel rédox et de l'oxygène a nécessité un lissage avant de rechercher les points caractéristiques. Les méthodes de lissage des courbes et de recherche des points caractéristiques sont décrites dans la partie matériels et méthodes (chapitre II). Des essais réalisés à partir de la campagne de mesure menée sur les cycles de 24 heures ont permis de définir les coefficients de filtrage les mieux adaptés.

#### 2.1.1. Contrôle de la durée des phases aérobies 1 et 2

L'objectif du contrôle des phases aérobies est de détecter la fin de la phase de nitrification. Le contrôle de la durée des phases aérobies est fondé sur l'utilisation des profils d'évolution du pH et de la concentration en oxygène dissous en aération régulée.

En phase aérobie, le schéma de principe de la détection est reporté sur la figure V-40. Le changement de phase est déclenché lorsque l'on détecte un point caractéristique : soit le minimum de la fonction mathématique associée à l'évolution du pH, soit le point d'inflexion de la fonction mathématique associée à la vitesse de consommation d'oxygène.



#### Figure V-40 : Méthodologie de contrôle de la phase aérobie

L'originalité de la méthode développée, en comparaison avec les données de la littérature, repose sur deux points :

- l'utilisation de deux capteurs par phase permet de prévenir la défaillance de l'un ou l'autre des capteurs,
- la vitesse de consommation d'oxygène est mesurée directement dans le réacteur et non à l'aide d'un capteur extérieur sur les courbes de régulation.

La défaillance de l'un ou l'autre des capteurs peut avoir plusieurs causes : 1) des causes d'ordre technique (étalonnage, connections, défaillance de l'électronique) 2) la présence d'éléments toxiques dans l'effluent peut modifier le profil d'évolution et enfin 3) lorsque l'effluent est peu chargé, il n'y a pas de points d'inflexion sur la courbe de la vitesse de consommation d'oxygène ; dans ce cas seule la mesure du pH est exploitable.

#### 2.1.2. Contrôle des durées des phases anoxiques 2 et 3

Nous avons vu au cours du chapitre 1.3. que le contrôle de la durée des phases anoxiques permet de détecter la fin du processus de dénitrification endogène ou exogène et d'éviter le relargage de phosphore en fin de cycle. La détection de la fin de la phase de dénitrification nécessite l'utilisation des profils d'évolution du pH et du potentiel rédox.

Comme dans le cas des phases aérobies, deux capteurs peuvent induire le changement de phase. Le déclenchement du changement de phase est effectué lorsque l'on a détecté soit le point d'inflexion de la fonction mathématique associée au profil d'évolution du potentiel rédox soit le maximum de la fonction mathématique associée au profil d'évolution du pH. Au début des phases anoxiques, il existe une courte période de temps au cours de laquelle la concentration résiduelle en oxygène dissous perturbe le profil d'évolution du potentiel rédox, ce qui peut à terme induire une détection erronée. Afin de pallier à ce problème, les calculs ne commencent en phase d'anoxie que lorsque la valeur de la concentration en oxygène dissous devient inférieure à 0,5 mgO<sub>2</sub>.L<sup>-1</sup>. En phase anoxique le principe du contrôle des phases est reporté sur la figure V-41.

Comme dans le cas précédent, l'utilisation de deux capteurs permet de remédier à des problèmes de défaillance de l'un ou l'autre des capteurs. La présence des deux capteurs permet un gain de temps car le changement de phase est induit dès qu'un point caractéristique est détecté sur l'un ou l'autre des profils.



Figure V-41 : Méthodologie de contrôle des phases anoxiques

#### 2.1.3. <u>Détermination des coefficients de filtrage</u>

L'utilisation des profils d'évolution des capteurs nécessite la mise en oeuvre d'outils mathématiques pour le lissage des courbes d'origine souvent bruitées et pour la détection des points caractéristiques (minima, maxima, points d'inflexion). Une étude prédictive réalisée à partir des enregistrements obtenus sur plus de 15 cycles de 24 heures, a permis de définir les coefficients de filtrage les plus appropriés pour chacun des capteurs utilisés et pour chacune des phases anoxiques ou aérobies. Les résultats de l'investigation sont reportés dans le tableau V-2.

	Anoxie 1 et 2		Aérobie 1 et 2			
otentiel rédox		pH	Oxygène dissous	рН		
50		60	1	1		
		60	1	1		

Tableau V-2 : Coefficients de filtrage appliqués aux courbes associées aux évolution du pH, du potentiel rédox et de l'oxygène dissous

L'évolution du pH en phase aérobie est de fréquence élevée. Le bruit de mesure est faible, car l'amplitude des valeurs est relativement grande par rapport au seuil de sensibilité du capteur. Le signal est très légèrement filtré (coefficient T=1), essentiellement pour éliminer d'éventuels plateaux qui masqueraient des sommets. L'algorithme de détection des sommets sur un voisinage simple est utilisé. Les points bas sont détectés, puis mémorisés afin d'analyser leur évolution générale. Le motif est validé lorsqu'un point bas d'une valeur plus élevée que celle de ses prédécesseurs est détecté.

La régulation de l'apport d'oxygène entre un seuil bas et un seuil haut (2 et 5 mg  $O_2.L^{-1}$ ) fait que la courbe des mesures de l'oxygène dissous mesuré en phase aérobie et en fonction du temps, est en forme de dents de scie. La pente des sections décroissantes diminue sensiblement lorsque le processus est terminé. Les pentes sont détectées en repérant les sommets hauts et bas, sur un voisinage simple après un filtrage léger (T=1). Au lieu de déterminer la pente exacte des segments de droite, nous considérons simplement leur durée en nombre de points de mesure, qui lui est inversement proportionnelle puisque l'échantillonnage du signal est régulier.

En phase anoxie, la courbe des mesures du pH présente un maximum qui indique la fin du processus. L'amplitude de variation des mesures est faible devant la précision du capteur. Le signal est donc fortement bruité et un filtrage assez fort (T=60) est nécessaire. Des sommets locaux peu marqués risquent de subsister après le filtrage. Comme un filtrage encore plus important introduirait un retard excessif, l'algorithme de détection du sommet sur un voisinage étendu est utilisé. Il est imposé au signal d'être croissant pendant au moins 4 périodes successives puis décroissant pendant 3 périodes pour que le sommet soit accepté.

En anoxie, l'évolution du potentiel rédox présente un bruit important. Il est donc nécessaire comme dans le cas du pH d'appliquer un coefficient de filtrage important. D'autre part, la détection du point d'inflexion nécessite d'exploiter les dérivés première et seconde. Afin d'obtenir des résultats fiables, il est nécessaire d'effectuer un lissage des courbes associées. Dans un souci de simplification, le coefficient de filtrage appliqué pour le filtrage des 3 courbes (origine, dérivé première et dérivé seconde) est le même. Lorsque l'on utilise un coefficient de filtrage d'une valeur intermédiaire (T=50), on élimine le bruit sur les trois courbes sans que cela n'affecte la détection de l'annulation de la dérivée seconde. Nous choisirons donc d'utiliser cette valeur au cours de l'étude.

Les algorithmes de contrôle ainsi que les coefficients de filtrage définis sont appliqués au contrôle en ligne de la durée des phases des cycles de 24 heures. Les résultats de la campagne de mesure associée sont consignés dans le chapitre 2.2. suivant.

## 2.2. <u>Mise en place des algorithmes de contrôle pour la gestion</u> <u>des phases du pilote semi-industriel</u>

La méthodologie de détection de fin des phases anoxiques et aérobies est mise en place à l'échelle semi-industrielle. Le cycle de 24 heures défini au cours du chapitre IV permet de traiter correctement l'azote cependant des problèmes persistent quant à l'élimination du phosphore. Ces problèmes sont en partie dus à une mauvaise gestion de la durée des phases aérobie 1 et anoxie 3 notamment. L'algorithme de contrôle défini sera appliqué à ce cycle de 24 heures dans le but d'optimiser l'élimination du carbone de l'azote et du phosphore.

Le tableau V-3 met en parallèle les temporisations appliquées au cours des cycles de 24 heures et les capteurs utilisés dans la nouvelle procédure pour le contrôle de la durée des phases.

## Tableau V-3 : Temporisation de sécurité en heure et capteurs utilisés pour le contrôle des phases des cycles mis en œuvre à l'échelle semi-industrielle, base des cycles de 24h

Anoxie 1 (R*)	Aérobie 1	Anoxie 2 (R*)	Aérobie 2	Anoxie 3	Aérobie3	Décantation	Vidange	Repos
3	6	4	3	5	0.5	1,5	0.5	0,5
T'	O <sub>2</sub> dissous	pН	O <sub>2</sub> dissous	pН	T'	T'	T'	T'
	pН	Potentiel	pН	Potentiel				
		rédox		rédox				

R\* : la durée du remplissage est comprise dans la durée de l'étape associée.

T' : signifie que la temporisation gère la durée de la phase

NB : la temporisation de sécurité de la phase aérobie 2 passe de 2 à 3 heures de manière à laisser le temps au mode de détection de calculer les points caractéristiques. La durée de cette phase est allongée au détriment de la phase anoxie 3 qui passe de 6 à 5 heures. Le double remplissage est conservé.

Les algorithmes de contrôle sont appliqués au cours des phases aérobies 1 et 2 et des phases anoxies 2 et 3 du cycle long de 24 heures. Les temporisations du cycle long sont conservées en sécurité en cas de panne générale des capteurs.

Les conditions de fonctionnement sont reportées dans le tableau V-4.

Tableau V-4 : Conditions moyennes de fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle au cours de la campagne de mise en place des algorithmes de contrôle pour la gestion de la durée des phases

DCO <sub>m</sub> (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	NGL <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal <sub>m</sub> (mgP.L-1)	Cm <sub>m</sub> (kg DBO <sub>5</sub> . kg MES <sup>-1</sup> . cycle <sup>-1</sup> )	Âge des boues (j)	Production de boue <sub>m</sub> (kg MES. kg DBO <sub>5</sub> <sup>-1</sup> .cycle <sup>-1</sup> )	Temps de rétention hydraulique (i)
$653 \pm 325$	52 ± 18	9 ± 3,7	$0,04 \pm 0,02$	30	0,43 ± 0,2	2

Les valeurs reportées dans le tableau sont des valeurs moyennes représentatives de la campagne de mesure. L'âge de boue appliqué correspond à celui défini comme permettant un fonctionnement optimal au chapitre III. La charge appliquée est telle que l'on se situe dans le domaine des faibles charges.

La mise en place de cette procédure de contrôle de la durée des phases a pour but de réduire la durée de chaque phase du cycle de manière à augmenter la productivité du système, améliorer l'élimination des différents éléments, notamment de l'azote et du phosphore, et de s'adapter à une modification du cahier des charges (traitement du carbone uniquement ou du carbone et de l'azote ou du carbone de l'azote et du phosphore).

#### 2.2.1. <u>Performances épuratoires globales</u>

#### 2.2.1.1. Respect des normes

Les taux d'abattement et les concentrations de sortie sont suivis au cours du fonctionnement. Afin de vérifier que le mode de contrôle de la durée des phases mis en place est efficace, nous avons comparé les résultats obtenus à ceux mesurés précédemment pour les cycles de 24 heures à un âge des boues comparable (tableau V-5).

Les taux d'abattement et les concentrations de sortie sont conformes à la norme et sont meilleurs que ceux obtenus au cours des cycles décrits au chapitre III (cycles courts de 12heures) et IV (cycles longs de 24 heures). La procédure de contrôle mise en place a donc permis d'optimiser le fonctionnement du procédé SBR par rapport à l'élimination du carbone, de l'azote, du phosphore et des matières en suspension. Le taux d'abattement de l'azote global passe à 96% contre 92% et 82% pour les cycles longs et courts. La concentration de sortie d'une valeur de 2 mgN.L<sup>-1</sup> est comparable à celle obtenue pour les cycles longs. L'amélioration de l'élimination du phosphore est importante puisque l'on passe de taux d'abattement de 71 et 79% respectivement pour les cycles longs et courts à un taux d'abattement de 88%.

-	Taux d'abattement moyens (%)				Concentrations moyennes de sortie			
-	DCO <sub>m</sub>	NGL <sub>m</sub>	Ptotal <sub>m</sub>	MES <sub>m</sub>	DCO <sub>m</sub> (mgO <sub>2</sub> .L <sup>-1</sup> )	NGL <sub>m</sub> (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal <sub>m</sub> (mgP.L <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> (mg.L <sup>-1</sup> )
Cycle test (30j)	94 ± 3	96 ± 2	88±10	97 ± 2	$32 \pm 8$	2±1	$1,4 \pm 2$	7,4±5
Cycle 24h (30j) Cycle long	97 ± 2	92 ±10	71±17	97 ± 2	21 ± 3	3 ± 3	$2 \pm 1$	8 ± 3
Cycle 12h (28j) Cycle court	94 ± 3	82 ±7	79 ±17	96 ± 3	$26\pm8$	11±5	1,7 ± 1	9 ± 4
Norme	75	70-80	80	90	125	10-15	2	87,5

 Tableau V-5 : Comparaison des taux d'abattement moyens et des concentrations moyennes de sortie

 obtenus pour les cycles longs et courts et le cycle optimisé (cycle test)

## 2.2.1.2. <u>Impacts de la procédure de contrôle sur la réduction</u> <u>de la durée du cycle</u>

L'objectif de la procédure de contrôle réside non seulement dans l'amélioration des performances épuratoires, ce qui a été réalisé, mais aussi dans l'augmentation de la productivité. La réduction de la durée des phases à leur temps minimum mais néanmoins suffisant pour accomplir les réactions biologiques permet de traiter une même quantité d'effluent en un temps plus court.

Le tableau V-6 permet de comparer les durées moyennes des phases lorsque l'on applique la procédure de contrôle, aux durée imposées par la temporisation des cycles de 24 heures, et d'exprimer le pourcentage de réduction de la durée de la phase.

	Durée globale cycle (h)	Durée phase aérobie 1 (h)	Durée phase anoxie 2 (h)	Durée phase aérobie 2 (h)	Durée phase anoxie 3 (h)
Cycle long de 24h	24	6	4	2	6
Cycle test (moyenne)	13,1 ± 1,6	$2,\!24\pm0,\!7$	1,92 ± 0,6	$1,34 \pm 0,3$	1,6 ± 0,6
% de réduction de la durée	45	63	52	33	73

Tableau V-6: Durée moyenne de chacune des étapes contrôlées et comparaison avec la durée de ces mêmes étapes au cours du cycle long

La mise en place de la procédure de contrôle permet d'améliorer la productivité du système, en réduisant de 45% le temps mis pour traiter une quantité d'eau équivalente. D'autre part la durée des phases aérobie est réduite de moitié au total, soit 63% et 33 % de réduction pour les phases aérobies 1 et 2 respectivement, ce qui évite une sur-aération du réacteur. Enfin la durée des phases anoxiques est réduite de 75% au total, soit 52% et 63 % de réduction pour les phases anoxie 2 et anoxie 3 respectivement. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par YU et coll. (2001) à l'aide d'une procédure de contrôle basée sur l'utilisation de deux capteurs seulement le pH et le potentiel rédox. Cependant, ces résultats ont été obtenus à partir de variations de charges simulées à l'aide d'un effluent synthétique, pour un SBR alimenté en continu.

## 2.2.1.3. <u>Impact des variations de charge sur la qualité de l'eau</u> <u>de sortie</u>

Nous avons vu au cours des chapitre précédents que les variations de charge pouvaient avoir un impact sur les performances épuratoires (cf chapitre IV cycles de 12 heures). Afin de vérifier que la procédure de contrôle mise en place permettait de s'adapter correctement à des variations de charge, nous avons suivi au cours du temps les variations de la charge d'entrée et nous avons comparé son évolution à celle de l'eau de sortie (figures V-42 à V-44).

Pour chaque cycle, les deux alimentations correspondent à des prélèvements à des heures différentes. La charge massique globale aux deux prélèvements est représentée. Les traits horizontaux sur les figures V-43 et V-44 représentent la norme exigée en sortie.



Figure V-42 : Effet des variations de charge massique (×) à l'entrée du réacteur sur la concentration de sortie en DCO (▲) après traitement, à l'échelle du pilote semi-industriel avec gestion de la durée des phases par un algorithme de contrôle



Figure V-43 : Effet des variations de charge massique (×) à l'entrée du réacteur sur la concentration de sortie en azote global (■) après traitement, à l'échelle du pilote semi-industriel avec gestion de la durée des phases par un algorithme de contrôle

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-44 : Effet des variations de charge massique (×) à l'entrée du réacteur sur la concentration de sortie en phosphore total ( $\diamondsuit$ ) après traitement, à l'échelle du pilote semi-industriel, avec gestion de la durée des phases par un algorithme de contrôle

L'observation des figures V-42 à V-44 montre que les concentrations de sortie ne sont globalement pas dépendantes des variations de charge. Cependant, on observe que bien que la procédure de contrôle permette de réguler de manière satisfaisante les écarts de charge, les concentrations de sortie en phosphore sont par deux fois supérieures à la norme imposée.

## 2.2.1.4. Impact des variations de charge sur la durée globale du cycle

Aux alentours du 25/3 , les concentrations de sortie en carbone azote et phosphore augmentent brutalement, alors que la charge passe de 0,02 à 0,04 (kgDBO<sub>5</sub>.kgMES<sup>-1</sup>.cycle<sup>-1</sup>) (figures V-42 à V-44). Les enregistrements des durées des différentes phases nous permettent de vérifier que l'automatisme a réagi en augmentant la durée globale du cycle et des différentes étapes par rapport au cycle moyen (figure V-45), ce qui a permis de rester dans des gammes de valeurs en sortie inférieures à la norme pour le carbone et l'azote. Cependant, la réaction satisfaisante du système n'a pas permis à la concentration en phosphore d'être inférieure à la norme.

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 





Le tableau V-7 montre que si l'on compare à la moyenne des cycles, le cycle au cours duquel on a noté la variation de charge, l'augmentation de la durée globale du cycle s'est répercutée sur l'ensemble des phases sous contrôle. La durée globale du cycle passe de 13 h à 19 h soit une augmentation de 46% par rapport à la valeur moyenne. Les durées des phases aérobie 1, anoxie 2, aérobie 2, et anoxie 3 accusent une augmentation de 88%, 47%, 40% et 57% respectivement par rapport aux durées moyennes. La plus forte augmentation concerne la phase aérobie 1.

	Durée globale cycle (h)	Durée phase aérobie 1 (h)	Durée phase anoxie 2 (h)	Durée phase aérobie 2 (h)	Durée phase anoxie 3 (h)
Cycle test (moyenne)	13,1 ± 1,6	2,24 ± 0,7	1,92 ± 0,6	1,34 ± 0,3	1,6 ± 0,6
Cycle Variation charge	19,1	4,2	2,82	2,25	3,75

Tableau V-7: Réaction de l'automatisme à une augmentation de la charge

#### 2.2.1.5. Impact d'une variation de charge intra-cycle

Les figures V-42 et V-44 montrent que dans deux autres cas le 05/04 et le 09/04 on observe des phénomènes similaires, qui induisent une légère augmentation de la durée du cycle et une augmentation importante de la DCO et du phosphore total respectivement.

Ces phénomènes ne sont pas associés aux variations de la charge globale les plus importantes.

L'hypothèse de la présence d'un polluant toxique est écartée car nous n'avons pas observé de modification dans les profils d'évolution des différents capteurs pour les jours mentionnés.

Si l'on analyse de manière plus détaillée les variations de charge et les concentrations d'entrée pour chaque remplissage effectué au cours du cycle, on constate qu'au cours des cycles du 25/4, du 5/4 et du 9/4, la charge massique et les concentrations appliquées au premier remplissage sont plus faibles que celles du deuxième remplissage (tableau V-8). Si l'on prend l'exemple d'un cycle où ce phénomène est inversé (cas du 25/04 tableau V-8), on n'observe pas de perturbation du système en sortie. Une variation positive de la charge appliquée ou des concentrations d'entrée au deuxième remplissage conduit à une détérioration de la qualité de l'eau de sortie sans pour autant provoquer un dépassement de la norme. Ce point doit être analysé dans les optimisations à venir.

Date du cycle	Entrée 1 ou 2	Valeurs d'entrée						
·		$DCO (mgO_2.L^{-1})$	NGL (mgN.L <sup>-1</sup> )	Ptotal (mgP.L <sup>-1</sup> )	Cm (kgDBO5.kgMES <sup>-1</sup> .j <sup>-1</sup> )			
25/3	EE1	276	33	4	0,025			
	EE2	1091	98	13	0,043			
5/4	EE1	350	31	8,6	0,03			
	EE2	1111	83	15	0,04			
9/4	EE1	302	23	3	0,03			
	EE2	874	51	8	0,04			
25/4	EE1	1271	98	18	0,13			
	EE2	1526	89	21	0,067			

 Tableau V-8 : Comparaison des caractéristiques de l'eau d'entrée pour différents cycles au cours du fonctionnement du pilote à l'échelle semi-industrielle, avec automatisation de la durée des étapes du cycle

Le mode de fonctionnement tel qu'il a été défini, c'est à dire avec un remplissage double et une régulation automatique de la durée des phases, permet de répondre de manière satisfaisante à des variations de charge d'un cycle à un autre, par une augmentation de la durée globale du cycle. Dans le cas où la charge appliquée est plus importante au deuxième remplissage qu'au premier alors on observe une augmentation des concentrations des polluants dans l'eau de sortie, qui peut conduire dans le cas du phosphore à un dépassement de la norme en sortie.

#### 2.2.2. <u>Capteurs induisant le changement des phases</u>

Une étude statistique du ou des capteurs induisant le changement de phase est reportée dans le tableau V-9. Les pourcentages d'occurrence des capteurs sont calculés après optimisation des coefficients de filtrage (valeurs du tableau V-2) sur une période de deux mois environ.

L'analyse du tableau V-9 montre qu'au cours des phases aérobies le changement de phase est provoqué dans la majorité des cas (52% et 65% des cas pour les phases aérobie 1 et 2 respectivement) par la détection simultanée du minimum des valeurs du pH et du point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène. Le pH utilisé seul pour le changement de phase vient en deuxième position (47% et 30% des cas pour les phases aérobie 1 et 2 respectivement). L'ensemble de ces résultats montre que l'utilisation de l'évolution des valeurs du pH seul pourrait être envisagée. Cependant, une sonde à oxygène est nécessaire pour la régulation, et le double contrôle pH / oxygène dissous permet d'assurer la sécurité de fonctionnement.

Phase	Possibilités de changement de phase en phases aérobies						
	pH seul (%)	Oxygène seul (%)	pH + oxygène (%)	Temporisation (%)			
Aérobie 1	47	2	52	0			
Aérobie 2	30	5	65	0			
	Possi	bilités de changement d	le phase en phases an	oxiques			
	pH seul (%)	Potentiel rédox Eh	pH + Eh (%)	Temporisation (%)			
		(%)					
Anoxie 2	13	72	12	2			
Anoxie 3	85	15	0	0			

Tableau V-9: Possibilités d'induction du changement de phase aérobie ou anoxique et fréquence de déclenchement du changement de phase exprimée en pourcentage du nombre total de cycles

La régulation des phases anoxiques est plus complexe. En effet, au cours des phases anoxies 2 le capteur utilisé le plus souvent pour le changement de phase est le potentiel rédox (72% des cas) et au cours des phases anoxies 3 c'est le pH (85% des cas). L'analyse des enregistrements au cours des suivis analytiques montre que dans le cas où le potentiel rédox induit le changement de phase, le maximum des valeurs du pH aurait été détecté un peu plus tard. Par contre il arrive que l'on ne détecte pas de point d'inflexion sur la courbe d'évolution des valeurs du potentiel rédox. Cette observation rejoint les données de la littérature selon lesquelles les points d'inflexion du potentiel rédox dans certaines conditions ne sont pas toujours bien marqués (AL GHUSAIN et coll., 1994).

L'utilité du capteur de mesure de concentration en oxygène dissous, est complémentaire de la mesure du pH et reste indispensable pour le contrôle de la régulation de l'apport d'oxygène. La mesure du pH apparaît comme la mesure permettant de suivre au mieux les processus biologiques tant en aérobiose qu'en anaérobiose. La mesure du potentiel rédox pourrait être aussi utilisée pour le contrôle du relargage du phosphore (LEE et coll. b), 2001).

#### 2.2.3. Qualité de la décantation

#### 2.2.3.1. <u>Performances globales de la décantation</u>

Au cours du fonctionnement, les performances globales du système sont indissociables de la qualité de la décantation. Les caractéristiques des boues ont été suivies pendant plusieurs semaines. Les valeurs moyennes obtenues sont reportées dans le tableau (V-10). Elles sont comparées aux valeurs obtenues au cours des cycles courts de 12 heures (chapitre III) et longs de 24 heures (chapitre IV) à l'échelle semi industrielle.

Les 3 expériences sont conduites pour des âges des boues et des concentrations en biomasse identiques. Les valeurs de l'indice de décantation sont de l'ordre de grandeur des valeurs de la littérature mais plus élevées en comparaison aux cycles longs de 24 heures et courts de 12 heures (136 ml.g<sup>-1</sup> contre 109 ml.g<sup>-1</sup> et 89 ml.g<sup>-1</sup> respectivement). Les vitesses de décantation sont du même ordre de grandeur que celle mesurée au cours des cycles longs ( 1 et 1,2 m.h<sup>-1</sup> respectivement ) et sont plus de deux fois plus faibles que les vitesses obtenues pour les cycles courts (1 m.h<sup>-1</sup> contre 2,5 m.h<sup>-1</sup> respectivement). Les propriétés de décantation sont moins bonnes, mais ce résultat est justifié par la variabilité importante de la durée des phases des cycles, ce qui constitue une source de stress pour les microorganismes.

Cependant, cela n'affecte pas la qualité de l'eau de sortie puisque les valeurs moyennes de turbidité de l'eau de sortie et de concentration en matières en suspension sont tout à fait comparables à celles obtenues au cours des deux autres types de fonctionnement.

	[MES] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	[MVS] <sub>m</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	SVI <sub>m</sub> (ml.g <sup>-1</sup> )	$v_{0m}$ (m .h <sup>-1</sup> )	MES <sub>m</sub> eau de sortie (mg.L <sup>-1</sup> )	Turbidité <sub>m</sub> eau de sortie (NTU)
Cycles test (30j)	3,8 ± 0,4	3 ± 0,3	136 ± 16	1 ± 0,2	7,4 ± 5	3,5 ± 2
Cycle long 24h (30j)	4 ± 0,3	2,8 ±0,3	109 ± 11	1,2 ± 0,1	12±9	3 ± 1,7
Cycle court 12h (28j)	3,3 ± 0,6	2,4 ± 0,4	89 ± 18	2,5 ± 0,3	9 ± 4	2 ± 1

Tableau V-10 : Caractéristiques moyennes des boues et de leur capacité à décanter en relation avec la qualité de l'eau de sortie, au cours du fonctionnement du pilote automatisé, et comparaison aux cycles de référence courts (de 12 h) et longs (de 24 h)

Il est possible d'établir une corrélation entre la vitesse de décantation  $V_0$  et le produit de l'indice de décantation et la concentration en MES (KEUDEL et DICHTL, 2000) (figure V-46).



#### Figure V-46 : Corrélation entre la vitesse moyenne de chute libre et l'indice de décantation

La dispersion des points est plus importante que pour les cycles de 12 heures. Le mode de fonctionnement influence la qualité de la corrélation, l'estimation de la vitesse maximale de décantation à partir de la mesure de la concentration en MES et de l'indice de décantation est moins fiable.

Une des applications possible de cette relation réside dans le contrôle de la vitesse de décantation via une estimation de la concentration en MES et du SVI, ou vice versa.

### • <u>Impact des intermédiaires métaboliques de la déphosphatation sur les propriétés</u> <u>de décantation</u>

La présence de composés de stockage, et notamment ceux impliqués dans la déphosphatation, ont une influence directe sur les propriétés de décantation comme l'indice de décantation ou la vitesse maximale de décantation (SCHULER et coll., 2001 ; KRISHNA et VANLOOSDRECHT, 1999).

Cette hypothèse est intéressante, car les mesures d'indice de décantation n'ont pas toujours été réalisées au même moment du cycle, comme cela était le cas lorsque la durée des phases était réglée par une temporisation.

SCHULER et coll., 2001 ont notamment remarqué que l'indice de décantation était plus faible à la fin de la phase aérobie qu'à la fin de la phase anaérobie. Ils imputent cette différence à la présence de polyphosphates, qui induirait une augmentation de la densité de la biomasse. Afin de vérifier cette hypothèse, des mesures de la vitesse initiale de décantation et de l'indice de décantation ont été réalisées à la fin de chaque phase : anoxie/anaérobie 1, aérobie 1, anoxie 2, aérobie2, anoxie 3, aérobie 3 pour un même cycle et les valeurs obtenues sont comparées au contenu intracellulaire en PHB et glycogène (figures V-47 à V-49).

Les figures V-47 et V-48 montrent que l'indice de décantation et la vitesse initiale de décantation présentent certaines variations en fonction du moment auquel on les mesure. La valeur de l'indice de décantation la plus élevée est obtenue en fin de phase anoxie 2 (354 ml.g<sup>-1</sup>) et la mesure la plus faible au cours du cycle est de 261 ml.g<sup>-1</sup> en phase anoxie 3 . La valeur de la vitesse initiale augmente régulièrement de 1,6 à 2,5 m.h<sup>-1</sup>jusqu'en fin de phase anoxie 3.

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-47 : Evolution des valeurs de l'indice de décantation à la fin des principales phases du cycle automatisé, à l'échelle du pilote semi-industriel



Figure V-48 : Evolution de la vitesse initiale de décantation à la fin des principales phases d'un cycle automatisé, à l'échelle du pilote semi-industriel



Figure V-49 :Evolution des concentrations en glycogène (bâtonnets blancs) et en PHB (bâtonnets noirs) à la fin des principales phases du cycle automatisé, à l'échelle du pilote semi-industriel

Pour chaque phase, le contenu intracellulaire en glycogène et en PHB est mesuré (figure V-49). La valeur la plus importante de l'indice de décantation est obtenue lorsque les substances de réserve à la fois PHB et glycogène atteignent un niveau bas c'est à dire en fin de phase anoxie 2. Selon les résultats de la littérature la valeur de l'indice de décantation la plus faible devrait se situer en fin de phase aérobie ce qui n'est pas le cas. Mais ces variations peuvent expliquer que la mesure de l'indice de décantation et de la vitesse initiale de décantation à des moments différents au cours du suivi ne nous permet pas de valider les modèles de décantation.

# 2.2.3.2. <u>Impact des variations de charge sur les propriétés de</u> décantation.

Afin d'évaluer l'impact des variations de charge sur les propriétés de décantation, les principaux paramètres indicatifs de la qualité de la décantation : indice de décantation, vitesse de décantation et turbidité de l'eau de sortie ont été suivis au cours du temps en parallèle de la mesure de la charge massique (figures V-50 à V-52).

On observe bien une augmentation de la turbidité dans les zones indiquées sur la figure (V-50) qui correspondent respectivement au 25/03 et au 05/04. Ces deux dates ont déjà été mentionnées précédemment dans le cadre d'augmentation des concentrations de sortie en carbone, azote et phosphore. L'augmentation de turbidité la plus importante correspond à la charge importante du deuxième remplissage en comparaison avec le premier (date du 25/3). En dehors de ces deux jours, les variations de charge n'ont pas d'incidence sur la qualité de l'eau de sortie ce qui montre que le système encaisse plutôt bien les perturbations.



Figure V-50 : Evolution de la charge massique Cm (trait plein) et de la turbidité (×) d l'eau de sortie au cours du fonctionnement du pilote semi-industriel en mode automatisé

*Chapitre V* : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.



Figure V-51 : Evolution de la charge massique Cm (×) et de l'indice de décantation (●) au cours du fonctionnement du pilote semi-industriel en mode automatisé



Figure V-52 : Evolution de la charge massique Cm (×) et de la vitesse maximale de décantation (□) au cours du fonctionnement du pilote semi-industriel en mode automatisé

La superposition de l'évolution de l'indice de décantation à celle de la charge (figure V-51) montre qu'il n'y a pas d'influence particulière de la charge moyenne d'entrée sur cet indice. Rappelons que ce n'était pas le cas pour les cycles courts (chapitre 1.3). Cependant une légère diminution de l'indice est observée aux alentours du 25/3 (on passe de 160 à 120 ml.g<sup>-1</sup>) qui est peut être liée à la variation de charge intracycle.

La vitesse maximale de décantation augmente jusqu'au 25/3 puis se stabilise après cette date (figure V-52).

Les variations de charge moyennes au cours du fonctionnement n'ont pas d'influence sur les propriétés de décantation, par contre la variation de charge intra-cycle déjà signalée précédemment perturbe légèrement la décantation au travers d'une diminution de l'indice de décantation et une augmentation de la turbidité.

#### 2.3. <u>Vérification des objectifs sur un cycle de fonctionnement</u>

La durée des phases aérobies est contrôlée par la détection du minimum des valeurs du pH et /ou la détection d'un point d'inflexion sur le profil d'évolution de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse. Ce mode de contrôle doit permettre d'arrêter la phase lorsque la nitrification et l'oxydation de la DCO soluble rapidement biodégradable sont terminées et il présente en outre l'avantage d'éviter une sur aération néfaste à l'élimination du phosphore par l'oxydation excessive de la réserve en PHB.

La durée des phases anoxiques est contrôlée par la détection d'un maximum des valeurs du pH ou d'un point d'inflexion sur la courbe associée à l'évolution du potentiel rédox. Ce mode de contrôle doit permettre d'arrêter la phase lorsque la dénitrification est terminée et donc d'éviter parallèlement le relargage du phosphore lorsque l'on atteint l'état d'anaérobiose.

La procédure de contrôle mise en place nous permet si l'on fait un bilan global du fonctionnement d'atteindre les objectifs fixés au départ en terme de taux d'abattement et de concentrations de sortie. Comme pour les autres modes de fonctionnement une étude approfondie d'un cycle de fonctionnement est réalisée. Cette étude nous permet :

- 1) de vérifier que la procédure mise en place permet bien d'arrêter les phases au moment voulu en théorie,
- 2) d'expliquer les phénomènes observés de manière globale au paragraphe précédent via la mesure des différentes vitesses et des profils d'évolution des concentrations, notamment en ce qui concerne l'amélioration de l'élimination de l'azote et du phosphore.

#### 2.3.1. Optimisation de l'élimination de l'azote

Le suivi horaire de l'évolution des différentes espèces de l'azote au cours d'un cycle de fonctionnement est présenté sur les figures V-53 à V-55.

Pour l'exemple choisi la durée des phases ainsi que le ou les capteurs ayant déclenché le changement de phase sont reportés dans le tableau V-11.
Phase	Durée phase (h)	t détection (h)	Capteur
Aérobie 1	2,43	5,43	pH et Oxygène
Anoxie 2	2,05	7,48	Potentiel rédox
Aérobie 2	1,46	8,94	pH et Oxygène
Anoxie 3	1,93	10,87	Potentiel rédox

Tableau V-11 : Durée des phases et capteurs induisant le changement de phase pour le cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle

La durée totale du cycle est de 13,88 h, soit une réduction de 42% de la durée totale. La réduction de durée par rapport à la temporisation des cycles de 24 h est de 60%, 40%, 27%, 68% pour les phases aérobie 1, anoxie 2, aérobie 2, et anoxie 3 respectivement. Ce cycle est représentatif des valeurs moyennes mesurées sur l'ensemble de la campagne (tableau V-6).

#### • <u>Détection de la fin de la phase de nitrification en phases aérobies</u>

Au cours du cycle de fonctionnement étudié le changement de phase en aérobie est provoqué par la détection simultanée du minimum du pH et du point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse (figures V-53 à V-55).



Figure V-53 : Evolution de la concentration en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ ) et nitrate ( $\blacksquare$ ) et du pH ( trait plein), détection de la fin de la nitrification en phase aérobie à l'aide du profil d'évolution du pH (minimum) pour le cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-54 : Evolution de la concentration en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ ) et nitrate ( $\blacksquare$ ), de la concentration en oxygène dissous (-) et de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse qO<sub>2</sub>X (trait plein gras) et détection de la fin de la nitrification en phase aérobie 1 à l'aide du profil d'évolution de la concentration en oxygène dissous pour le cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle



Figure V-55 : Evolution de la concentration en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ ) et nitrate ( $\blacksquare$ ), de la concentration en oxygène dissous (-) et de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse qO<sub>2</sub>X ( trait plein gras) et détection de la fin de la nitrification en phase aérobie 2 à l'aide du profil d'évolution de la concentration en oxygène dissous pour le cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle

Les figures VI-53 à VI-55 montrent qu'au cours des phases aérobies, le mode de contrôle utilisé permet effectivement d'arrêter correctement la phase à la fin de la phase de nitrification (élimination des ions nitrate). Le minimum des valeurs du pH et le point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène sont détectés en même temps. Le mode détection induit un léger retard : au cours de la phase aérobie 1 la fin réelle de la nitrification qui correspond aussi au minimum du pH est effective à t = 4,85 h et on la détecte à 5,43 h soit avec un retard de 35 minutes. Cela nous permet cependant de gagner du temps par rapport à un cycle contrôlé uniquement par la temporisation qui aurait arrêté la phase à t=6 h.

Au cours de la deuxième phase aérobie la détection induit aussi un certain retard par rapport à le fin effective de la nitrification. La fin réelle de la nitrification a lieu à t= 8,55 h et elle est détectée à t= 8,95 h soit avec un retard de 24 minutes.

Un cycle contrôlé uniquement par la temporisation aurait provoqué la fin de la phase à t=10,48 h. Le mode de détection mis en place nous permet donc de gagner 1,5 h.

#### <u>Détection de la fin de la phase de dénitrification au cours des phases anoxiques</u>

Au cours des phases anoxiques, le changement de phase est induit par la détection du point d'inflexion sur la courbe d'évolution du potentiel rédox. La figure V-56 montre que la fin des phases de dénitrification détectée respectivement à t=7,48 h et 10,88 h ce qui correspond exactement à la fin du processus biologique. Le mode de détection n'induit quasiment pas de retard par rapport à la réalité du processus biologique et permet de gagner du temps par rapport à un cycle contrôlé uniquement par la temporisation. Cette dernière aurait déclenchée le changement de phase à t=9,43 h et 13,94 h respectivement soit un temps gagné pour chacune de ces phases de : 1,95 h et 3,06 h.



Figure V-56 : Evolution de la concentration en ions ammonium (O), ions nitrite ( $\Box$ ) et nitrate ( $\blacksquare$ ) et du potentiel rédox (trait plein) et détection de la fin de la dénitrification en phase anoxique à l'aide du profil d'évolution du potentiel rédox, détection du point d'inflexion pour le cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle

Au cours des phases anoxiques, l'algorithme de contrôle mis en place permet de gagner un temps important par rapport à la temporisation.

### 2.3.2. <u>Amélioration de l'élimination du phosphore</u>

Le mode de détection mis en place permet aussi d'améliorer l'élimination du phosphore. Le suivi de la concentration en ions orthophosphates ainsi que des intermédiaires métaboliques de ses voies de dégradation (PHB, glycogène) a été réalisé au cours du cycle de fonctionnement et comparé à la détection de fin de phase (figures V-57 à V-59).

#### • Devenir du phosphore au cours des phases aérobies

Au cours du cycle long de 24 heures décrit au chapitre IV, la première phase aérobie est très longue (6 heures) et l'aération se poursuit au delà de la durée nécessaire à la nitrification nuisant à la déphosphatation par l'oxydation des réserves de PHA (RIM et coll., 1997; STEPHENS et STENSEL, 1998 ; PERTERSEN et coll., 1998 ; DASSANYAKE et IRVINE, 2001).

Les figures V-57 et V-58 montrent que l'algorithme de contrôle mis en place permet de contrôler la fin de l'élimination des ions orthophosphate, notamment la fin de la reconsommation en phase aérobie 1. Le processus de déphosphatation est identique à celui décrit pour le cycle de 24 heures (chapitre IV). Le profil d'évolution de la concentration en PHB est similaire à celui des ions orthophosphate. La quantité de PHB est très faible à la fin de la phase aérobie 1 malgré l'arrêt de la phase dès la fin de la reconsommation des ions orthophosphate. Sur la globalité du cycle on observe une consommation totale des ions orthophosphate mais aussi des réserves intracellulaires comme le glycogène.



Figure V-57 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate ( $\times$ ), PHB ( $\blacklozenge$ ) et glycogène ( $\triangle$ ) au cours du cycle de fonctionnement et comparaison au profil d'évolution du pH (trait plein) et de la détection de la fin des phases aérobies, pour les cycles automatisés à l'échelle semi-industrielle

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-58 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate ( $\times$ ), PHB ( $\blacklozenge$ ) et glycogène ( $\triangle$ ) au cours du cycle de fonctionnement et comparaison au profil d'évolution du de la concentration en oxygène dissous (-) et de la vitesse de consommation d'oxygène (trait gras), détection de la fin des phases aérobies, pour les cycles automatisés à l'échelle semi-industrielle

#### • Devenir du phosphore au cours des phases anoxiques

Le suivi horaire du cycle long de 24 heures réalisé au chapitre IV montre que la dernière phase d'anoxie (anoxie 3) est trop longue (6 heures). Après 3 heures d'anoxie les ions nitrate sont totalement éliminés, et on se trouve alors en conditions anaérobies favorables au relargage de phosphore. Le relargage provoque une augmentation de la concentration en phosphore dans l'eau de sortie et donc une détérioration des performances épuratoires.

Le suivi horaire de l'évolution des différentes intermédiaires métaboliques de dégradation du phosphore comparé au profil d'évolution du potentiel rédox (capteur qui déclenche le changement de phase), montre que la procédure de contrôle mise en place permet d'améliorer l'élimination du phosphore, en évitant notamment le relargage intempestif en phase anoxie 3 (figure V-59). L'objectif fixé au départ d'éviter ce relargage par la procédure de contrôle est donc atteint.

*Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des phases par l'utilisation conjointe de trois capteurs.* 



Figure V-59 : Evolution de la concentration en ions orthophosphate ( $\times$ ), en PHB ( $\blacklozenge$ ) et en glycogène ( $\triangle$ ) au cours du cycle de fonctionnement et comparaison au profil d'évolution du potentiel rédox (trait plein), détection de la fin des phases anoxiques pour les cycles automatisés à l'échelle semi-industrielle

### 2.3.3. <u>Calcul des vitesses</u>

Les résultats du calcul des différentes vitesses sont consignés dans le tableau V-12. Ils sont comparés aux résultats obtenus au cours des cycles courts de 12h décrit au chapitre III et des cycles longs de 24 heures décrits au cours du chapitre IV, pour des âges des boues équivalents.

Cycles SRT T°C	Consommation du carbone (Aérobie 1)	Vitesse de nitrification mg N-NH4 <sup>+</sup> . gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	Vitesse de dénitrification mg N-NO3 <sup>°</sup> . g MVS <sup>-1</sup> . h <sup>-1</sup>	Vitesse de relargage de PO4 <sup>-</sup>	Vitesse de reconsomma- tion de PO4 <sup>-</sup>
	mg DCO.g MVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>			(anaérobie 1) mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>	mgP-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> .gMVS <sup>-1</sup> .h <sup>-1</sup>
Tests (30j) (20°C)	9,8	1,6	0,92 (endogène) 1,5 (exogène)	0,76	0,91
Longs 24 h (30j) (27°C)	2,56	2,85	0,5 (endogène) 2,56 (exogène)	2,58	1,4
Courts 12h (28j) (25°C)	11,8	3,15	1,63 (endogène)	3,5	1,14

Tableau V-12 : Vitesses spécifiques de consommation de carbone, de nitrification et de dénitrification, de relargage et de reconsommation de phosphore, mesurées au cours du suivi horaire d'un cycle automatisé à l'échelle semi-industrielle et comparaison à deux autres modes de fonctionnement

La vitesse de consommation de DCO soluble égale à 9,8 mg DCO.g MVS  $^{-1}$ .h<sup>-1</sup> est comparable à celle obtenue pour les cycles courts, elle est presque 4 fois plus importante que celle mesurée pour un même âge des boues au cours des longs (2,56 mg DCO.g MVS  $^{-1}$ .h<sup>-1</sup>).

La vitesse de nitrification (1,6 mg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) est de l'ordre de grandeur des valeurs rencontrées dans la littérature pour un procédé SBR. Par contre elle est plus faible que les valeurs usuellement rencontrées en station d'épuration (11,5 N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>, METCALF et EDDY, 1991). La comparaison aux autres modes de fonctionnement montre que la vitesse de nitrification mesurée est plus faible (2,85 et 3,15 N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> respectivement pour les cycles longs et courts).

Les vitesses de dénitrification endogène  $(0,92 \text{ mg N-NO}_3^-\text{ g MVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1})$  et exogène  $(1,5 \text{ mg N-NO}_3^-\text{ g MVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1})$  sont aussi de l'ordre de grandeur des valeurs de la littérature pour un procédé SBR . La vitesse de nitrification endogène est plus élevée que celle mesurée au cours des cycles longs  $(0,5 \text{ mg N-NO}_3^-\text{ g MVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1})$  et plus faible que celle mesurée au cours des cycles courts  $(1,63 \text{ mg N-NO}_3^-\text{ g MVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1})$ .

La vitesse de relargage du phosphore mesurée au cours du cycle test  $(0,76 \text{ mgP-PO}_4^-$ .gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup>) est 3 à 6 fois inférieure à celle mesurée au cours des autres modes de fonctionnement. Comme nous l'avons écrit au chapitre IV, plusieurs paramètres ont une influence négative sur le relargage anaérobie du phosphore (faible charge en phosphore, pH, faible concentration en AGV).

Les effets d'une faible charge conduisent à un arrêt du relargage (CARUCCI et coll., 1999 c)), ce qui n'est pas le cas ici. Les effets du pH et de fortes concentrations en ions nitrates sont aussi à écarter car les conditions de pH sont identiques d'un mode de fonctionnement à un autre et la concentration en ions nitrate est très faible au cours de la phase de relargage. Les résultats de la littérature concernant les effets de la température rapportent que le maximum de relargage est obtenu à une température de 20°C (BAETENS et coll., 1999) ce qui est en désaccord avec les résultats obtenus. L'une des explications réside peut être dans la quantité d'AGV apportés par l'eau usée. En effet, la proportion d'AGV dans l'eau de Limoges est assez faible (4 à 10 % maximum de la DCO totale).

La vitesse de consommation de phosphore en aérobie est du même ordre de grandeur que les valeurs mesurées pour les autres modes de fonctionnement  $(0,91 \text{ mgP-PO}_4^-\text{.gMVS}^{-1}\text{.h}^{-1})$ . Cependant si l'on se rapporte aux résultats de la littérature, on trouve des vitesses de reconsommation en aérobie de l'ordre de 14 mgP-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. gMVS<sup>-1</sup>.h<sup>-1</sup> (PETERSEN et coll., 1998), soit dix fois plus élevées, pour des températures identiques. Une des explications aux faibles valeurs obtenues dans notre cas vient du fort âge des boues appliqué. Selon DIRCKS et coll. (2001), la vitesse de dégradation est proportionnelle à l'âge des boues : plus l'âge des boues est faible plus la vitesse de dégradation est rapide.

La quantité de phosphore absorbée en fonction de la quantité de phosphore relargué est mesurée et comparée aux relations obtenues pour les cycles courts et longs (tableau V-13). Les relations obtenues sont de l'ordre de grandeur des valeurs de la littérature (tableau I-14). Les coefficients directeurs des trois relations sont respectivement pour les cycles courts, les cycles longs et le cycle test de : 0,54 ; 0,84 ; et 1,14. Plus la pente est élevée et plus la quantité de phosphore absorbée est importante par rapport à la quantité relarguée. Le bilan global de la déphosphatation est donc meilleur pour les cycles soumis à la procédure de contrôle (cycles tests).

Cycle
Relation

Cycle test
 $P_{absorbé} = 1, 14P_{relargué} - 0, 71$  

(30j) (20°C)
 $P_{absorbé} = 0, 84P_{relargué} + 0, 704$  

Cycle 24 h long
 $P_{absorbé} = 0, 84P_{relargué} + 0, 704$  

(30j) (27°C)
 $P_{absorbé} = 0, 54P_{relargué} + 2, 7$  

Cycle 12h court
 $P_{absorbé} = 0, 54P_{relargué} + 2, 7$  

(28j) (25°C)
 $P_{absorbé} = 0, 54P_{relargué} + 2, 7$ 

Tableau V-13 : Relation entre la quantité de phosphore absorbée et la quantité relarguée, comparaison de trois modes de fonctionnement

### CONCLUSION

L'étude conduite au cours de ce chapitre a permis de dégager pour chacune de ces étapes des mesures simples permettant d'avoir un retour d'information rapide sur la composition de l'eau d'entrée, l'avancement de la phase de réaction ou des perturbations de la phase de décantation.

- La qualité de l'eau d'entrée, peut être estimée simplement par des mesures optiques de l'absorbance à 254 nm corrélée à la concentration en DCO, NGL et Ptotal et de l'absorbance à 546 nm proportionnelle à la concentration en MES. Une mesure en ligne de ces paramètres est possible mais le coût des installations est encore élevé et ne sera donc pas retenu pour le reste de l'étude.
- La superposition des profils d'évolution des différentes espèces ioniques au cours du • temps, à ceux des capteurs de mesure du pH, du potentiel rédox ou de l'oxygène dissous montre qu'il existe une relation entre les réactions biologiques et des points caractéristiques de l'évolution de ces capteurs. Au cours des phases aérobies 1 et 2, les fins de la nitrification et de l'oxydation de la DCO soluble sont marquées à la fois par un minimum des valeurs du pH et par un point d'inflexion de l'évolution de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse. Au cours des phases anoxiques 2 et 3, la fin de la dénitrification endogène et exogène correspond au maximum des valeurs du pH et à un point d'inflexion de l'évolution du potentiel rédox. Le suivi des évolutions de la concentration en oxygène dissous, du pH, du potentiel rédox au cours des phases du cycle, doit permettre l'établissement d'estimateur de l'avancement des réactions de dégradation. L'arrêt des réactions à la fin des phases de nitrification et de dénitrification est favorable à l'élimination du phosphore dans la mesure où cela évite une sur-aération néfaste au cours des phases aérobies, et un relargage non contrôlé de phosphore au cours des phases anoxiques. L'arrêt des différentes phases précisément à la fin des réactions biologiques permettrait d'augmenter la productivité du système et d'améliorer les performances épuratoires.
- Lorsque l'on induit une variation de charge (de manière artificielle ou naturelle) au cours du fonctionnement d'un procédé SBR cela se traduit 1) par une détérioration de la qualité de l'eau de sortie en terme d'augmentation de la turbidité et de l'absorbance à 546 nm et en terme d'augmentation des concentrations en C, N, P. Cela peut conduire comme nous l'avons vu au cours du chapitre IV figures IV-4 à IV-6 à un dépassement de la norme en sortie, 2) par une modification des propriétés de décantation (en général une diminution de l'indice de décantation) et 3) par une absence d'effet sur les taux d'abattement du système.

Une explication à l'augmentation de la turbidité et de la DCO de sortie est lié à un état de défloculation du à une faible concentration en exo polysaccharides qui se produit dans les procédés séquentiels lorsqu'il existe de longues périodes de privation (CHARMOT et coll.,1999). Au cours des phases de privation des produits microbiens solubles sont relargués ce qui provoque une augmentation de la DCO dans une proportion de 4kgDCO.kg polysaccharides<sup>-1</sup>. La mesure de la turbidité de l'eau de sortie permet une évaluation rapide de la qualité de la décantation, directement corrélable avec les mesures classiques comme l'indice de décantation ou la vitesse de décantation ou avec des mesures de caractérisation plus précises comme l'analyse d'images. La mesure de la turbidité de l'eau de sortie représente donc un point de contrôle clé du procédé et peut être applicable au contrôle en ligne d'un procédé à boues activées comme le montre également BELANCHE et coll. (2000). Si cette mesure est intéressante en tant qu'alarme d'un problème dans la décantation, son utilisation seule est insuffisante pour expliquer les phénomènes microscopiques à l'origine de la perturbation, et donc remédier aux problèmes à la base du dysfonctionnement. L'utilisation complémentaire de techniques telles que l'analyse d'images permet d'apporter des réponses d'ordre structural à la modification des propriétés de décantation et d'expliquer les phénomènes à la base du dérèglement de la décantation. La mesure précise de la longueur et du nombre des filaments, de la surface des flocs, sont autant de facteurs qui permettent d'associer un dysfonctionnement de la décantation à un phénomène précis comme le « bulking filamenteux », qui se traduit par une augmentation de la longueur et du nombre de filaments ou encore le phénomène de « pin-point » qui se caractérise par la diminution de la surface des flocs...D'autres techniques, développées au Laboratoire des Sciences de l'Eau et de l'Environnement de Limoges, comme la rhéologie, permettent d'avoir une approche similaire. Le couplage de ces techniques au contrôle des procédés est une perspective intéressante pour autant qu'elle soit applicable en ligne.

La figure V-60 montre que pour les trois points de contrôle, trois méthodes ont été choisies. Elles correspondent à nos critères de départ : facilité d'exécution et faibles coûts. Nous avons choisi de développer particulièrement la méthode de contrôle associée à l'avancement des réactions biologiques par le suivi de l'évolution de trois capteurs, tout en conservant la méthode de contrôle rapide de la qualité de la décantation.

La mise en place des algorithmes de contrôle, permet d'optimiser l'élimination de l'azote et d'améliorer celle du phosphore tout en augmentant la productivité du système. Le taux d'abattement de l'azote global passe à 96% (contre 92 et 82% pour les cycles longs et courts respectivement). La concentration de sortie, d'une valeur de 2 mgN.L<sup>-1</sup>, est comparable à celle obtenue pour les cycles de 24h. L'amélioration de l'élimination du phosphore permet d'atteindre un taux d'abattement de 88% contre 71% et 79% pour les cycles de 24 heures et de 12 heures respectivement.



Figure V-60 : Etude des points du contrôle du procédé SBR : choix d'une méthode

Les caractéristiques globales de la décantation au cours du fonctionnement sont telles que l'indice de décantation moyen (136 ml.g<sup>-1</sup>) est plus élevé qu'au cours des cycles courts et longs et la vitesse de décantation  $(1m.h^{-1})$  est comparable aux cycles longs mais 2,5 fois plus faible en comparaison aux cycles de 12 h. Ces différences par rapport aux cycles non soumis à la procédure de contrôle peuvent s'expliquer par le fait que la forte dynamique du système impose des conditions de stress à la biomasse. La présence de substances de réserves liées à la biomasse déphosphatante telles que le glycogène ou le PHB provoque une modification des propriétés de décantation au cours du cycle, par modification de la densité cellulaire. Si l'on veut comparer les valeur de SVI ou de v<sub>0</sub> au cours d'un cycle, il faut effectuer la mesure toujours au même moment du cycle.

Si l'on établit un point de comparaison par rapport aux cycles longs définis au chapitre IV, la méthode de contrôle de la durée des phases permet d'augmenter la productivité du système en réduisant de 45% la durée totale du cycle, ce qui se traduit par une réduction globale de 55% de la durée des phases aérobies et de 75% de la durée des phases anoxiques.

L'étude de l'impact des variations de charge sur ce mode de contrôle montre que les performances épuratoires et les propriétés de décantation sont peu sensibles aux variations globales, pourtant parfois importantes.

Par contre elles sont sensibles à des variations de charge intra cycle surtout lorsque la surcharge se produit au deuxième remplissage. Cela se traduit par une détérioration de la qualité de l'eau de sortie (augmentation de la turbidité, non respect de la norme en ce qui concerne le phosphore) et une modification des propriétés de décantation.

Une étude statistique démontre que l'utilisation des trois capteurs est nécessaire pour optimiser la durée de la globalité du cycle. Au cours des phases aérobies, le changement de la phase est déclenché dans la majorité des cas par la détection simultanée des points caractéristiques du pH et de l'oxygène (52% des cas et 65% des cas pour les phases aérobie 1 et 2 respectivement) et le reste du temps par le pH seul ( 47% des cas et 30% des cas pour les phases aérobie 1 et 2 respectivement). Au cours des phases anoxiques, des tendances plus marquées se dégagent en faveur de l'un ou l'autre des capteurs : en phase anoxie 1 c'est le potentiel rédox qui dans 72% des cas provoque le changement de la phase et en phase anoxie 2, c'est le pH dans 85% des cas.

Le suivi horaire d'un cycle automatisé confirme que la procédure de contrôle mise en place permet d'arrêter les phases aux moments voulus : à la fin des phases de nitrification et de dénitrification. Cette stratégie permet d'optimiser l'élimination de l'azote et par conséquent d'optimiser la productivité du système. Le mode de détection induit un léger retard par rapport à la fin réelle de la réaction biologique, mais il est négligeable par rapport au temps que l'on gagne par rapport au cycle soumis à la temporisation. La réduction de temps est de 60%, 40%, 27%, 68% pour les phases aérobie 1, anoxie 2, aérobie 2, et anoxie 3 respectivement.

La méthode de contrôle permet aussi d'améliorer l'élimination du phosphore d'une part en évitant le relargage en fin de phase anoxie 3 et d'autre part en assurant une meilleure gestion de l'aération ce qui permet d'obtenir un coefficient Pabsorbé/Prelargué supérieur à 1 ce qui n'était pas le cas pour les cycles précédents définis aux chapitres III et IV.

Les problèmes liés à l'utilisation de capteurs résultent principalment : des défaillances techniques, une mauvaise liaison avec les phénomènes biologiques (reproche souvent fait à la mesure du potentiel rédox), une détection erronée due à la présence d'un toxique par exemple. Dans la procédure de contrôle mise en place, l'utilisation de deux capteurs par phase couplée à un mode de détection strict des points caractéristiques permet de s'affranchir d'un certain nombre de ces inconvénients. Cependant, il serait intéressant de rajouter un capteur en amont pour contrôler la qualité de l'eau d'entrée. cela permettrait notamment de détecter la présence de toxiques ou d'une variation de charge notamment au deuxième remplissage car celui-ci était à la source de certains dysfonctionnements. Un capteur de mesure respirométrique à la fin des remplissages a été installé mais l'étude n'est pas présentée ici.

La procédure de contrôle est définie particulièrement par rapport à des événements caractéristiques de l'élimination de l'azote et il se trouve que cela permet aussi d'améliorer le traitement du phosphore. Une fiabilisation plus importante encore du système pourrait être obtenue par la détermination de points caractéristiques liés à l'élimination de cet élément.

En résumé, la procédure de contrôle permet le traitement optimal, à charge d'entrée variable des pollutions carbonées, azotées, phosphorées et des matières en suspension contenues dans une eau résiduaire urbaine, par un procédé discontinu séquentiel.

# CONCLUSION GENERALE

## **CONCLUSION GENERALE**

Les réacteurs discontinus séquentiels sont-ils des procédés fiables, offrent-ils une alternative aux procédés continus à boues activées, peut-on les maîtriser, les optimiser, les contrôler ?

Le travail présenté dans ce mémoire démontre qu'il est possible de fiabiliser le fonctionnement de ces réacteurs en vue du traitement du carbone, de l'azote, du phosphore et des MES. Dans une première partie, nous avons apporté tous les éléments bibliographiques permettant de comprendre les principes de fonctionnement du procédé SBR, les conditions environnementales favorisant le développement de flores microbiennes actives, les possibilités de gestion d'un exploitant, et son applicabilité aux différentes typologies d'eaux...L'abondance de la littérature, si elle prouve l'intérêt que présente ce procédé pour la communauté scientifique, tend à noyer le concepteur de SBR sous une avalanche de données de fonctionnement éparses et contradictoires.

De ce fait, nous proposons dans ce mémoire d'utiliser des résultats de simulations, afin de valider les scénarios proposés dans la bibliographie et d'en extraire des cycles de fonctionnement répondant à notre cahier des charges, notamment en ce qui concerne le traitement du carbone et de l'azote.

Si cette étude théorique est valable intellectuellement, l'expérimentation reste nécessaire pour identifier les paramètres cruciaux du modèle, afin de valider les hypothèses et de comprendre les fonctionnements non pris en compte par la modélisation.

Reste que la réalité complexe d'un système de traitement des eaux, faite de perturbations, de variations de charge, de dérèglements, ne peut être représentée par un modèle aussi puissant soit-il. Alors, nous avons choisi de nous servir de cette réalité et de proposer un système de contrôle aboutissant à l'adaptation des temporisations des cycles à la pollution à traiter. Ce dernier cycle est validé sur un pilote industriel pendant trois mois et montre la pertinence de notre système et son adaptation à la dynamique des variations de charges et aux dysfonctionnements.

## • <u>Chapitre III : Utilisation du Benchmark pour la mise en place d'un cycle de fonctionnement</u>

L'étude bibliographique a permis de poser dans un premier temps les bases de deux types de temporisations : des cycles courts de 12 heures et des cycles longs de 24 heures. Les deux cycles sont définis à partir d'une trame identique : remplissage anoxique, deux phases de réactions anoxiques et aérobies, une phase de décantation, suivie de la vidange de l'effluent traité, d'un soutirage des boues et enfin, d'une phase de repos. La différence entre les deux cycles réside dans une augmentation de la durée de la phase de réaction dans le cas des cycles de 24 heures.

L'efficacité de ces deux cycles est testée à l'aide du modèle ASM1 (HENZE et coll., 1986). Ce dernier, nécessite la caractérisation de variables de compartimentation de l'eau usée et des boues selon des critères de biodégradabilité. Les variables ont été extraites d'une base de données, ou Benchmark, contenant des valeurs de composition d'eau usée sur différentes installations dans le monde. Les résultats des simulations nous ont conduit dans un premier temps à privilégier les cycles de 24 heures, par rapport aux cycles de 12 heures.

Dans un souci de fiabilisation des résultats, il est apparut nécessaire de réaliser une identification des variables du modèle ASM1 pour le cas de notre eau résiduaire urbaine modèle : l'eau de la station d'épuration de Limoges. La méthode d'identification est fondée sur un test de biodégradation en réacteur fermé développé par STRICKER (2000), choisi pour sa simplicité d'exécution et pour le grand nombre de variables auquel il est possible d'accéder en une seule expérimentation. Les résultats de l'identification confirment que cette eau présente des caractéristiques bien particulières en regard des données moyennes de la bibliographie et notamment une forte teneur en formes inertes de l'azote. Les simulations réalisées avec ces nouvelles données valident, en terme d'élimination du carbone et de l'azote, les cycles longs et les cycles courts, par temps de pluie et par temps sec. Dans un souci de gain de productivité nous avons choisi de mettre en œuvre les cycles de 12 heures. Les taux d'abattement obtenus à l'échelle du laboratoire pour la DCO, l'azote global et le phosphore, respectivement égaux à 92%, 85%, et 76%, et l'indice moyen de décantation égal à 126 ml.g <sup>1</sup>, montrent que ce mode de fonctionnement est viable. Le système a donc été extrapolé. A l'échelle semi-industrielle, différents âges des boues ont été testés : 13, 28 et 66 jours. Le meilleur consensus, à la fois pour la capacité déphosphatante, et pour l'élimination de l'azote est obtenu pour un âge des boues de 28 jours. Dans ces conditions, les taux d'abattement obtenus pour la DCO, l'azote global et le phosphore total, respectivement égaux à 94%, 82% et 79%, et l'indice moyen de décantation égal à 89 ml.g<sup>-1</sup>, assure le respect de la norme et le maintien de bonnes propriétés de décantation, ce qui valide ce mode de fonctionnement.

A l'échelle du laboratoire, la comparaison des résultats expérimentaux et du modèle ASM1 pour un cycle de fonctionnement montre que le modèle ASM1 permet de représenter correctement l'élimination du carbone et de l'azote au cours d'un cycle.

A l'échelle semi-industrielle, l'adéquation modèle ASM1 expérience est confirmée pour le carbone et l'azote à l'échelle d'un cycle de fonctionnement, et sur la durée. De plus, nous montrons que le modèle de TAKACS et coll. (1991), utilisé dans le Benchmark, permet de représenter correctement et de manière simple les processus de décantation.

Une étude approfondie d'un cycle de fonctionnement montre que des améliorations restent malgré tout possibles : la dénitrification est effectuée au cours de la phase anoxique selon un processus lent de dénitrification endogène, et il arrive que la durée de la phase ne soit pas suffisante pour qu'elle se réalise complètement. L'élimination du phosphore est, elle aussi, parfois insuffisante. L'optimisation du traitement par rapport à ces deux points à conduit aux résultats présentés au chapitre IV.

### • <u>Chapitre IV : Méthodologie d'amélioration de l'élimination de l'azote à l'aide du</u> <u>Benchmark et étude expérimentale de la déphosphatation</u>

Des stratégies d'amélioration de l'élimination de l'azote et du phosphore ont été mises en place et concernent notamment une meilleure gestion de l'apport de la source carbonée ou de l'apport d'oxygène.

Trois stratégies d'amélioration de la dénitrification ont été retenues : allongement de la phase d'anoxie, ajout de carbone exogène, et modification de la gestion de l'apport d'oxygène. L'utilisation du Benchmark en mode prédictif, et l'identification des variables de ce modèle pour le cas de l'eau de Limoges, permettent dans les deux premiers cas d'anticiper correctement les phénomènes.

La validation à l'échelle du laboratoire de l'allongement de la phase d'anoxie et de l'ajout de carbone exogène sous forme d'acétate permet d'améliorer de manière importante les rendements épuratoires de l'azote global puisqu'on passe d'un taux d'abattement de 85% à 92% et 99% respectivement, sans pour autant perturber l'élimination des autres éléments ou la décantation.

La combinaison de ces deux stratégies conduit à la définition d'un nouveau type de cycle long d'une durée de 24 heures avec ajout de carbone exogène sous forme d'eau usée au moment de la deuxième phase anoxique et ajout d'un « deuxième cycle » au motif initial du cycle court pour traiter le deuxième apport. La mise en œuvre à l'échelle semi-industrielle d'un tel cycle permet de passer d'un taux d'abattement sur l'azote global de 82% (pour les cycles courts) à 92%, et d'une concentration de sortie de 11 mgN.L<sup>-1</sup> en moyenne pour les cycles courts à une concentration de 3 mgN.L<sup>-1</sup>. Reste que la déphosphatation est moins performante que dans le cas de cycles courts, du fait d'une dernière phase anoxique trop longue, qui s'étend au delà de la fin de la dénitrification, et qui crée des conditions anaérobies favorables au relargage de phosphore à la fin du cycle.

Une étude expérimentale de la déphosphatation menée au laboratoire montre que la concentration en AGV dans l'eau est un point clé du processus de déphosphatation. L'ajout d'AGV constitue donc une solution d'amélioration de la déphosphatation. Cependant nous montrons aussi que si la quantité de phosphore au départ dans l'eau usée n'est pas suffisante, les effets de l'ajout ne sont que très limités. Une autre solution consiste à allonger simplement la durée des phases anaérobies et aérobies à condition de ne pas être limité par le potentiel intracellulaire en polyphosphates.

### • <u>Chapitre V : Recherche de points de contrôle et automatisation de la durée des</u> phases

L'ensemble des études menées sur l'amélioration de l'élimination de l'azote et du phosphore, nous conduit à la constatation que le cycle long défini n'est pas d'une productivité optimale par rapport à la qualité de l'eau d'entrée : certaines phases sont trop longues, d'autres parfois trop courtes. Il apparaît clairement que la durée des phases doit être ajustée en fonction de la qualité de l'eau d'entrée.

Les études menées au chapitre V montrent que des points de contrôle peuvent être définis pour caractériser la qualité de l'eau d'entrée, la qualité de l'eau de sortie et de la phase de décantation, et l'avancement de la phase de réaction.

La qualité de l'eau d'entrée est mesurée à l'aide de corrélations entre des paramètres globaux (DCO, NGL, MES, ...) et des mesures d'absorbance à 254 et 546 nm.

La qualité de l'eau de sortie, en liaison avec les propriétés de décantation peut être évaluée simplement à l'aide d'une mesure de la turbidité. Une analyse plus approfondie des problèmes nécessite l'utilisation de techniques plus pointues comme l'analyse d'images. En effet, une augmentation de la charge massique dans un procédé SBR provoque ponctuellement une augmentation de la turbidité et une modification irréversible des propriétés de décantation qui peut se traduire par une diminution de la flore filamenteuse.

La superposition, au cours d'un cycle long de 24 heures, des profils d'évolution des différentes formes du carbone, de l'azote, et du phosphore, à l'évolution du pH, du potentiel rédox ou de l'oxygène dissous montre qu'il existe une simultanéité entre les phénomènes biologiques et des points caractéristiques des profils d'évolution de ces différents capteurs. En aérobie, la fin de la nitrification et la fin de l'oxydation de la DCO soluble correspondent au minimum des valeurs du pH et à un point d'inflexion de l'évolution de la vitesse de consommation d'oxygène par la biomasse. En anoxie, la fin de la dénitrification correspond au maximum des valeurs du pH et à un point d'inflexion dans l'évolution du potentiel rédox.

Nous choisissons de fiabiliser la qualité de l'eau de sortie par l'utilisation de cette dernière méthode de contrôle et la qualité de la décantation par une mesure de la turbidité en sortie.

Une procédure de contrôle simple fondée sur les observations précédentes a été mise en place à l'échelle semi-industrielle, sur la base des temporisations des cycles longs de 24 heures, définis au chapitre IV. Les durées des phases aérobies 1 et 2 sont fixées, soit par la détection du minimum des valeurs du pH, soit par la détection du point d'inflexion de la vitesse de consommation d'oxygène. Les durées des phases anoxiques 2 et 3 sont fixées, soit par la détection du maximum des valeurs du pH, soit par la détection d'un point d'inflexion de l'évolution du potentiel rédox. L'utilisation de deux capteurs par phase permet d'augmenter la fiabilité de la détection en cas de défaillance de l'un des deux et d'augmenter la productivité (point caractéristique de l'un ou l'autre).

La mise en place de la procédure de contrôle permet d'atteindre des taux d'abattement de la DCO, de l'azote et du phosphore respectivement égaux à 94%, 96%, et 88%, résultats qui, non seulement, sont en accord avec la norme mais aussi supérieurs à ceux obtenus précédemment. La productivité du réacteur est augmentée puisque la durée moyenne d'un cycle est réduite de 45% et la procédure permet de s'adapter à des variations de charge.

### • Les perspectives.....

Le travail présenté dans ce document a abouti à la maîtrise d'un réacteur discontinu séquentiel destiné à l'élimination du carbone, de l'azote, et du phosphore des effluents, tout en maintenant une décantation stable et efficace. A long terme, il a validé une méthodologie de développement de process fondée sur l'utilisation d'un simulateur de procédé, sans pour cela négliger de s'appuyer sur des concepts scientifiques pour la compréhension et la résolution de verrous technologiques. Cependant, plusieurs points sont susceptibles d'apporter des améliorations au SBR.

➤L'utilisation du Benchmark en mode prédictif a permis un gain de temps précieux et dans une certaine mesure, la reproduction correcte de l'élimination du carbone et de l'azote dans un procédé SBR. Cependant, nous n'avons pas pu intégrer à nos simulations le métabolisme du phosphore. L'utilisation d'un modèle intégrant le phosphore permettrait une optimisation groupée des trois éléments C, N, P. Une identification rigoureuse des paramètres cinétiques et stœchiométriques permettrait d'améliorer l'adéquation du modèle à l'expérience. Enfin, il serait intéressant d'effectuer une analyse statistique des résultats de la simulation afin de prévenir d'éventuelles dérives numériques ou aberrations mathématiques.

≻La procédure de contrôle mise en place est fondée sur la détection de points caractéristiques correspondant particulièrement aux réactions biologiques associées à l'azote.

Il se trouve que la gestion de la durée des phases avec ce principe permet aussi d'améliorer l'élimination du phosphore. Certains auteurs mentionnent des allures caractéristiques du pH ou du potentiel rédox en relation avec les processus de déphosphatation biologique (LEE et coll., 2001 b). Un degré plus important encore d'élimination de cet élément pourrait être atteint en recherchant de la même manière des profils caractéristiques (plateaux, points d'inflexions, ....) en relation avec la déphosphatation biologique. Au niveau scientifique, l'implication des microorganismes actifs lors des cycles aérobie/anaérobie, et les dérives éventuelles des écosystèmes impliqués devraient être fouillées afin de maîtriser de manière convaincante la déphosphatation.

≻Au cours des différents modes de fonctionnement mis en œuvre à l'échelle du laboratoire, comme à l'échelle semi-industrielle, nous n'avons pas observé de problèmes graves liés à la décantation dans un SBR. Pourtant les études menées avec un effluent synthétique montrent que des variations de charges peuvent perturber fortement cette dernière. La fiabilisation totale du procédé passe par une maîtrise de cette phase fondamentale par rapport à la qualité de l'eau de sortie. Si la mesure de la turbidité en sortie peut constituer une solution d'alerte à court terme, la résolution des problèmes sur le long terme nécessite l'utilisation de techniques plus précises. Dans ce contexte, l'analyse d'images semble une technique pleine d'avenir, qu'il s'agira de développer en relation avec la décantabilité des boues, l'évolution de la turbidité, la présence de polysaccharides.

≻Il existe certains inconvénients à l'utilisation de capteurs pour le contrôle du fonctionnement. Outre les problèmes liés à des pannes éventuelles (problème résolu par l'utilisation de plusieurs capteurs par phase), il est possible que la présence de certains composés toxiques, notamment, viennent perturber la détection. Une solution consiste à effectuer une mesure en ligne de l'absorbance, mais le coût substantiel de cette méthode en regard du marché visé pour ce type de procédé nous conduit à écarter cette méthode. Une autre solution consiste à réaliser une mesure respirométrique sur l'eau d'entrée. Des études préliminaires ont déjà été entreprises à l'aide d'un capteur développé par LAROYE (1997). L'utilisation de ce type de capteur à la fois pour une caractérisation globale de l'eau d'entrée ou pour une détection plus particulière de substances toxiques est une solution à envisager pour des investigations futures.

≻Enfin, la problématique « boues », si elle a été évoquée au cours de ce travail reste à développer et ce à plusieurs niveaux :

- Minimisation de la production de boues par la gestion de l'âge des boues compatible avec la nitrification et la déphosphatation.
- Qualité des boues au niveau structurel, biochimique et physique.
- Intervention des boues dans les bilans globaux de dépollution afin d'affiner les bilans épuratoires et la modélisation.

A l'issue de cette étude, nous pouvons dire que les objectifs fixés au départ à savoir mettre en oeuvre, optimiser, modéliser et fiabiliser le procédé SBR pour le traitement d'une eau résiduaire urbaine sont atteints, ce qui, nous l'espérons, permettra le développement prochain d'une unité industrielle par la société HERMEX.

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

### **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

ABU-GHARARAH, Z.H., RANDALL, C.W.(1991). The effect of organic compounds on biological phosphorus removal. *Wat. Sci. Tech.*, **23**(4-6), 585-594.

AGENCES de l'EAU, Ministère de l'Environnement; guide pour le diagnostic des stations d'épurations urbaines, 1994.

AL-GHUSAIN, I., HUANG, J., HAO, O.J., LIN, B.S.(1994). Using pH as a real-time control parameter for wastewater treatment and sludge digestion processes. *Wat. Sci. Tech.*, **30**(4), 159-168.

ANDERSON, J. S., KIM, H., MCAVOY, T. J., HAO, O. J.(2000). Control of an alternating aerobic-anoxic activated sludge system – Part 1: development of a linearization-based modeling approach. *Control Engineering Practice*, **8**(3), 271-278.

ANDREOTTOLA, G., FOLADORI, P., RAGAZZI, M. (2000). On-line control of a SBR system for nitrogen removal from industrial wastewater. In proceedins of the 2<sup>nd</sup> international symposium on sequencing batch reactor technology, 10-12 Juillet 2000, Narbonne.

ARNZ P., ESTERL S., NERGER C., DELGADO A., WILDERER P. A. (2000). Simultaneous loading and draining as a means to enhance efficacy of sequencing biofilm batch reactors. *Water Research*, **34**(5), 1763-1766.

ARTAN, N., TASLI, R., OZGUR, N., ORHON, D. (1998). The fate of phosphate under anoxic conditions in biological nutrient removal activated sludge systems. *Biotechnol. Letters*, **20** (11), 1085-1090.

ARTAN, N., WILDERER, P., ORHON, D., MORGENROTH, E., OZGÜR, N. (2001). The mechanism and design of sequencing batch reactor systems for nutrient removal--the state of the art. *Wat. Sci. Tech.*, **43**(3), 53-60.

BAETENS, D., VANROLLEGHEM, P. A., VAN LOOSDRECHT, M. C. M., HOSTEN, L. H. (1999). Temperature effects in bio-P removal. *Wat. Sci. and Technol.*, **39** (1), 215-225.

BANAS, J., PLAZA, E., STYKA, W. TRELA, J. (1999). SBR Technology Used for Advanced Combined Municipal and Tannery Wastewater Treatment with High Receiving Water Standards. *Wat. Sci. and Technol.*, **40**(4-5), 451-458.

BARBUSINSKI, K., KOSCIELNIAK, H. (1995). Influence of substrate loading intensity on floc size in activated sludge process. *Wat. Res.*, **29** (7), 1703-1710.

BELANCHE, L., VALDÉS, J. J., COMAS, J., RODA, I. R. POCH, M. (2000). Prediction of the bulking phenomenon in wastewater treatment plants. *Artificial Intelligence in Engineering*, **14**(4),307-317.

BELIA, E., SMITH, P. G. (1997). The bioaugmentation of sequencing batch reactor sludges for biological phosphorus removal. *Wat. Sci. and Technol.*, **35**(1), 19-26.

BERNADES, R. S., KLAPWIJK, A. (1996) a). Biological nutrient removal in a sequencing batch reactor treating domestic wastewater. *Wat. Sci. and Technol.*, **33**(3), 29-38.

BERNADES, R.S., SPANJERS, H., KLAPWIJK, A. (1996) b). Modelling respiration rates in a nitrifying domestic wastewater. *Environ. Technol.*, **17** (4), 337-348.

BERNET, N., DELGENES, N., DELGENES, J.P. (1998). Application d'un procédé SBR anaerobie et aerobie au traitement carbone et azote du lisier. *JCIWEM*, **212**, 56-59.

BERNET, N., DELGENES, N., AKUNNA, J.C., DELGENES, J.P., MOLETTA, R. (2000). Combined anaerobic-aerobic SBR for the treatment of piggery wastewater. *Wat. Res.*, **34** (2), 611-619.

BERNET, N., DELGENÈS, N., DELGENÈS, J. P., MOLETTA, R. (2001). SBR as a relevant technology to combine anaerobic digestion and denitrification in a single reactor. *Wat. Sci. and Technol.*, 43(3), 209-214.

BEUN, J.J., VERHOEF, E.V., VAN LOOSDRECHT, M.C.M., HEIJNEN, J.J. (2000). Stoichiometry and kinetics of poly- $\beta$ -hydroxybutyrate metabolism under denitrifying conditions in activated sludge cultures. Biotechnol. and Bioeng., **68** (5), 496-507.

BOND, P. L., KELLER, J., BLACKALL, L. L. (1998). Characterisation of enhanced biological phosphorus removal activated sludges with dissimilar phosphorus removal performances. *Wat. Sci. and Technol.*, **37**(4-5), 567-571.

BRANDL, N., GROSS, R.A., LENZ, R.W., FULLER, R.C. (1978). Pseudomonas oleovorans as a source of poly-(β-hydroxyalcanoates) for potential applications as biodegradable polyesters. *Apppl. Environ. Microbiol.*, **54** (8), 1977-1982.

BRAUNEGG, G., SONNLEITNER, B., LAFFERTY, R.M. (1978). A rapid gas chromatographic acid in microbial biomass. *European J. Appl. Microbiol.*, **6**, 29-37.

BRDJANOVIC, D., VAN LOOSDRECHT, M. C. M., HOOIJMANS, C. M., MINO T., ALAERTS, G.J., HEIJNEN J. J. (1998). Bioassay for glycogen determination in biological phosphorus removal systems. *Wat. Sci. and Technol.*, 37(4-5), 541-547.

BRITO, A. G., RODRIGUES, A. C., MELO, L. F. (1997). Feasibility of a pulsed sequencing batch reactor with anaerobic aggregated biomass for the treatment of low strength wastewaters. *Wat. Sci. and Technol.*, **35**(1), 193-198.

BRENNER, A. (1997). Use of computers for process design analysis and control : sequencing batch reactor application. *Wat. Sci. Technol.*, **35** (1), 95-104.

CARLSSON, H., ASPEGREN, H., HILMER, A. (1996). Interactions between wastewater quality and phosphorus in the anaerobic reactor of the EBPR process. *Wat. Res.*, **30** (6), 51-56.

CARUCCI, A., LINDREA, K., MAJONE, M., RAMADORI R. (1995). Dynamics of the anaerobic utilization of organic substrates in an anaerobic/aerobic sequencing batch reactor. *Wat. Sci. and Technol.*, **31**(2), 35-43.

CARUCCI, A., RAMADORI, R., ROSSETTI, S., TOMEI, M.C. (1996). Kinetics of denitrification reactions in single sludge systems. *Water Research*, **30** (1), 51-56.

CARUCCI, A., CHIAVOLA, A., MAJONE, M., ROLLE, E. (1999) a). Treatment of tannery wastewater in a sequencing batch reactor. *Wat. Sci. and Technol.*, **40**(1), 253-259.

CARUCCI, A., LINDREA, K., MAJONE, M., RAMADORI, R. (1999) b). Different mechanisms for the anaerobic storage of organic substrates and their effect on enhanced biological phosphate removal (EBPR). *Wat. Sci. and Technol.*, **39**(6), 21-28.

CARUCCI, A., KÜHNI, M., BRUN, R., CARUCCI, G., KOCH, G., MAJONE, M., SIEGRIST, H. (1999) c). Microbial competition for the organic substrates and its impact on EBPR systems under conditions of changing carbon feed. *Wat. Sci. and Technol.*, 39(1), 75-85.

CASELLAS, M., DAGOT, C., BAUDU, M. (sous presse). (2002).Strategies of nitrogen removal from urban wastewater in a sequencing batch reactor. Revue des Sciences de l'Eau / Journal of Water Science, **15**, 4, 749-765.

CASSIDY, D. P., IRVINE, R. L. (2001). The effect of operating conditions on the performance of soil slurry-SBRs. *Wat. Sci Technol.*, **43**(3), 223-230.

CECH, J.S., HARTMAN, P. (1993). Competition between polyphosphate and polysaccharide accumulating bacteria in enhanced biological phosphate removal systems. Wat. Res., 27(7), 1219-1225.

CHACHUAT, B., ROCHE, N., LATIFI, M.A. (2001). Nouvelle approche pour la gestion optimale de l'aération des petites stations d'épuration par boues activées. L'eau, l'industrie, les niuisances, **240**, 53-59.

CHANG, C.H., HAO, O.J. (1996). Sequencing batch reactor system for nutrient removal : ORP and pH profiles. *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, **67** (1), 27-38.

CHARMOT, M.L., ROCHE, N., PROST, C. (1997). Influence des cycles d'alimentation sur la décantabilité des boues actives. Revue des sciences de l'eau, 10 (3), 377-394.

CHARMOT, M.L., RIPOCHE, G., ROCHE, N., PROST, C. (1999). Modelling and simulation of activated sludge process with cyclic feeding for highly wastewater treatment. *Chemical engineering and technology*, **22** (1), 50-56.

CHARPENTIER, J., GODART, H., MARTIN, G., MOGNO, Y. (1989). Oxidation-reduction potential (ORP) regulation as a way to optimize aeration and C, N and P removal : experimental basis and various full-scale examples. *Wat. Sci. Tech.*, **21**, 1209-1223.

CHEN, A.C., CHANG, J.S., YANG, L., YANG, Y.H. (2001). Nitrogen removal from sewage by continuous flow SBR system with intermittent aération. *Environ. Technol.*, **22**, 553-559.

CHO, S.H.(1989). Modélisation du couplage "basin d'aération-décanteur secondaire" d'une station d'épuration des eaux par boues activées. Thèse INPL, Nancy.

CHO, B.C., CHANG, C.N., LIAW, S.L., HUANG, P.T. (2000). The feasible sequencing control strategy of treating high strength organic nitrogen removal with sequencing batch biofilm reactor. In proceedins of the 2<sup>nd</sup> international symposium on sequencing batch reactor technology, 10-12 Juillet 2000, Narbonne.

CHO, B. C., LAW, S. L., CHANG, C. N., YU, R. F., YANG, S. J., CHIOU, B. R. (2001). Development of a real-time control strategy with artificial neural network for automatic control of a continuous-flow sequencing batch reactor. *Wat. Sci. Technol.*, **44**(1),95-104.

CHOI, E., OA, S. W., LEE, J. J. (1997). Nightsoil treatment plant converted into a sequencing batch reactor to improve removal of pollutants and nutrients. *Water Science and Technology*, *35(1)*, *233-240*.

CHRISTENSEN, M.H., HARREMOES, P. (1978). Nitrification and denitrification in wastewater treatment. The chemistry and microbiology of pollution, Edition Willey, N.Y., 391-394.

CHUDOBA, J., CECH, J.S., FARKAC, J., GRAU, P.(1985). Control of activated sludge filamentous bulking : experimental verification of a kinetic selection theory. Wat. Res., **19**, 191-196.

COELHO, M. A. Z., RUSSO, C., ARAÚJO, O. Q. F. (2000). Optimization of a sequencing batch reactor for biological nitrogen removal. *Water Research*, **34**(10), 1 July, 2809-2817.

COHEN, A., JANSSEN, G., BREWSTER, S.D., SEELEY, R., BOOGERT, A.A., GRAHAM, A.A., MARDANI, M.R., CLARKE, N., KASABOV, N.K. (1997). Application of computational intelligence for on-line control of a sequencing batch reactor at Morrinsville sewage treatment plant. *Water Sci. Technol.*, **35** (10), 63-71.

COMEAU, Y., LAMARRE, D., ROBERGE, F., PERRIER, M., DESJARDINS, G., HADE, C., RAYMOND, M. (1996). Biological nutrient removal from a phosphorus-rich prefermented industrial wastewater. *Water Science and Technology*, **34**(1-2), 169-177.

COMEAU, Y., HALL, K.J., NACOK, R.E.W., OLDHAM, W.K. (1986). Biochemical model for enhanced biological phosphorus removal. Wat. Res., 20(2), 1511-1521.

CUEVAS-RODRÍGUEZ, G., GONZÁLEZ-BARCELÓ, O., GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, S. (1998). Wastewater fermentation and nutrient removal in sequencing batch reactors. *Water Science and Technology*, **38**(1), 255-264.

DAGOT C., PONS M. N., CASELLAS M., GUIBAUD G., BAUDU M. (2001) a). Use of image analysis and rheological studies for the control of settlebility of filamentous bacteria : application in SBR Reactor. *Water Science and Technology*, **43** (3), 27 – 33.

DAGOT, C., SOMMANAWAN, N., BAUDU, M., ANDERSON, R.(2001) b). Performances and simulation of intermittent decanted extended aeration treatment plants in tropical climate. *Environmental Technol.*, **22**, 1155-1168.

Da MOTA. (2001). Applications de l'analyse d'images à la caractérisation de la microfaune de stations d'épuration des eaux usées. Thèse INPL.

Da MOTA, M., PONS, M.N., ROCHE, M.N., ROCHE, N., VIVIER, H. (2001). Characterisation of activated sludge by automated image analysis. *Biochem. Eng. J.*, 9, 165-173.

DA MOTA, M., AMARAM, A.L., CASELLAS, M., PONS, M.NM, DAGOT, C., ROCHE, N., FERREIRA, E.C., VIVIER, H. (2001). Characterization of activated sludge by automated image analysis : validation of full scale plants. 8<sup>th</sup> International Conference on Computer Applications in Biotechnology (CAB8), Québec (Canada), p 452-456.

DANESH, S., and OLESZKIEWICZ, J.A. (1997). Use of a new anaerobic-aerobic sequencing batch reactor system to enhance biological phosphorus removal. *Water Sci. Technol.*, **35** (1), 137-144.

DASSANAYAKE, C. Y., IRVINE, R. L. (2001). An enhanced biological phosphorus removal (EBPR) control strategy for sequencing batch reactors (SBRs). *Wat. Sci. Technol.*, **43**(3), 183-189.

DELGENES, J.P., RUSTRIAN, E., BERNET, N., MOLETTA, R. (1998). Combined biodegradation of carbon, nitrogen, phosphorus from wastewaters. *J. of Molacular Catalysis B* : *Enzymatic*, **5**, 429-433.

DEMOULIN, G., GORONSZY, M.C., WUTSCHER, K., FORSTHUBER, E. (1997). Cocurrent nitrification/denitrification and biological p-removal in cyclic activated sludge plants by redox controlled cycle operation. *Water Science and Technology*, 35(1), 215-224.

DEMUYNCK, C., VANROLLEGHEM, P., MINGNEAU, C. LIESSENS, J., VERSTRAETE, W. (1994). NDBEPR process optimization in SBRS : reduction of external carbon-source and oxygen supply. *Water Sci. Technol.*, **30** (4), 169-179.

DIAMADOPOULOS, E., SAMARAS, P., DABOU, X., SAKELLAROPOULOS, G. P. (1997). Combined treatment of landfill leachate and domestic sewage in a sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **36** (2-3), 61-68.

DICK, R.I., YOUNG, K.W. (1972). Analysis of the thickening performance of final settling tanks. 27<sup>th</sup> Ind. Waste Conf. Purdue Univer., Lafayette, Ind.

DIRCKS, K., HENZE, M., VAN LOOSDERECHT, M.C.M., MOSBAEK, H., ASPEGREN, H. (2001). Storage and degradation of polyhydroxybutyrate in activated sludge under aerobic conditions. *Wat. Res.*, **35** (9), 2277-2285.

DOCKHORN, T., DICHTL, N., KAYSER, R. (2001).Comparative investigations on CODremoval in sequencing batch reactors and continuous flow plants. *Wat. Sci Technol.*, **43**(3), 45-52.

DOYLE, J., WATTS, S., SOLLEY, D., KELLER, J. (2001). Exceptionally high-rate nitrification in sequencing batch reactors treating high ammonia landfill leachate. *Wat. Sci. Technol.*, **43**(3), 315-322.

DUCHENE, P., DERLET, N. (1994). Carbone et azote réfractaires à l'épuration biologique. Vers de futures analyses normalisées ? *Informations techniques du Cémagref*, **96**, 6-8.

EDELINE, F. (1993). L'épuration biologique des eaux théorie et technologie des réacteurs. CEBEDOC editeur.

EKAMA, G.A., DOLD, P.L., MARAIS, G.V.R. (1986). Procedures for determining influent COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems. *Wat. Sci. Tech.*, **18**, 91-114.

FILIPE, C. D., DAIGGER, G. T., GRADY, C. P. Jr. (2001). pH as a key factor in the competition between glycogen-accumulating organisms and phosphorus-accumulating organisms. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, **73** (2), 223-232.

FORSTER, C.F. (1977). Bio-oxidation, in : Treatment of industrial effluents, p 65-87. Eds Gallely A.G., Forster C.F., Stafford, D.A., Hodder et Stoughton, Londres.

FRANTA, J. R., WILDERER, P. A. (1997). Biological treatment of papermill wastewater by sequencing batch reactor technology to reduce residual organics. *Water Science and Technology*, **35** (1), 129-136.

FU L. Y., WEN, X. H., LU, Q.L., QIAN, Y. (2001). Treatment of dyeing wastewater in two SBR system; *Process Biochemistry*, 36 (11), 1111-1118.

FURUMAI, H., KAZMI, A.A., FUJITA, M., FURUYA, Y., SASAKI, K. (1999). Modelling long term nutrient removal in a sequencing batch reactor. *Wat. Res.*, **33** (11), 2708-2714.

GARRIDO, J. M., OMIL, F., ARROJO, B., MÉNDEZ, R., LEMA, J. M. (2001). Carbon and nitrogen removal from a wastewater of an industrial dairy laboratory with a coupled anaerobic filter-sequencing batch reactor system. *Water Sci Technol*, **43** (3), 249-256.

GARZÓN-ZÚÑIGA, M. A., GONZÁLEZ-MARTÍNEZ S. (1996). Biological phosphate and nitrogen removal in a biofilm sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **34** (1-2), 1996, 293-301.

GLASS, C., SILVERSTEIN, J. (1999). Denitrification of high nitrate, high salinity wastewater. *Water Res.*, **33** (1), 223-229.

GOEL R., MINO, T., SATOH, H., MATSUO, T. (1998). Intracellular storage compounds, oxygen uptake rates and biomass yield with readily and slowly degradable substrates.*Water Science and Technology*, **38** (8-9), 85-93.

GOODWIN, J.A.S., FORSTER, C.F. (1985). A further examination into the composition of activated sludge surfaces in relation to their settlement characteristic. *Wat. Res.*, **19** (4), 527-533.

GUJER, W., HENZE, M., MINO, T., MATSUO, T., WENTZEL, M.C., MARAIS, G.R. (1995). The activated sludge model No 2, biological phosphorus removal in sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **31** (2), 1-11.

GUJER, W., HENZE, M., MINO, T., VAN LOOSDRECHT, M. (1999). Activated sludge model no. 3. *Wat. Sci. Tech.*, **39** (1), 183-193.

HAKER, R. (1999). Experiences with online measuring instruments for SBR-operation in Kalmar. *Vatten*, **55**, 33-39.

HEDUIT, A., COQUERY, M., THEVENOT, D.R. (1987). Potentiel d'oxydo-réduction en épuration biologique. Méthode de mesure et applications. T.S.M., 221-226.

HEDUIT, A., LECLERC, L.A., SINTES, L., THEVENOT, D.R. (1988). Perspectives et maitrise des processus de nitrification dans les boues activées à l'aide du potentiel d'oxydo-réduction.Wat.Supply, 6, 275-285.

HEDUIT, A., THEVENOT, D.R. (1992). Elements in the interpretation of platinum electrode potentials in biological treatment. *Wat. Sci. and Technol.*, **26** (5-6), 1335-1344.

HELNESS, H., ØDEGAARD, H. (1999). Biological Phosphorus Removal in a Sequencing Batch Moving Bed Biofilm Reactor. *Water Science and Technology*, **40** (4-5), 161-168.

HENDERSON, J.P., BESLER, D.A., ATWATER, J.A., MAVINIC, D.S. (1997). Treatment of methanogenic landfil leachate to remove ammonia using a rotating biological contactor (RBC) and a sequencing batch reactor. *Environ. Technol.*, **18**, 687-698.

HENZE, M. (1986). Nitrate versus oxygen utilization rates in wastewater and activated sludge systems. *Wat.Sci.Tech.*, **18**, 115-122.

HENZE, M., GRADY, C.P.L. Jr, GUJER, W., MARAIS, G.v.R., MATSUO, T. (1986). Activated sludge model no 1 IAWPRC Scientific and Technical Report, No 1, IAWPRC, Londres.

HENZE, M. (1992). Characterisation of wastewater for modelling of activated sludge process. *Wat. Sci. Tech.*, **25** (6), 1-15.

HENZE, M., KRISTENSEN, G.H., STRUBE, R. (1993). Rate-capacity characterization of wastewater for nutrient removal processes. Première conference spécialisée sur les microorganismes dans les boues actives et les biofilms, Paris, 27-28 Septembre 1993, IAWQ, CFPR, AGHTM, EWPCA, 101-107.

HENZE, M., GUJER, W., MINO, T., MATSUO, T., WENTZEL, M.C., MARAIS, G.v.R.(1995). Wastewater and biomass characterization for the activated sludge model no.2 : biological phosphorus removal. Wat. Sci. Tech., **31** (2), 13-23. HENZE, M., GUJER, W., TAKAHASHI, M., MATSUO, T., WENTZEL, M.C., MARAIS, G.R. (1997). Activated sludge model No2, IAWQ task group on mathematical modelling for design and operation of biological waste watertreatment processes, scientific and technical report No 3, IAWPRC.

HOUBRON, E., TORRIJOS, M., MOLETTA, R., IDE Narbonne, INRA Narbonne. (1998). Application d'un procédé SBR aux effluents vinicoles. Résultats de trois années de suivi. 2 ème congrés international sur le traitement des effluents vinicoles, INRA Narbonne, 197-204.

HUDSON, N.; DOYLE, J.; LANT, P.; ROACH, N.; DE BRUYN, B.; STAIB, C. (2001). Sequencing batch reactor technology: the key to a BP refinery (Bulwer Island) upgraded environmental protection system--a low cost lagoon based retro-fit. *Wat. Sci. Technol.*, **43** (3), 339-346.

HVALA, N., ZEC, M., ROS, M., STRMCNIK, S. (2001). Design of a sequencing batch reactor sequence with an input load partition in a simulation-based experimental environment. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, **73** (2), 146-153.

IRVINE, R.L., MURTHY, D.V.S., ARORA, M.L. COPEMAN, J.L., HEIDMAN, J.A. (1987). Analysis of full scale operation at Grundy center IOWA. *JWPCF*, **59** (3), 132-138.

IRVINE, D. A., EARLEY, J. P., CASSIDY, D. P. HARVEY, S. P. (1997). Biodegradation of sulfur mustard hydrolysate in the sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **35** (1), 67-74.

IP, S.Y., BRIDGER, J.S., MILLS, N.F.(1987). Effect of alternating aerobic and anaerobic conditions on the economics of the activated sludge system. Wat. Sci. Tech., 19(5/6), 918-919.

JEON C. O.; PARK J. (2000). Enhanced biological phosphorus removal in a sequencing batch reactor supplied with glucose as a sole carbon source. *Water Research, 34 (7), 2160-2170*.

JEON, C. O., LEE, D. S., PARK, J. M. (2001) a). Enhanced biological phosphorus removal in an anaerobic-aerobic sequencing batch reactor: characteristics of carbon metabolism. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, **73** (3), 295-300.

JEON, C. O., LEE, D. S., LEE, M. W., PARK, J. M. (2001) b). Enhanced biological phosphorus removal in an anaerobic-aerobic sequencing batch reactor: effect of pH. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, **73** (3), 301-306.

JOHANSEN, N. H., ANDERSEN, J. S., LA COUR JANSEN, J. (1997). Optimum operation of a small sequencing batch reactor for bod and nitrogen removal based on on-line our-calculation. *Water Science and Technology*, **35** (6), 29-36.

JUNESON, C., WARD, O. P., AJAY S. (2001). Biodegradation of bis(2-ethylhexyl)phthalate in a soil slurry-sequencing batch reactor. *Process Biochemistry*, Volume **37** (3), 305-313.

KABACINSK, M. I, HULTMAN, B., PLAZA, E., TRELA, J. (1998). Strategies for improvement of sludge quality and process performance of sequencing batch reactor plant treating municipal and tannery wastewater. *Water Science and Technology*, **38** (4-5), 69-77.

KATSOGIANNIS, A.N., KORNAROS, M.E., LYBERATOS, G.K. (1999). Adaptive optimization of a nitrifying sequencing batch reactor. Wat. Res., **33** (17), 3569-3576.

KAZMI, A.A., FUJITA, M., FURUMAI, H. (2000). Modelling effect of remaining nitrate on phosphorus removal in SBR. In proceedins of the 2<sup>nd</sup> international symposium on sequencing batch reactor technology, 10-12 Juillet 2000, Narbonne.

KELLER, J., SUBRAMANIAM, K., GSSWEIN, J. (1997). Nutrient removal from industrial wastewater using single tank sequencing batch reactor. *Water Sci. Technol.*, **35**(6), 137-144.

KELLER, J., WATTS, S., BATTYE-SMITH, W., CHONG, R. (2001). Full-scale demonstration of biological nutrient removal in a single tank SBR process. *Water Sci. Technol.*, **43** (3), 355-362.

KENNEDY, K.J., LENTZ, E.M. (2000). Treatment of landfill leachate using sequencing batch and continuous flow upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors.*Wat. Res.*, **34** (14), 3640-3656.

KETCHUM, L.H., IRVINE, R.L., LIAO, P.C. (1979). Economic evaluation of sequencing batch biological reactors. *J. Water Pollut. Control Fed.*, **51** (2), 288-297.

KETCHUM; L.H. (1997). Design and physical features of sequencing batch reactors. *Wat. Sci. Tech.*, **35**(1), 11-18.

KEUDEL, L.O., DICHTL, N. (2000). Settling characteristics of activated sludge in sequencing batch reactors obtained from full-scale experiments. In proceedins of the 2<sup>nd</sup> international symposium on sequencing batch reactor technology, 10-12 Juillet 2000, Narbonne.

KIM, H., PAGILLA, K. R. (2000) a). Competitive growth of *Nocardia* and *Acinetobacter* under anaerobic/aerobic batch operation. *Water Research*, **34** (10), 2667-2674 .

KIM, H., MCAVOY, T. J., ANDERSON, J. S., HAO, O. J. (2000) b). Control of an alternating aerobic-anoxic activated sludge system – Part 2: optimization using a linearized model. *Control Engineering Practice*, **8** (3), 279-289.

KIM, H., HAO, O.J., MCAVOY, T.J.(2001). SBR system for phosphorus removal : ASM2 and simplified linear model. *J. of environmental engineering*, **127** (2), 98-104.
KLAPWIJK, A., BROUWER, H., VROLIJK, E., KUJAWA, K. (1998). Control of intermittently aerated nitrogen removal plants by detection endpoints of nitrification using respirometry only. *Wat. Res.*, **32** (5), 1700-1703.

KOCH, G., PIANTA, R., KREBS, P., SIEGRIST, H. (1999). Potential of denitrification and solids removal in the rectangular clarifier. *Wat. Res.*, **33** (2), 309-318.

KRAMPE, J., KRAUTH, K . (2001). Sequencing batch reactor with submerged hollow fibre membranes for the biomass separation. *Water Sci. Technol.*, **3** (3), 195-199.

KRISHNA, C., VAN LOOSDRECHT, M. C. M. (1999). Substrate flux into storage and growth in relation to activated sludge modelling. *Water Research*, **33** (14), 3149-3161.

KRISTENSEN, G., ELBERG JORGENSEN, P., HENZE, M. (1992). Characterization of functional microorganism groups and substrate in activated sludge and wastewater by AUR, NUR and OUR. *Wat. Sci. Tech.*, **25**(6), 43-57.

KUBA, T., VAN LOOSDRECHT, M. C. M., HEIJNEN, J. J. (1997). Biological dephosphatation by activated sludge under denitrifying conditions: pH influence and occurrence of denitrifying dephosphatation in a full-scale waste water treatment plant. *Water Science and Technology*, **36** (12), 75-82.

KUBA, T., VAN LOOSDRECHT, M. C. M., HEIJNEN, J. J. (1996). Effect of cyclic oxygen exposure on the activity of denitrifying phosphorus removing bacteria, *Water Science and Technology*, **34** (1-2), 33-40.

KYNCH, G.J.(1952). A theory of sedimentation. Trans. Faraday Soc., 48, 166.

LAROSE, A., PERRIER, M., COMEAU, Y. (1997). Respirometric control of the anaerobic period duration of an SBR bio-P process. *Wat. Sci. Tech.*, **36** (5), 293-300.

LAROYE, M.Y. (1997). Contribution de la mesure de trubidité au suivi en ligne du fonctionnement des stations d'épuration biologique. Université de Limoges.

LAUGHLIN, D.K., EDWARDS, F.G., EGEMEN, E., NIRMALAKHANDAN, N. (1999). SBR treatment of high COD effluent from bottling plant. *J. of Environ. Engineering*, **125** (3), 285-289.

LEE, D. S., PARK, J. M. (1999). Neural network modeling for on-line estimation of nutrient dynamics in a sequentially-operated batch reactor. *Journal of Biotechnology*, **75** (2-3), 229-239.

LEE, J.G., HUR, J.M., CHANG, D., CHUNG, T.H. (2001) a). Performance characterization of anaerobic sequencing batch reactor process for digestion of night soil. *Water Sci Technol*, **43** (1), 27-34.

LEE, D. S., JEON, C. O., PARK, J. M. (2001) b). Biological nitrogen removal with enhanced phosphate uptake in a sequencing batch reactor using single sludge system. *Water Research*, **35** (16), 3968-3976.

LESOUEF, A., PAYRAUDEAU, M., ROGALLA, F., KLEIBER, B. (1992). Optimizing nitrogen removal reactor configurations by on site calibration of the IAWPRC activated sludge model. *Wat. Sci. Tech.*, **25** (6), 105-123.

LEVINE, A.D., TCHOBANOGLOUS, G., ASANO, T. (1985). Characterisation of the size distribution of contaminants in wastewater treatment and reuse implications. *Journal WPCF*, **57** (7), 805-816.

LIAO, Y. C., LEE, D. J. (1996). Estimation of oxygen transfer rate in sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, 34 (3-4), 413-420.

LIAO, B. Q., ALLEN, D. G., DROPPO, I. G., LEPPARD, G. G., LISS, S. N. (2001). Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability. *Water Res*, **35** (2), 339-350.

LIN, S. H., CHANG, C. C. (2000) a). Treatment of landfill leachate by combined electro-Fenton oxidation and sequencing batch reactor method. *Water Research*, 34 (17), 4243-4249. LIN, C.K., KATAYAMA, Y., HOSOMI, M., MURUKAMI, M., OKADA, M. (2000) b). The relationship between isoprenoid quinone and phosphorus removal activity. *Wat. Res.*, **34** (14), 3607-3613.

LIN, S. H., CHENG, K. W. (2001). A new sequencing batch reactor for treatment of municipal sewage wastewater for agricultural reuse. *Desalination*, **133** (1), 41-51.

LINDREA, K.C., LOCKWOOD, G., MAJONE, M. (1998). The distribution and movement of polyphosphate and associated cations in sludges from NDEBPR plants in different configurations at pilot scale. *Water Science and Technology*, **37** (4-5), 555-562.

LIRA, V.V., BARROS, P.R., DA ROCHA NETO, J.S., VAN HAANDEL, A.C. (2001). Automation of a sequencing batch reactor in an anaerobic-aerobic wastewater treatment system. In proceedings of the first IWA conference on instrumentation control and automation, Malmoe, Suède, 3-7 juin 2001.

LIU, Y., TAY J.-H. (2001). Strategy for minimization of excess sludge production from the activated sludge process. *Biotechnology Advances*, 19 (2), 97-107.

LIU, W.T., NAKAMURA, K., MATSUO, T., MINO, T. (1997). Internal energy-based competition between polyphosphate and glycogen accumulating bacteria in biological phosphorus removal reactors- effect of P/C feeding ratio. *Wat. Res.*, **31** (6), 1430-1438.

LIU Y. (2000). The  $S_0/X_0$ -dependent dissolved organic carbon distribution in substratesufficient batch culture of activated sludge. *Water Research*, **34** (5), 1645-1651.

LOUKIDOU, M. X., ZOUBOULIS, A. I. (2001). Comparison of two biological treatment processes using attached-growth biomass for sanitary landfill leachate treatment. *Environmental Pollution*, **111** (2), 273-281.

LOVE, N., G., RUST, M. E., TERLESKY K. C. (1998). Enrichment and characterization of an anaerobic methyl ethyl ketoxime degrading culture from an anoxic/anaerobic/aerobic activated sludge sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **37**, (4-5), 95-98.

LOW, E. W., CHASE, H. A., MILNER, M. G., CURTIS, T. P. (2000). Uncoupling of metabolism to reduce biomass production in the activated sludge process. *Water Research*, **34** (12), 3204-3212.

LUCCARINI, L., PORRA, E., SPAGNI, A., RATINI, P., GRILLI, S., LONGHI, S., BORTONE, G. (2001). Soft sensors for control of nitrogen and phosphorus removal from wastewaters by neural networks. In proceedings of the first IWA conference on instrumentation control and automation, Malmoe, Suède, 3-7 juin 2001.

MAC CARTHY, P.J., BROWN, G.J., BLISS, S.G. (1992). Nitrification denitrification of anaerobically pretreated potao processing wastewater using SBR technology.In conf. 'Proc 48th ind. waste conf.',881-888.

MAMAIS, D., JENKINS, D., PITT, P. (1993). A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. *Wat. Res.*, **27** (1), 195-197.

MANGAT, S.S., and ELEFNIOTIS, P. (1999). Biodegradation of the herbicide 2, 4dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) in sequencing batch reactor. *Wat.Res.*, **33**(3), 861-867.

MARSILI-LIBELLI, S., GIOVANNI, F. (1997). On line estimation of the nitrification process. Wat. Res., 31 (1), 179-185.

MASSE, D.I., LU, D., MASSE, L., DROSTE, R.L. (2000). Effect of antibiotics on psychrophilic anaerobic digestion of swine manure slurry in sequencing batch reactors. *Bioresource Technology*, **75**, 205-211.

MEGANCK,M., MALNOU, D., LE FLOHIC, P., FOUP, G.M., ROVEL, J.M.(1985). The importance of the acidogenic microflora in biological phosphorus removel. Wat. Sci. Tech., 17, 11-12, 199-212.

MEKONEN, A., KUMAR, P., KUMAR, A. (2001). Integrated biological and physicochemical treatment process for nitrate and fluoride removal. *Wat. Res.*, **35** (13), 3127-3136.

MELCER, H., BEDFORD, W.K., TOPNIK, B.H. SCHMIDTKE, N.W. (1987). Conversion of small municipal wastewater tractment plants to batch reactors. *JWPCF*, **59** (2), 79-85.

MELCER, H. (1999). Full scale experience with biological process models-calibration issues. *Wat. Sci. Tech.*, **39** (1), 245-252.

MERZOUKI, M., BERNET, N., DELGENÈS, J. P., MOLETTA, R., BENLEMLIH, M. (2001) a). Biological denitrifying phosphorus removal in SBR: effect of added nitrate concentration and sludge retention time. *Water Sci Technol*, **43** (3), 191-194.

MERZOUKI, M., BERNET, N., DELGENÈS, J. P., MOLETTA, R., BENLEMLIH, M. (2001) b). Effect of operating parameters on anoxic biological phosphorus removal in anaerobic anoxic sequencing batch reactor. *Environ. Technol.*, **22** (4), 397-408.

METCALF ET EDDY (1991). Wastewater engineering treatment disposal reuse. Mc Graw Hill International Edition.

MINO, T., ARUN, V., TSUZUKI, Y., MATSUO, T. (1987). Effect of phosphorus accumulation on acetate metabolism in the biological phosphorus removal process. Advances in Water Pollution Control- Biological phosphate removal from watewaters – R Ramadori ed.), Pergamon Press, Oxford.

MINO, T., VANLOODSRECHT, M.C.M., HEIJNEN, J.J. (1998). Microbiology and biochemistry of the enhanced biological phosphate removal process. *Wat. Res.*, **32** (11), 3193-3207.

MONOD, J. (1949). The growth of bacterial culture. *Annual Review of Microbiology*, **3**, 371-394.

MORENO, J., BUITRÓN, G. (1998). Respirometry based optimal control of an aerobic bioreactor for the industrial waste water treatment, *Water Science and Technology*, **38** (3), 219-226.

MUNCH, E.V., LANT, P., KELLER, J. (1996). Simultaneaous nitrification and denitrification in bench scale sequencing batch reactors. *Wat. Res.*, **30** (2), 277-284.

MUÑOZ-COLUNGA, A., GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, S. (1996). Effects of population displacements on biological phosphorus removal in a biofilm SBR. *Water Science and Technology*, **34** (1-2), 303-313.

NAIDOO, V., URBAIN, V., BUCKLEY, C.A. (1998). Characterization of wastewater and activated sludge from european municipal wastewater treatment plants using the NUR test. *Wat. Sci. Tech.*, **38** (1), 303-310.

NG, W.J., DROSTE, R.L. (1989). Sequencing batch reactor (SBR) treatment of wastewaters. Environmental Sanitation Information Center. Asian Institute of Technology.

NG, W. J., ONG, S. L., HOSSAIN, F. (2000). An algorithmic approach for system-specific modelling of activated sludge bulking in an SBR. *Environmental Modelling and Software*, **15** (2), 199-210.

NG, W. J., ONG, S. L., HU, J. Y. (2001). Denitrifying phosphorus removal by anaerobic/anoxic sequencing batch reactor. *Water Sci Technol*, **43** (3), 139-146.

NOVAK, L., LARREA, L., WANNER, J., GARCIA-HERAS, J.L. (1993). Non-filamentous activated sludge bulking in a laboratory scale system. *Wat. Res.*, **27** (8), 1339-1346.

OLESZKIEWICZ, J.A., BERQUIST, S.A. (1988). Low temperature nitrogen removal in sequencing batch reactors. *Wat. Res.*, **22** (9), 1163-1171.

PALMGREN, R., JORAN, F., NIELSEN, P.H., BLOCK, J.C. (1998). Influence of oxygen limitation on the celle surface properties of bacteria from activated sludge. *Wat. Sci. and Tech.*, **37** (4/5), 349-352.

PANSWAD, T., IAMSAMER, K., ANOTAI, J. (2001). Decolorization of azo-reactive dye by polyphosphate- and glycogen-accumulating organisms in an anaerobic-aerobic sequencing batch reactor. *Bioresource Technology*, **76** (2), 151-159.

PARK, K. Y., LEE, J. W., INAMORI, Y., MIZUOCHI, M., AHN, K. H. (2001) a). Effects of fill modes on N2O emission from the SBR treating domestic wastewater. *Water Sci Technol*, 43 (3), 147-150.

PARK, J. K., WHANG, L. M., WANG, J. C., NOVOTNY, G. (2001) b). A biological phosphorus removal potential test for wastewaters. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, 73 (3), 374-382.

PAUL, E., PLISSON-SAUNE, S., MAURET, M., CANTET, J.,(1998) Process state evaluation of alternating oxic-anoxic activated sludge using ORP, pH, and DO. *Water Sci. And Tech.*, 38(3), 299-306.

<sup>\*</sup>PAVELJ, N., HVALA, N., KOCIJAN, J., RO, M., UBELJ, M., MUI, G. AND STRMNIK, S. (2001). Experimental design of an optimal phase duration control strategy used in batch biological wastewater treatment. *ISA Transactions*, **40** (1), 41-56.

PETERSEN, B., TEMINK, H., HENZE, M., ISAACS, S.(1998). Phosphate uptake in relation to PHB under aerobic conditions. *Wat. Res.*, **32** (1), 91-100.

PIIRTOLA, L., UUSITALO, R., VESILIND, A. (2000). Effect of mineral matérials and cations on activated and alum sludge settling. *Wat.Res.*, **34** (1), 191-195.

PLISSON-SAUNE, S., CAPDEVILLE, B., MAURET, M., DEGUIN, A., BAPTISTE, P., (1996). Real-time control of nitrogen removal using three ORP bending points : signification, control strategy and results. *Wat. Sci. And Tech.*, **33**(1), 275-280.

POCHANA, K., KELLER, J. (1999). Study of factors affecting simultaneous nitrification and denitrification (SND). *Water Science and Technology*, **39** (6), 61-68.

PONS, M.N., SPANJERS, H., JEPPSSONS, U. (1999). Towards a benchmark for evaluating control strategies in wastewater treatment plants by simulation. Proceedings of 9<sup>th</sup> European symposium on computer aided process engineering, Budapest, Hungary.

POTIER, O. (1993). Etude des stations d'épuration des eaux usées urbaines par boues actives : modélisation de l'aérateur canal. Thèse INPL.

POTTER, T.G., KOOPMAN, B., SVORONOS, S.A. (1996). Optimization of a periodic biological process for nitrogen removal from wastewater. *Wat. Res.*, **30**(1), 142-152.

PRIBYL, M., TUCEK, F., WILDERER, P. A., WANNER, J. (1997). Amount and nature of soluble refractory organics produced by activated sludge micro-organisms in sequencing batch and continuous flow reactors. *Water Science and Technology*, **35** (1), 27-34.

RANDALL, A. A., BENEFIELD, L. D., HILL W. E., NICOL, J.P., BOMAN, G. K., SHUH-REN, J. (1997). The effect of volatile fatty acids on enhanced biological phosphorus removal and population structure in anaerobic/aerobic sequencing batch reactors. *Water Science and Technology*, 35 (1), 153-160.

RATUSZNEI, S. M., RODRIGUES, J. A., CAMARGO, E. F., ZAIAT, M., BORZANI, W. (2001). Influence of agitation rate on the performance of a stirred anaerobic sequencing batch reactor containing immobilized biomass. *Water Science and Technology: a Journal of the International Association on Water Pollution Research*, **44** (4), 305-312.

RIM, Y. T., YANG, H. J., YOON, C. H., KIM, Y. S., SEO J. -B., RYU, J. K., SHIN, E. B. (1997). A full-scale test of a biological nutrients removal system using the sequencing batch reactor activated sludge process. *Water Science and Technology*, **35** (1), 241-247.

RODRIGUES, A. C., BRITO, A. G., MELO, L. F. (2001). Posttreatment of a brewery wastewater using a sequencing batch reactor. *Water Environment Research: a Research Publication of the Water Environment Federation*, **73** (1), 45-51.

ROS, M., DULAR, M., FARKAS, P.A. (1988). Measurement of respiration of activated sludge. Wat. Res., 22(11), 1405-1411.

SATOH, H., MINO, T., MATSUO, T.(1992). Uptake of organic substrates and accumulation of polyhydroxyalkanoates linked with glycolysis of intracellular carbohydrates under anaerobic conditions in the biological excess phosphate removal process. Wat. Sci. Tech., 26 (5/6), 933-942.

SCHLEYPEN P., MICHEL I. AND SIEWERT H. E. (1997). Sequencing batch reactors with continuous inflow for small communities in rural areas in Bavaria. *Water Science and Technology*, **35** (1), 269-276.

SCHULER, A. J., JENKINS, D., RONEN, P. (2001). Microbial storage products, biomass density, and settling properties of enhanced biological phosphorus removal activated sludge. *Water Sci Technol*, **43** (1), 173-180.

SHEKER, R.E., ARIS, R.M., SHIEH, W.K. (1993). The effects of fill strategies on SBR performance under nitrogen deficiency and rich conditions. *Water Scien. Technol.*, **28**, 259-266.

SLACH, A., and HOWELL, R.L. (1995). The use of sequencing batch reactors to treat highstrength vitamin waste. In conf 'Proc.49th. Ind. Waste conf., 719-726.

SMOLDERS, G.J.F., VAN DER MEIJ, J., VAN LOOSDRECHT, M.C.M., HEIJNEN, J.J. (1994) a). Model of the anaerobic metabolism of the biologicam phosphorus removal process stoechiometry and pH influence. *Wat. Sci. Tech.*, **23**, 1057-1066.

SMOLDERS, G.J.F., VAN DER MEIJ, J., VAN LOOSDRECHT, M.C.M., HEIJNEN, J.J. (1994) b). A structured metabolic model for anaerobic and aerobic stoechiometry and kinetics of the biological phosphorus removal process. *Biotechnol. Bioeng.*, **47**, 277-287.

SOMMANAWAN, N. (1999). Design and performance of package sewage treatment plants using SBR process AAT technology in tropical climate. DESS Université de Limoges.

SPANJERS, H., PATRY, G.G., KEESMAN, J. (2001). On-line model calibration at a full scale WWTP. In proceedings of the first IWA conference on instrumentation control and automation, Malmoe, Suède, 3-7 juin 2001.

SPECTOR, M. (1998). Cocurrent biological nitrification and denitrification in wastewater treatment. *Water Environ. Res.*, **70** (7), 1242-1247.

SPERANDIO, M. (1998). Développement d'une procédure de compartimentation d'une eau résiduaire urbaine et application à la modélisation dynamique de procédés à boues activées. Thèse INSA n°ordre 488.

SPERLING, M. (1998). A new method for the design of sequencing batch reactor (SBR) using the concept of the hindered settling velocity of the sludge. *Environ.Technol.*, **19**, 1223-1231.

STARKEY, J.E., KARR, P.R. (1984). Effect of low dissolved oxygen concentration on effluent turbidity. *Journal WPCF*, **56** (7), 837-843;

STEPHENS, H.L., STENSEL, H.D. (1998). Effect of operating conditions on biological phosphorus removal. Wat. *Environ., Res.*, **70** (3), 362-369.

STRICKER, A.E. (2000). Application de la modélisation à l'étude du traitement de l'azote par boues activées en aération prolongée : comparaison des performances en temps sec et en temps de pluie. Thèse ENGEES, Strasbourg.

SURMACZ-GORSKA, J., GERNAEY, K., DEMUYNCK, C., VANROLLEGHEM, P., VERSTRAETE, W. (1996). Nitrification monitoring in activated sludge by oxygen uptake rate (OUR) measurements. *Wat. Res.*, **30** (5), 1228-1236.

TAKACS, I., PATRY, G.G., NOLASCO, D. (1991). A dynamic model of yhe clarificationthickening process. *Wat. Sci. Tech.*, **25** (10), 1263-1271. TASLI, R., ARTAN, N., ORHON, D. (1997). The influence of different substrates on enhanced biological phosphorus removal in a sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **35** (1), 75-80.

THOMAS, O., THERAULAZ, F., AGNEL, C., SURYANI, S. (1996). Advanced UV examination of wastewater. *Environ. Technol.*, **17**, 251-261.

TILCHE, A., BACILIERI, E., BORTONE, G., MALASPINA, F., PICCININI, S., STANTE L. (1999). Biological phosphorus and nitrogen removal in a full scale sequencing batch reactor treating piggery wastewater, *Water Science and Technology*, **40** (1), 199-206.

TIMUR, H., ÖZTURK, I. (1999). Anaerobic sequencing batch reactor treatment of landfill leachate. *Water Research*, 33 (15), 3225-3230.

TORRIJOS, M., GSELL, B., MOLETTA, R. (1997). Application d'un procede SBR à la dépollution des eaux usées de petites coopératives laitières. *Eaux Indu. Nuis.*, **202**, 31-35.

TORRIJOS, M., MOLETTA, R. (1997). Winery wastewater depollution by sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **35** (1), 249-257.

UMBLE, A. K., KETCHUM, L. H. (1997). A strategy for coupling municipal wastewater treatment using the sequencing batch reactor with effluent nutrient recovery through aquaculture. *Water Science and Technology*, 35 (1), 177-184.

VANDERHASSELT, A., VERSTRAETE, W. (1999). Short-term effects of additives on sludge sedimentation characteristics. *Wat. Res.*, **33** (2), 381-390.

VAN LOOSDRECHT, M.C.M., POT, M.A., HEIJNEN, J.J. (1997). Importance of bacterial storage polymers in bioprocesses. *Wat. Sci. Tech.*, **35** (1), 41-47.

VANROLLEGHEN, P.A., SPANJERS, H., PETERSEN, B., GINESTET, P., TAKACS, I. (1999). Estimating (combination of) activated sludge model no.1 parameters and components by respirometry. *Wat. Sci. Tech.*, **39** (1), 195-214.

VESILIND, A.P. (1968). Discussion of "Evaluation of activated sludge thickening theories", by R.I. Dick and B.B. Ewing. J. sanit. Engng Div. Am. Sooc. Civ. Engrs, 94, 185-191.

WANG, B., LI, J., WANG, L., NIE, M., LI, J. (1998). Mechanism of phosphorus removal by SBR submerged biofilm system. *Wat.Res.*, **9**, 2633-2638.

WANNER, J. (1994). Activated sludge population dynamics. *Wat. Sci.and Tech.*, **30** (11), 159-169.

WANNER, J., RUZICKOVA, I., JETMAROVA, P., KRHUTKOVA, O., PARANIAKOVA, J. (1998). A national survey of sludge separation problems in the Czech republic : filaments, floc characteristics ans activated sludge metabloic properties. *Wat. Sci. and Technol.*, **37** (4/5), 271-279.

WELPER, L.L., SUNG, S., DAGUE, R.R. (1997). Laboratory studies on the temperaturephased ASBR system. *Wat. Sci.and Technol.*, **36** (2-3), 295-302.

WENTZEL, M.C., DOLD, P.L., EKAMA, G.A., MARAIS, G.v.R. (1985). Kinetics of biological phosphorus release. Wat. Sci. Tech., 17, 57-71.

WENTZEL, M.C., MBEWE, A., LAKAY, M.T., EKAMA, G.A. (1999). Batch test for characterisation of the carbonaceous materials in municipal wastewaters. Water SA, **25** (3), 327-33.

WILEN, B.M., BALMER, P. (1999). The effect of dissolved oxygen concentration on the structuure, size nd size distribution of activated sludge flocs. *Wat. Res.*, **33** (2), 391-400.

WIRTZ, R. A., DAGUE R. R. (1997). Laboratory studies on enhancement of granulation in the anaerobic sequencing batch reactor. *Water Science and Technology*, **36** (4), 279-286.

WOOLARD, C.R., IRVINE, R.L. (1995). Treatment of hypersaline wastewater in the sequnecing batch reactor. *Wat. Res.*, **29** (4), 1159-1168.

WOUTERS-WASIAK, K., HEDUIT, A., AUDIC, J.M., LEFEVRE, F. (1994). Real-time control of nitrogen removal at full-scale using oxidation reduction potential. *Wat. Sci. Tech.*, **30** (4), 207-210.

YALMAZ, G., OZTÜRK, I. (2001). Biological ammonia removal from anaerobically pretreated landfill leachate in sequencing batch reactors (SBR). *Water Sci Technol*, **43** (3), 307-314.

YANG, H.J., SHIN, E.B., CHUNG, Y.C., RYU, J.K. (1999). Simultaneous biological removal of nitrogen and phosphorus using the SBR process for a bench scale test. *J. Environ. Sci. Health.*, **34** (5), 1105-1116.

YOO, H., AHN, K-H., LEE, H-J., LEE, K-H., KWAK, Y-J., SONG, K-G. (1999). Nitrogen removal from synthetic wastewater by simultaneous nitrification and denitrification (SND) via nitrite in an intermittently-aerated reactor. *Wat. Res.*, **33** (1), 145-154.

YOONG, E.T., LANT, P.A., GREENFIELD, P.F. (2000). In situ respirometry in an SBR treating wastewater with high phenol concentration. *Wat. Res.*, **34** (1), 239-245.

YOONG, E. T., LANT, P. A. (2001). Biodegradation of high strength phenolic wastewater using SBR. *Water Sci Technol*, **43** (3), 299-306.

YOSHIOKA, N., HOTTA, Y., TANAKAS, S. (1957). Batch settling of homogenous slurries. *J. Chem. Eng.*, **19** (12), 616-626.

YU, Z., MOHN, W. W. (2001). Bioaugmentation with resin-acid-degrading bacteria enhances resin acid removal in sequencing batch reactors treating pulp mill effluents. *Water Research*, **35** (4), 883-890.

YU, R. F., LIAW, S. L., CHO, B. C., YANG, S. J. (2001). Dynamic control of a continuousinflow SBR with time-varying influent loading. *Water Sci Technol*, **43** (3), 107-114.

ZHAO, H.W., MAVINIC, D.S., OLDHAM, W.K., KOCH, F.A. (1998). Factors affecting phosphorus removal in a two-stage intermittent aeration process treating domestic sewage. IAWQ 19<sup>th</sup> Biennal Int. Conf., Vancouver, Canada, 21-26 juin.

ZALOUM, R., ABBOTT, M. (1997). Anaerobic pretreatment improves single sequencing batch reactor treatment of landfill leachates. *Water Science and Technology*, **35** (1), 207-214.

ZILVERTANT, A.G. (1997). Pilot-testing and full-scale experience of a sequencing batch reactor system for the treatment of the potentially toxic wastewater from a road and rail car cleaning site. *Water Sci. Technol.*, **35** (1), 259-267.

## Annexes

## <u>Annexe 1 : Traitement d'effluents toxiques</u> (synthétiques ou industriels) avec un SBR

Type d'effluent	Elément visé	% Abattement	Auteurs
Eaux usées	Ν	100%	GLASS et
synthétiques à fortes			SILVERSTEIN
[nitrates] et en [sels]			(1993)
Effluent contenant de	С	> 99%	MANGAT et
l'acide			ELEFNIOTIS (1999)
dichlorophénoxy			
Acétique (10 mg/l)			
(2-éthylhexyl)phtalate		75% sur le composé	JUNESON et coll
		000/	2001
Nitrates et fluoride	N,F	88% nitrates	MEKONEN et
	~~~~		<u>coll.(2001)</u>
Effluent synthétique	C,N,P	95% DCO , 99%P	PANSWAD et coll.
et colorant			2001.
<u> </u>	CN		
Eaux de nettoyage de	C,N	80% pour N après 1 an et	ZILVEKIANI
containers (substances			(1997)
(Dava has)		80 a 90% DCO	
(Pays Das)	C	((0)/	EU at apl1 2001
Effluent teinturerie	C	66%	FU et coll. 2001
RID (lajouis seis et			
Undrolwat and	C	> 000/ COT	IDVINE at call
myuloiysat gaz	C	> 90% COT	(1007)
this distribution is a set			(1997)
minárouv			
honzòna 2		050/	VOI D at
oblorophonal at		93%	KULD EL WILDEDED (1007)
chiorophenor et			WILDERER (1997)
nhenol			
	С	DCO 97%	VOONG et LANT
i nenor a rorte charge	C	DCO 9770	(2001)
			(2001)

### ANNEXE 2 : Traitement d'eaux usées industrielles

### avec un SBR

Type d'effluent	Element visé	%abattement	Auteurs
Lisier (France)	C,N	87 à 95% pour NGL 85à 92% pour le COT	BERNET et coll. (1998)
Eaux usées de fromagerie (France)	C,N, P	94,5% pour NGL 86,6% pour P 97,7% DCO 99,8% DBO <sub>5</sub>	TORRIJOS et coll. (1997)
Lixiviat de décharge (Canada)	N (202 mg/l de $NH_4^+$ en entrée	100% pour N < 40% DCO <40% DBO <sub>5</sub>	HENDERSON et coll. (1997)
Eaux usées d'abattoir (Australie)	C,N,P	89%pour N 90%pour P	KELLER et coll. (1997)
Eaux usées d'usine d'embouteillage (Mexique)	С	> 90%DCO	LAUGHLIN et coll. (1999)
Effluent vinicole (France)	C,N,P	50% pour NTK 88% pour P 93 à 96,3%DCO 97.5 %DBO <sub>5</sub>	HOUBRON et coll. (1998)
Eaux de lavage des pommes de terre (USA)	C,N	> 90% pour NTK 93% pour NH <sub>3</sub> -N >70% DCO 91% DBO <sub>6</sub>	MC CARTHY et coll. (1992)
Lait non gras sec	С	90% DCO tot 99% DCO soluble	WELPER et coll. (1997)
Effluent vinicole (France)	C, N, P	>90% DCO totale 95% DCO soluble 50% N global 88% P global	TORRIJOS et MOLETTA (1997)
nightsoil	C, N,P	97% DCO 99% N 78% P	CHOI et coll. (1997)
Lixiviat de décharge	С	71% à 92% DCO	KENNEDY et LENTZ (2000)
Lixiviat de décharge agé (>5ans)	C	80-90% DCO	LIN et CHANG (2000)
Lixiviat jeune (3,5 ans)	С	64-85% DCO	TIMUR et OZTURK (1999)
Petit lait		MES 44,2%	DUGBA et ZHANG (1999)
Lixiviat de décharge (partiellement stabilisé)	C,N,P	90% DBO <sub>5</sub> 80% DCO 85% NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 65% P	LOUKIDOU et ZOUBOULIS (2001)
Lixiviat de décharge et eau usée	C,N	95% DBO <sub>5</sub> 63% NGL	DIAMOPOULOS et coll. (1997)
Effluent papeterie + nutriments 100 : 3 : 1	C	92% DCO 98% DBO <sub>5</sub>	FRANTA et WILDERER (1997)

Lixiviat de charge	C, N	95% DCO	YALMAZ et OZTURK
jeune			(2001)
Effluent laiterie	C,N	98% DCO	GARRIDO et coll.
		99% NGL	(2001)
Traitement du lisier	C, N	81 à 91% COT	BERNET et coll. (2001)
		85 à 91% NTK	
Traitement des night	С	67% DCO	LEE et coll. (2001)
soil réacteur		(56% continu)	
anaérobie		(59%) AGV	
		(45% continu)	
Effluent brasserie	C, N, P	85à 97% DCO	RODRIGUES et coll.
		97% $NH_4^+$	(2001)
Traitement lisier de	C,N,P	98% sur tous les éléments	TILCHE et coll. (1999)
porc			
Effluent fromagerie	C, N, P	90% P-PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	COMEAU et coll. (1996)
Effluent abattoir	CNP	95% NGL	POCHANA et KELLER
après lagune			(1999)
anaérobie			
Effluent industriel	CNP	95% P	DELGENES et coll.
		98% C	(1998)
		78% N	

# ANNEXE 3 : Principe de la méthode développée par STRICKER (2000) pour l'identification des différentes formes du carbone et de l'azote



Evolution de la DCO de l'affluent brut entre le début et la fin du test. STRICKER (2000)



Evolution de la DCO de l'affluent filtré (1,2 µm) entre le début et la fin du test. STRICKER (2000)



Evolution des fractions du NTK de l'affluent brut entre le début et la fin du test. STRICKER (2000)





Evolution des fractions du NTK de l'affluent filtré  $(1,2\mu m)$  entre le début et la fin du test. STRICKER (2000).

## <u>ANNEXE 4 : Calcul des paramètres</u> caractéristiques

#### Purge des boues

Le taux de purge est calculé comme le ratio de la quantité de boues présentes sur la quantité de boues produites.

Nous avons imposé un age de boue en calculant la quantité de boue à éliminer .

D'où : 
$$bouesàenlever(g / j)) = \frac{bouesprésentes(g)}{agedeboue(j)}$$

La quantité de boues à enlever exprimée en litres est :

$$boues a enlever(l / j) = \frac{[MVS] \times V_T}{Agedeboue \times [MVS] \times F} = \frac{V_T}{Agedeboue \times F}$$

Avec :

 $V_T$ : le volume total du réacteur [MVS] : la concentration en biomasse dans le réacteur (g/l). F : le facteur de concentration des boues au moment de la purge.

#### Temps de séjour hydraulique, taux de renouvellement, besoins en oxygène

**Temps de séjour hydraulique HRT (j)** :  $HRT = \frac{Vt}{Vapport \times N}$  avec Vt le volume total du réacteur en L, Vapport le volume d'eau usée apporté au cours du ou des remplissages en L et

N le nombre de cycles par jours.

**Taux de renouvellement (%)** :  $TR = \frac{Vapport}{Vtotal}$  avec Vapport et V total en %.

**Besoin en oxygène** : le besoin en oxygène se réparti en la quantité d'oxygène à fournir pour éliminer la pollution carbonée et en la quantité d'oxygène à fournir pour éliminer la pollution azotée.

Besoins pour la dégradation de la pollution carbonée :  $QO_2/j=a'Le+b'SV$ 

Avec : a' : la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder 1kg de DBO5,

b' : la quantité d'oxygène nécessaire au métabolisme endogène de 1kg de matières volatiles en suspension (MVS) par jour.

Le : DBO5 à dégrader

SV : masse de MVS dans le réacteur biologique

Besoins pour la dégradation de la pollution azotée :  $QO_2/j=C'Nànitrifier-C''Nàdénitrifier$ 

Avec C' : le taux de conversion de l'azote ammoniacal en azote nitrique (4,5) C'' : le taux de conversion de l'azote nitrique en azote gazeux (2,5)

On obtient alors l'équation finale suivante :  $QO_2/j=a'Le+b'SV+4,5Nnitrif-2,5Ndénitrif$ 

# <u>ANNEXE 5 : Exemple de suivi d'un réacteur B</u> (contenant de l'eau brute) et d'un réacteur F ( contenant l'effluent filtré) au cours d'un test <u>d'identification.</u>

La manipulation représentée correspond à l'exemple du 15/11/2001

• Suivi de la DCO pour l'évaluation des variables du carbone



• Vérification que le produit f'P.YH tend vers la valeur théorique d'ASM1





• Evolution de la répartition des différentes variables au cours du test

• Suivi des différentes formes de l'azote pour l'évaluation des variables azotées





Vérification que ix tend vers zéro à la fin du test



### ANNEXE 6 : OPTIMISATION DOSAGE du PHB et

### du glycogène

• Optimisation du temps de chauffe pour la détermination de la concentration en PHB par la méthode de la méthanolyse



• Optimisation du temps de chauffe pour la dépolymérisation du glycogène

