

UNIVERSITE DE LIMOGES
ECOLE DOCTORALE Science -Technique - Santé
FACULTE des Sciences et Techniques
Groupement Recherche Eau- Sol -Environnement (GRESE)

Thèse

Pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES
Discipline : Chimie et Microbiologie de l'eau

Par

Mostafa TIZGHADAM GHAZANI

Soutenue le 6 Novembre 2007

**ETUDE DES PERFORMANCES ET OPTIMISATION D'UN REACTEUR
CASCADE A BIOMASSE HYBRIDE POUR LE TRAITEMENT DES EAUX
USEES URBAINES**

Directeurs de thèse : Christophe DAGOT et Michel BAUDU

Jury

Rapporteurs :	M. Gérard MERLIN	Professeur, Université de Savoie
	M. Nicolas ROCHE	Professeur, Université d'Aix- Marseille
Examineurs :	M. Michel BAUDU	Professeur, Université de Limoges
	M. Christophe DAGOT	Professeur, Université de Limoges
	M ^{me} Véronique DELUCHAT	Maître de conférence, Université de Limoges
	M. Olivier POTIER	Maître de conférence, INPL, Nancy

*à Nahid,
à Arman*

REMERCIEMENTS

Les recherches présentées dans ce mémoire ont été réalisées au sien du Groupement de Recherche Eau Sol Environnement (GRESE) de Limoges sur le site de l'École Nationale Supérieure d'Ingénieurs (ENSIL) ainsi que sur la station d'épuration des eaux usées de Limoges.

Arrivant au terme de ce travail, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à toutes les personnes qui m'ont apporté leur soutien durant ces quelques années limougeaudes.

Michel BAUDU, directeur du GRESE, qui m'a accueilli et dirigé au cours de ce travail. Ses qualités humaines et scientifiques son soutien et ses corrections, m'ont stimulé afin de suivre sur ce chemin dans la recherche scientifique.

Je remercie grandement Christophe DAGOT, responsable de la spécialité Eau et Environnement de l'ENSIL pour avoir dirigé ma thèse ainsi que pour ses conseils, son soutien, sa disponibilité, sa foi en mon projet, sa patience et ses corrections. Il a su attendre, suivre et apprécier, étape après étape, mon travail dans sa durée.

Les Professeurs Nicolas ROCHE (Université Paul Cézanne d'Aix-Marseille) et Gérard MERLIN (Université Savoie) qu'ont accepté d'examiner ce travail. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma gratitude pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs.

Je tiens également à remercier Madame Véronique DELUCHAT (l'Université de Limoges) et Monsieur Olivier POTIER (INPL- Nancy) pour l'intérêt qu'ils ont accordé à ce travail en acceptant d'en être les juges.

Je suis également reconnaissant au PWIT (IRAN) et au GRESE pour leur soutien financier.

Pendant ces années de thèses, tous mes séjours à l'ENSIL ont été des moments de réconfort et de revitalisation. J'ai eu beaucoup de plaisir à partager du temps agréable tant sur le plan du travail que sur le plan social avec tous les enseignants, les doctorants, les stagiaires et tous les collaborateurs du laboratoire: Patrick LEPRAT, Guy MATEJKA, Geneviève FEUILLADE, Philippe CHAZAL, Marie-Line CONDAT, Magali CASELLAS, Rudy NICOLAU, Floriane LEGLISE, David CHISEMARTIN, Corinne MAFTAH, Mathieu MARSAUDON, Aurély PARODI, Julien LAURENT (Ficus), Reza SALSABIL, Najat ABOUCHI, Yongsheng LU (Didier), Audrey PROROT et Virginie PALLIER. Que toute cette formidable équipe trouve en ces quelques mots l'expression de mes chaleureux remerciements. Je tiens également à remercier Martine CASTEIGNAU, Christiane SAVARY, Lourdes FERREIR, Gêrôme MICHON, Audrey PEVERE à la FST.

Les expérimentations n'auraient pu être réalisées sans l'aide de Monsieur Jacques GRAND et son équipe de la station d'épuration des eaux usées de Limoges.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur Gilles ROCHETTE, (ancien chef de l'atelier de la FST de Limoges) pour le pilote qui m'a fabriqué, ses aides et sa gentillesse.

J'aimerais aussi remercier la communauté des iraniens à l'ENSIL pour l'amitié et le support qu'ils m'ont apportés : Reza ZAHABI, Vahid et Hamid MEGHDADI, Amir SAEMI.

Enfin je tiens bien évidemment à remercier du plus profond de mon cœur à ma chère épouse Nahid, pour son sourire, sa gentillesse, sa patience, sa compréhension et son soutien qu'elle m'a témoigné et à mon fils Arman, pour sa présence.

RESUME

Afin de résoudre les problèmes liés à la surcharge organique de certaines stations et d'améliorer plus généralement les performances épuratoires vis-à-vis de la pollution azotée et phosphorée, la transformation des stations de traitement à boues activées peut être envisagée avec l'adjonction dans le bassin d'un support de microorganismes. On couple alors à une culture libre d'un réacteur un système à culture fixée ; le procédé est dit « hybride ». Un Réacteur Cascade à Biomasse Hybride (RCBH) est un nouveau réacteur multi-étagé au sein duquel l'effluent circule alternativement de manière ascendante et descendante et dans lequel sont immergés des matériaux supports de développement d'un biofilm bactérien. Ce type de réacteur hybride, doit permettre l'amélioration du traitement du carbone organique, le couplage au sein du même bassin des réactions de nitrification et de dénitrification biologique, avec une amélioration de la décantabilité des boues (minimisation du « bulking » filamenteux grâce au type d'écoulement choisi dans le réacteur).

Les objectifs de ce travail ont été d'étudier les performances du RCBH afin d'évaluer les possibilités de réduction des dimensions des installations de type boues activées tout en permettant un traitement du carbone et de l'azote.

Quatre réacteurs aérés de même volume utile, alimentés soit par un effluent synthétique soit par un effluent réel, ont été comparés en terme de performances : un réacteur parfaitement agité en culture libre (RPA), un réacteur cascade en culture libre (RC), un réacteur hybride dans un bassin parfaitement agité (RPABH) et un réacteur cascade avec support bactérien (RCBH). (Pour ce dernier réacteur, le fonctionnement avec des conditions aérobie-anoxie a également été étudié).

L'hydrodynamique des réacteurs a été caractérisée afin d'en évaluer la contribution sur l'élimination des pollutions carbonées et azotées, et sur la décantabilité de la boue. Dans un second temps, les conditions de fonctionnement des réacteurs ont été modifiées afin d'apprécier leur importance sur les mécanismes d'élimination du carbone et de l'azote : charge massique, charge volumique en azote, temps de séjour hydraulique, âges des boues.

Enfin, les paramètres régissant les performances de l'élimination du carbone, les réactions de nitrification et de dénitrification ont été étudiés pour des conditions expérimentales contrôlées et maintenues pendant de longues périodes de fonctionnement.

Dans ces conditions, lors d'une alimentation avec un effluent urbain, les rendements de l'élimination de la DCO totale dans les réacteurs RPA, RPABH, RC et RCBH sont respectivement de 89, 92, 91 et 93% et dans le même ordre, les rendements de l'élimination de l'azote ammoniacal sont respectivement de 20, 29, 88 et 89%.

Les modifications de l'hydrodynamique et la mise en œuvre de la biomasse dans le bassin d'aération aboutissent à l'amélioration des performances épuratoires de l'installation.

La configuration d'un RCBH séquencé aérobie-anoxie avec deux compartiments d'anoxies en tête est optimisée pour obtenir une concentration en DBO_5 inférieure à $30 \text{ mgO}_2 \cdot \text{L}^{-1}$ et une concentration en azote total inférieure à $10 \text{ mgN} \cdot \text{L}^{-1}$ dans le rejet. La configuration compartimentée du bassin d'aération facilite la mise en place des zones aérobies- anoxies dans le réacteur et permet l'élimination de 90% de la pollution azotée (azote kjeldahl). Cette valeur est de 38% pour un système classique dans les mêmes conditions expérimentales. De plus, la configuration du réacteur cascade permet de mettre en place la nitrification-dénitrification dans un même réacteur.

Mots clefs : Boue activée; Culture libre; Culture fixée ; Biomasse hybride ; Réacteur cascade ; Nitrification ; Dénitrification ; Hydrodynamique

ABSTRACT

In order to solve the problems involved in the organic overload of certain wastewater treatment plants and more generally to improve their performances with respect to nutrients removal, the transformation of the activated sludge treatment plants can be achieved with the addition of a biofilm support in the aeration basin. We coupled a suspended growth system with an attached growth system into the same reactor; the process is known as “hybrid”. The cascaded reactor with hybrid biomass (RCBH) is a novel multistage reactor design using a series of baffles designed to force the wastewater to flow alternatively under and over the baffles, in which the supports for development of a biofilm immersed. This type of hybrid reactor, allows the improvement of the treatment of organic carbon, the coupling of the biological nitrification and denitrification within the same basin, with the improvement of the sludge settleability (minimization of the filamentous “bulking” related to the type of flow in use in the reactor).

The aims of this work were to study the performances of the RCBH in order to evaluate the possibilities of dimension reductions of the activated sludge plant installations while allowing the carbon and nitrogen treatment.

Four aerated reactors with the same effective volume alimented either by a synthetic effluent or by a domestic wastewater, were compared in term of the performances: a suspended growth completely mixed reactor (RPA), a suspended growth cascaded reactor (RC), a hybrid growth completely mixed reactor (RPABH) and a hybrid growth cascaded reactor (RCBH). (For the latter reactor, operation with aerobic- anoxic conditions was also studied).

The hydrodynamics of reactors were characterized in order to evaluate its contribution in the elimination of carbonaceous and nitrogenous pollutions, and the sludge settleability. In the second time, the operating conditions of the reactors were modified in order to appreciate their influence on the mechanisms of elimination of carbon and nitrogen: mass loading, nitrogen loading, hydraulic retention time, sludge age.

Lastly, the parameters influencing the performances of the carbon elimination, the nitrification and denitrification were studied for the control and maintenance of the experimental conditions.

Where the systems was fed with the domestic wastewater, the COD efficiencies in RPA, RPABH, RC and RCBH are 89, 92, 91 and 93% respectively and in the same order, the ammonia nitrogen efficiencies 20, 29, 88 and 89% are respectively.

The hydrodynamics modifications and the biomass implementation in the aeration basin led to the improvement of the efficiency of the installation.

The configuration of a RCBH sequenced aerobic-anoxic with two anoxic compartments at the head of the reactor, was optimized to obtain a concentration in DBO_5 lower than $30 \text{ mg O}_2 \cdot \text{L}^{-1}$ and a total nitrogen concentration below $10 \text{ mgN} \cdot \text{L}^{-1}$ in effluent. The compartmentalized (cascade) configuration of the aeration basin facilitated the installation of the aerobic-anoxic zones into the reactor and allowed the elimination of 90% of kjeldahl nitrogen. This value was 38% for a traditional system under the same experimental conditions. Moreover, the configuration of the cascaded reactor made it possible to set up nitrification-denitrification in the same reactor.

Key words: Activated sludge; Suspended growth; Attached growth; Hybrid growth; Nitrification; Denitrification; Hydrodynamics.

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
I.1 Introduction	6
I.2 Les procédés classiques de traitement des ERU	7
I.2.1 Généralité	7
I.2.2 Régime hydraulique d'un procédé à boue activée	8
I.2.2.1 L'amélioration de la performance d'un réacteur parfaitement agité par le changement d'écoulement hydraulique.....	11
I.2.2.1.1 L'effet de la Compartimentation d'un RPA sur la performance épuration du réacteur et la décantabilité des boues	12
I.3 Les procédés à culture hybride pour le traitement des ERU	15
I.3.1 Procédé boue activé à biofilm fixé (IFAS).....	15
I.3.1.1 Objectifs principaux des recherches effectuées sur réacteurs à culture hybride	17
I.3.1.2 Supports bactériens	17
I.3.1.2.1 Les cultures fixées sur supports grossiers	17
I.3.1.2.2 Les cultures fixées sur supports fins	18
I.3.1.3 Typologie des effluents	19
I.3.1.4 Paramètres influençant le fonctionnement	20
I.3.1.4.1 Âge des boues et production de boues	20
I.3.1.4.2 Temps de séjour hydraulique (TRH).....	21
I.3.1.4.3 Température	22
I.3.1.4.4 La charge massique	23
I.3.1.4.5 Charge en azote	24
I.3.2 Optimisation du traitement du carbone, de l'azote et de décantation des boues dans un réacteur à biomasse hybride.....	26
I.3.2.1 Optimisation du traitement du carbone	26
I.3.2.2 Optimisation du traitement de l'azote	26

I.3.2.2.1	L'abattement de l'azote ammoniacal par nitrification	26
I.3.2.2.2	Traitement de l'azote par nitrification et dénitrification	27
I.3.2.2.2.1	Zones aérobies et anoxies.....	28
I.3.2.3	Amélioration de la qualité de décantation des boues activées	29
I.3.3	Caractérisation du biofilm.....	31
I.3.3.1	Composition et structure du biofilm.....	31
I.3.3.1.1	Définition du biofilm.....	31
I.3.3.1.2	Formation du biofilm	32
I.3.3.1.2.1	Phase de latence	32
I.3.3.1.2.1.1	Formation d'une couche organique sur le support.....	32
I.3.3.1.2.1.2	Adhésion des cellules à la surface	33
I.3.3.1.3	Croissance du biofilm.....	34
I.3.3.1.4	Phase d'équilibre	34
I.3.3.1.5	Détachement.....	34
I.3.3.2	Facteurs d'influence sur la formation du biofilm.....	35
I.3.3.3	Transfert et transport de masse.....	36
I.3.3.3.1	Transporter par diffusion du substrat et transport	37
I.3.3.3.2	Distribution de l'oxygène.....	38
I.3.3.3.3	Caractéristiques physiques et biologiques du biofilm.....	39
I.3.3.3.3.1	Estimation quantitative de la biomasse	39
I.3.3.3.3.2	Estimation de l'activité de la biomasse	40
I.3.3.3.3.2.1	La respirométrie	40
I.4	Conclusion.....	42
II: MATERIELS ET METHODES.....		43
II.1	Conditions opératoires.....	44
II.1.1	Pilotes	44
II.1.2	Dispositifs expérimentaux.....	45
II.1.2.1	Réacteurs biologiques	45
II.1.2.2	Décanteur	47
II.1.2.3	Garnissage	48
II.1.3	Caractéristiques de l'effluent	49

II.1.3.1	Alimentation en effluent synthétique	49
II.1.3.2	Alimentation en ERU	50
II.1.3.3	Suivi des expérimentations.....	51
II.2	La Distribution des Temps de Séjour (DTS) d'un système et modélisation.....	52
II.2.1	Définition (Leclerc <i>et al.</i> , 1995).....	52
II.3	Méthodes Analytiques.....	55
II.3.1	Analyse de la composition des boues (<i>MES</i> et <i>MV</i>).....	55
II.3.1.1	Matière sèche (<i>MS</i>)	55
II.3.1.2	Matière en suspension (<i>MES</i>)	55
II.3.1.3	Matière volatile (<i>MV</i>)	56
II.3.1.4	L'Indice de Mohlman (<i>IM</i>)	56
II.3.2	Critères de pollution	56
II.3.2.1	Charge massique appliquée.....	57
II.3.2.2	Mesure des quantités de boues	57
II.3.2.2.1	Masse de boue contenue dans le système.....	57
II.3.2.2.2	Masse de boue évacuée du système	58
II.3.2.2.3	Evaluation de la production, de la répartition et de l'âge de boue..	58
II.3.2.2.3.1	Production de boue.....	58
II.3.2.2.3.2	Répartition de la boue dans les bassins	59
II.3.2.2.4	Âge des boues.....	59
II.3.3	Méthodes de mesures	59
II.3.3.1	Analyses chimiques de pollution des eaux d'entrées et de sorties du pilote	60
II.3.3.2	Mesures des paramètres physico-chimiques	60
II.3.4	Mesures de respirométrie	61
II.3.4.1	Principe des mesures respirométriques (Le Bonté, 2003).....	61
II.3.4.1.1	Protocole de déroulement d'un test respirométrique	62
II.3.4.1.2	Contraintes expérimentales	64
III.	RESULTATS ET DISCUSSIONS	65
III.1	Caractérisation des réacteurs.....	66
III.1.1	Modélisation hydraulique des réacteurs.....	66
III.1.1.1	Temps de séjour	66

III.1.1.2	Simulation des DTS	68
III.1.1.3	Influence du garnissage sur l'hydrodynamique	70
III.1.2	Mise en place d'un protocole de respirométrie.....	71
III.1.2.1	Déroulement du test respirométrie	72
III.1.2.1.1	Principe.....	72
III.1.2.1.2	Source de carbone utilisée.....	73
III.1.2.1.3	Utilisation d'un inhibiteur.....	74
III.1.2.1.4	Consommation du substrat (NH ₄ Cl) en fonction du temps.....	74
III.1.2.2	Validation du protocole.....	75
III.1.2.2.1	Estimation de la biomasse active dans chaque réacteur.....	75
III.1.2.2.2	Évaluation des bactéries hétérotrophes et autotrophes.....	77
III.1.2.2.3	Concentration théorique de biomasse dans une culture hybride	79
III.1.2.3	Application aux réacteurs hybrides (RPABH et RCBH)	80
III.1.2.3.1	Respirogramme du RPA.....	80
III.1.2.3.2	Respirogrammes des différents compartiments du RCBH	82
III.1.2.3.3	Comparaison des biomasses dans le réacteurs	84
III.1.3	Conclusion.....	85
III.2	Résultats expérimentaux obtenus sur l'effluent synthétique.....	86
III.2.1	Objectifs	86
III.2.2	Méthode.....	87
III.2.3	Impact de l'hydrodynamique du réacteur à boue activée sur la performance du procédé	87
III.2.3.1	Conditions de fonctionnement appliquées	87
III.2.3.2	Évolution de la DCO	88
III.2.3.2.1	Évolution de la DCO en fonction de l'hydrodynamique et de la charge massique	88
III.2.3.2.2	Evolution de la DCO au long du RC.....	90
III.2.3.3	Décantabilité et production de boues	92
III.2.3.3.1	Evolution de la décantabilité des boues	92
III.2.3.3.2	Production de boue « hétérotrophe ».....	95
III.2.3.4	Performances de nitrification	96

III.2.4	Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire.....	98
III.2.4.1	Conditions de fonctionnement appliquées	98
III.2.4.2	Évolution de la DCO	99
III.2.4.2.1	Évolution de la DCO.....	99
III.2.4.2.2	Evolution de la DCO au long du RCBH.....	100
III.2.4.3	Décantabilité et production de boues	101
III.2.4.3.1	Evolution de la décantabilité.....	101
III.2.4.3.2	Production de boue hétérotrophe.....	102
III.2.4.4	Performances de nitrification dans le RCBH.....	104
III.2.4.4.1	Influence de la charge azotée	104
III.2.5	Conclusion.....	106
III.3	Expérimentations sur site	107
III.3.1	Conditions appliquées	107
III.3.1.1	Conditions de fonctionnement	107
III.3.1.2	Composition de l'effluent brut	109
III.3.2	ELIMINATION DE LA CHARGE CARBONÉE.....	110
III.3.2.1	Impact de l'hydrodynamique du réacteur à boue activée sur la performance du procédé (RP1)	110
III.3.2.2	Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire (RP2)	113
III.3.2.3	Etude de l'effet conjugué de l'écoulement hydraulique et de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire (de la RP3 à la RP7).....	117
III.3.2.3.1	Effet de diminution du TRH.....	117
III.3.2.3.2	Effet de la diminution de l'âge de boue	123
III.3.2.4	Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire du réacteur cascade (RP8).....	125
III.3.2.5	Conclusion.....	127
III.3.3	Décantabilité et production de boues	127
III.3.4	Elimination aérobie de la charge azotée (RP1 et RP2)	128
III.3.4.1.1	Influence du support bactérien sur l'élimination de l'ammonium .	128

III.3.4.1.2	Influence de la charge hydraulique sur la nitrification dans le RCBH	131
III.3.4.1.3	Effet de la diminution de l'âge des boues à charge azotée constante	135
III.3.4.2	Conclusion.....	136
III.3.5	Évolution de la performance épuratoire du RCBH en présence de zones anoxies	136
III.3.5.1	Élimination aérobie-anoxie de la charge azotée.....	136
III.3.5.1.1	Performance en nitrification.....	137
III.3.5.1.2	Performance de la dénitrification	139
III.3.5.1.3	Evolution de l'azote Kjeldahl (NTK).....	140
III.3.5.1.4	Distribution de la concentration en oxygène dissous dans les différentes zones du RCBH.....	142
III.3.5.1.5	Evolution de l'azote ammoniacal et du nitrate au long du RCBH	143
III.3.5.2	Performance d'élimination de la charge carbonée, décantabilité et production des boues	144
III.3.6	Conclusion.....	146
IV.	CONCLUSION GENERALE.....	148
	Conclusions d'ordre méthodologique	149
	Performances des procédés hybrides.....	150
	Élimination de la pollution carbonée	151
	Élimination de la pollution azotée.....	151
	Décantabilité et production des boues.....	152
	Limite de charge massique applicable aux installations pilotes.....	153
	Perspectives	153
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	154

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Schématisation des différentes biomasses dans un système de traitement des eaux usées (Jianlong <i>et al.</i> , 2000)	6
Figure I.2: Principe du procédé de traitement des eaux par boue activée	7
Figure I.3: Exemples de configuration de réacteurs pour le traitement d'eau usée. (a) RPA (b) réacteur piston, (c) cascade de quatre réacteurs	9
Figure I.4: Types fondamentaux des réacteurs à boues activées : réacteur piston (a) et RPA (b) (Russel, 2006).....	11
Figure I.5: Différents configurations de réacteurs anaérobies compartimentés (ABR).....	14
Figure I.6: Procédé étudié par Karnchanawong et Polprasert (1990)	29
Figure I.7: Circulation des éléments dans le biofilm (centre of biofilm engineering).....	36
Figure I.8: Evolution de la concentration d'un substrat S au voisinage et à l'intérieur d'un biofilm (Buffière, 1995)	37
Figure II.1: Schéma du pilote	45
Figure II.2 : Photo du pilote utilisé	46
Figure II.3: vues internes du réacteur (a) avec et (b) sans cloison	47
Figure II.4 : Biofilm développé sur le garnissage	48
Figure II.5: Photo (a) bassin de prélèvement des ERU (b) local d'installation du pilote sur la STEP de Limoges.....	51
Figure II.6: Respirogramme d'une expérience type, A: coupure de l'aération, B : remise de l'aération.....	63
Figure III.1: Courbes de DTS (a) dans le (RC) et (b) RCBH.....	68
Figure III.2: Courbes de DTS des expériences et des simulations pour les différents compartiments des réacteurs cascades (RC et RCBH).....	69
Figure III.3 : Courbes de DTS des expériences et des simulations des réacteurs parfaitement agités (RPA et RPABH).....	70
Figure III.4: Influence du garnissage sur le temps de séjour moyen (τ) dans les différents compartiments du réacteur cascade.....	71
Figure III.5: Évolution de la dégradation des différentes sources de carbone utilisées dans le RPA et RCBH.	73

Figure III.6: Évolution de $N-NH_4^+$ au cours du temps	75
Figure III.7: Vitesse de consommation de l'oxygène par les bactéries hétérotrophes.....	76
Figure III.8: Vitesse de consommation de l'oxygène par les bactéries autotrophes nitrifiantes	76
Figure III.9: Pourcentage théorique de bactéries hétérotrophes au cours du temps.....	78
Figure III.10: Pourcentage théorique de bactéries autotrophes au cours du temps.....	78
Figure III.11: Estimation de la concentration théorique de la biomasse active dans le biofilm	79
Figure III.12: Pourcentage théorique de bactéries hétérotrophes et autotrophes fixées sur le biofilm dans une culture hybride.....	80
Figure III.13: Respirogramme du RPABH : A: coupure de l'aération; B: remise de l'aération	81
Figure III.14: Respirogrammes des différents compartiments du RCBH.....	82
Figure III.15: Respiration endogène dans les différents compartiments du RCBH.....	83
Figure III.16: Respiration exogène dans les différents compartiments du RCBH.....	83
Figure III.17: Concentration théorique des deux biomasses dans chaque compartiment	84
Figure III.18: Concentration théorique des deux biomasses dans les réacteurs RCBH et RPABH.....	85
Figure III.19: Variations de la DCO soluble en entrée (■) et sortie (□) en fonction de la charge massique (---) dans le RPA (a) et le RC (b)	89
Figure III.20: Rendement moyen de l'élimination de la DCO au long du RC en fonction de la charge massique	91
Figure III.21: Variation de la matière en suspension (MES) (—) et du pourcentage de la matière volatile (MV) (---) dans le RPA (a) et RC (b).....	93
Figure III.22: Variation de l'Indice Mohlman (IM) (—) et des matières en suspension (MES) (- --) dans le RPA (a) et le RC (b) en fonction de la charge massique	94
Figure III.23: Variation de la production de boue (×) et variation de la MES (—) dans le RPA (a) et le RC (b).....	96
Figure III.24: Variation de l'azote ammoniacal en entrée (▲), sortie (Δ) et nitrate (○) dans le RPA (a) et le RC (b).....	97
Figure III.25: Variations de la DCO en entrée (■) et sortie (□) en fonction de la charge volumique en DBO_5 (---) dans le RPA (a) et le RCBH (b).....	100

Figure III.26: Efficacité de l'élimination de la DCO au long du RCBH	101
Figure III.27: Variation de l'indice de Mohlman (IM) (—) et MES (---) dans le RPA (a)et RCBH (b)	102
Figure III.28: Evolution de production de boue (×) et la masse de boue totale (—) dans le RPA (a) et le RCBH (b)	103
Figure III.29: Variation de l'azote ammoniacal en entrée (▲), sortie (Δ) et nitrate (○) et charge volumique en azote (---) en fonction du temps dans le RCBH (a), rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal (b).	105
Figure III.30: Evolution des concentrations de la DCO totale et filtrée en entrée (▲) et sortie (Δ) du RPA (a, b) et RC (c, d) et la charge massique (---) en fonction du temps.....	111
Figure III.31: Évolution de la MES dans l'effluent brut (▲), la sortie du RPA (Δ) et la sortie du RC (×).....	112
Figure III.32: Concentration et le rendement d'élimination en DCO (filtrée) au long du RC113	
Figure III.33: Evolution des concentrations de la DCO totale et filtrée en entrée (▲) et sortie (Δ) du RPABH (a, b) et RCBH (c, d) et la charge massique (---) lors de la phase 2 en fonction du temps	115
Figure III.34: Évolution de la MES dans l'effluent brut (▲), la sortie du RPABH (Δ) et la sortie du RCBH (×) lors de la phase 2	116
Figure III.35: Rendement d'élimination en DCO (filtrée) au long du RCBH lors de la phase 2	116
Figure III.36: Variation de la charge massique et du temps de séjour hydraulique (TRH) dans le RPA (○) et RCBH (▲) en fonction du temps	118
Figure III.37: Concentration en DCO et MES dans l'eau brute (▲), le RPA (Δ) et le RCBH (○) en fonction du temps de séjour hydraulique (TRH).....	121
Figure III.38: Évolution des concentrations et des rendements de la DCO soluble en fonction des compartiments pour différents temps de séjour hydraulique (TRH)	123
Figure III.39 : Évolution de la concentration et du rendement de la DCO soluble à âge de boue de 9 jours au long du RCBH	125
Figure III.40. Évolution de la concentration et du rendement de la DCO soluble lors de la RP8	126

Figure III.41: Evolution de la concentration en ammonium et rendement d'élimination dans le RPA (a) et RC (b) lors des phases RP1 et RP2 (absence et présence d'une biomasse fixée).	130
Figure III.42: Evolution de la charge azotée pour différents TRH	132
Figure III.43: Evolution de l'azote ammoniacal dans le RCBH lors d'une diminution du TRH (RP3 = 10h, RP4 = 7h, RP5 = 5h, RP6 = 3h).....	133
Figure III.44: Evolution du rendement de l'élimination de NH_4^+ et de la charge volumique carbonée appliquée au RCBH en fonction du temps de rétention hydraulique (TRH).....	134
Figure III.45: Evolution de l'azote ammoniacal à âge de boue de 9 jours.....	135
Figure III.46: Concentration en N- NH_4 en entrée (\blacktriangle), en sortie (Δ) et rendement d'élimination de l'azote ammoniacal (\times) dans le RCBH pour les 6 étapes décrites dans le tableau III.21	138
Figure III.47: Evolution de la concentration des ions nitrates durant les 6 étapes décrites dans le tableau III.21	140
Figure III.48: Evolution de la concentration en azote kjeldahl (NTK) en entrée (\blacksquare), en sortie (\square) et rendement d'élimination de l'azote kjeldahl (\times) pour les 6 étapes décrites dans le tableau 3.21	141
Figure III.49: Evolution de la concentration en oxygène dissous dans les différents compartiments du RCBH pour les 6 étapes décrites dans le tableau 3.21	142
Figure III.50: Evolution de l'azote ammoniacal et du nitrate au long du réacteur RCBH avec des zones anoxies	144

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1. : Résultats obtenus après traitement d'eaux usées urbaines en modifiant d'hydrodynamique de réacteurs à boue activée conventionnels	10
Tableau I.2: Résultats obtenus après traitement d'eaux usées urbaines en modifiant d'hydrodynamique de réacteur boue activée conventionnel	13
Tableau I.3: Exemples d'âge des boues utilisés dans la mise en œuvre du procédé boue activée à biomasse hybride.	21
Tableau I.4: Exemples de production de boues dans un réacteur à boue activée	21
Tableau I.5: Exemples de TRH dans des différents procédés hybrides	22
Tableau I.6: Classification et caractéristiques des procédés à boues activées pour les eaux usées urbaines (Forster, 1977).....	23
Tableau I.7: Exemples de concentration d'effluent et de charges massiques ou volumiques pouvant être traités dans un réacteur hybride.....	25
Tableau I.8 : Facteurs d'influence sur d'adhésion de biofilm.....	36
Tableau II.1: Caractéristiques des dispositifs expérimentaux	48
Tableau II.2: Composition de l'effluent synthétique ($DCO = 400 \text{ mg.L}^{-1}$)	49
Tableau II.3: Caractéristiques d'eau usée urbaine utilisée	50
Tableau II.4: Paramètres opératoire des réacteurs	51
Tableau II.5: Méthodes de mesure utilisées	60
Tableau III.1: Synthèse des résultats de l'étude hydrodynamique pour $Q_0=2,7 \text{ L.h}^{-1}$	67
Tableau III.2: Valeurs des paramètres stoechiométriques et cinétiques Henze <i>et al.</i> , (1986) citées dans Ochoa <i>et al.</i> , (2002)	77
Tableau III.3: Résultats des essais respirométriques sur les RPABH.....	81
Tableau III.4: Résultats de l'essai respirométrique dans le RCBH	84
Tableau III.5: Abattement moyen de la DCO aux différentes charges massiques dans le RPA et RC.....	90
Tableau III.6: Concentration moyen de la DCO en fonction de la charge massique au long du RC.....	91
Tableau III.7: Résultats relatifs à l'élimination de l'azote ammoniacal dans le RPA et RC en fonction de la charge massique	98

Tableau III.8: Valeurs expérimentales de l'azote ammoniacal au long du RCBH	106
Tableau III.9: Valeurs de l'indice de Mohlman (IM) dans les différents réacteurs	106
Tableau III.10: Caractéristiques des phases du fonctionnement	109
Tableau III.11: Concentration moyennes de l'intrant (ERU).....	109
Tableau III.12: Rapports usuels de l'intrant (ERU)	110
Tableau III.13: Concentration en sortie et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO ₅ et MES dans le RPA et RC.....	112
Tableau III.14: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO ₅ et MES aux différents charges massiques dans le RPABH et RCBH.....	114
Tableau III.15: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO ₅ et MES aux différents charges massiques dans le RPA et RCBH	120
Tableau III.16: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO ₅ et MES dans le RPA et RCBH à âge de boue de 9 jours	124
Tableau III.17: Concentration et abattement moyen de la DCO (totale et soluble), DBO ₅ et MES dans le RC et RCBH	126
Tableau III.18: Valeurs de l'indice de Mohlman (IM) dans les différents réacteurs étudiés.	128
Tableau III.19: Résultats relatifs à l'élimination de l'azote dans les réacteurs parfaitement agités ou cascade en présence ou non d'une biomasse fixée	131
Tableau III.20: Rendements d'élimination de l'azote en fonction de la charge volumique en azote suite à la variation du temps de rétention hydraulique de 10 à 3h.....	134
Tableau III.21: Etapes de l'expérimentation lors de la partie 2	137

LISTE DES ABREVIATION

ATU : Allythiourée

C : Concentration en oxygène dissous dans le réacteur ($\text{mg O}_2\text{L}^{-1}$)

C_s : Concentration en oxygène dissous dans le réacteur à saturation ($\text{mg O}_2\text{L}^{-1}$)

C_m : Charge massique [$\text{kgDBO}_5.(\text{kgMVS.j})^{-1}$] ou [$\text{kgDCO}.(\text{kgMVS.j})^{-1}$] : flux carboné journalier entrant

C_v (C) : Charge volumique en carbone [$\text{kgDCO}.(\text{m}^3.\text{j})^{-1}$] : flux carboné journalier entrant ramené au volume du réacteur biologique

C_v (N) : Charge volumique en azote [$\text{mgN}.(\text{L.j})^{-1}$] : flux azoté journalier entrant ramené au volume du réacteur biologique

COT : Carbone organique total (mg.L^{-1})

C (t) : Concentration du traceur mesurée à la sortie (mg .L^{-1})

DBO_5 : Demande biologique en oxygène ($\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$)

DCO : Demande chimique en oxygène ($\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$)

DTS : Distribution de temps de séjour

ERU : Eaux résiduaires urbaines

E (t) : Fonction représentant la distribution des temps de séjour

H : hauteur

H_0 : hauteur initiale du front de décantation

H_{30} : hauteur du front de décantation après 30 minutes de décantation

H_i : hauteur du front de décantation à l'instant i

IM (Indice de Mohlman) : Indice de décantation ou indice volumétrique de boue (mL.g^{-1})

J : nombre de RPA en cascade

k_{la} : Coefficient de transfert massique de l'oxygène en eau claire en S^{-1}

M : Quantité de traceur injectée

M_t : Masse de boue présente dans l'installation à un instant donné t

MES : Matières en suspension (mg.L^{-1})

MS : matières sèches (mg.L^{-1})

MVS : Matières volatiles en suspension (mg.L^{-1})

%MV : Pourcentage de matières volatiles (%)

N-NH_4 : Azote sous forme ammoniacale (mgN.L^{-1})

N-NO₃ : Azote sous forme de nitrates (mgN.L⁻¹)

NTK Azote Kjeldhal : (azote organique + azote ammoniacal) (mgN.L⁻¹)

NT : Azote total (mgN.L⁻¹)

OUR_{end} : Vitesse de consommation d'oxygène endogène due à la dégradation des substrats lentement biodégradables, ou à l'auto-oxydation (mg O₂.(L.s)⁻¹)

OUR_{exo} : Vitesse de consommation d'oxygène exogène correspondant à la dégradation des substrats rapidement biodégradables (OUR_{exoA} : autotrophes et OUR_{exoH} : hétérotrophes) (mg O₂.(L.s)⁻¹)

Pe : Critère de PECLET

PB : Production de boue en [gMVS/gDCOéliminé ou bien gMES/gDBO5 appliquée]

Q : débit

RPM : Rotations par minute

SRT (Sludge Residence Time) : Ages des boues (j)

STEP : Station de traitement des eaux usées

T : Température (°C)

TRH : Temps de rétention hydraulique

V : Volume accessible par le fluide

V₀ : volume initial

V₃₀ : Volume occupé après 30 minutes de décantation

X_A : Concentration en biomasse autotrophe présente dans le système en mg.L⁻¹ de bactéries autotrophes

X_H : Concentration en biomasse hétérotrophe présente dans le système en mg.L⁻¹ en bactéries hétérotrophe

Y_A : Rendement cellulaire des autotrophes

Y_H Rendement cellulaire des hétérotrophes

Symboles Grecs

μ_A : Taux de croissance maximum (respectivement réel) des autotrophes (j⁻¹)

μ_H : Taux de croissance maximum (respectivement réel) des hétérotrophes (j⁻¹)

φ : Flux massique de la DCO journalier (kg DCO)

μ₁ : Temps de séjour calculé

μ'_2 : Moment centré d'ordre 2

τ : Temps de séjour hydraulique moyen dans le réacteur (h)

σ^2 : variance de la distribution des temps de séjour

INTRODUCTION GENERALE

Toutes les eaux usées domestiques se doivent d'être épurées, de façon individuelle ou collective, avant de repartir dans le milieu naturel. L'application de la Directive européenne (91/271/CEE) du 21 mai 1991 et la loi de l'Eau de n°92-3 du 3 janvier 1992 impose des normes strictes aux collectivités locales en matière d'assainissement avec, par exemple, un taux de dépollution global des eaux usées de 65 % atteint en 2000. En 2003, en France, il y avait environ 12000 stations d'épuration ; le rendement moyen d'une station étant de 73 % et le taux de collecte de seulement 68 %, le taux de dépollution est finalement de 49 % (IFEN, 2003). Pour augmenter ce taux, une grande partie des stations en place devra subir des modifications afin d'augmenter leur capacité en volume et améliorer leur performance de traitement.

Traditionnellement, un système à culture libre ou un système à culture fixée est choisi pour le traitement biologique des eaux usées avec chacun leurs avantages et inconvénients. Le traitement des eaux résiduaires urbaines est réalisé dans la plupart des cas par un système biologique à culture libre dit système à boues activées. La gestion du procédé est relativement simple, et les coûts d'installation et d'opération sont considérés comme satisfaisants. Cependant, la qualité des eaux produites et la stabilité du système sont très dépendantes des variations de débit et de composition de l'effluent à traiter. Le procédé à culture fixée est considéré comme plus simple à l'usage et fournit un traitement plus stable.

L'augmentation de la demande pour le traitement de la pollution azotée et phosphorée, ainsi que le manque d'espace pour le développement des stations d'épuration existantes, a encouragé le développement de nouvelles techniques de traitement des eaux usées urbaines. Afin de résoudre les problèmes liés à la surcharge organique de certaines stations et d'améliorer les performances épuratoires des stations existantes vis-à-vis de la pollution azotée et phosphorée, les systèmes à boues activées peuvent être améliorés par l'adjonction dans le bassin d'un support de croissance pour les microorganismes. On couple alors un système à culture libre avec un système à culture fixe au sein d'un procédé dit « hybride » ; ou retrouve dans la littérature principalement sous la dénomination de IFAS (Integrated Fixed film Activated Sludge).

Les procédés hybrides constituent une solution attrayante et innovante afin d'améliorer la productivité des stations existantes. L'avantage principal de ces procédés est de permettre des traitements plus efficaces sans nécessité d'augmenter le volume de bassin d'aération.

Cette approche permet de minimiser les coûts d'investissement et de fonctionnement. Les recherches sur ces réacteurs ont débuté il y a une trentaine d'années et les premiers résultats permettent d'envisager un large domaine d'applications.

Les objectifs de ce travail de thèse sont d'étudier la performance d'un nouveau réacteur cascade à biomasse hybride dénommé dans ce travail (RCBH) afin d'aboutir éventuellement à une réduction raisonnée du dimensionnement des installations tout en permettant un traitement du carbone et de l'azote en comparaison avec un système classique à boues activées.

L'identification et la compréhension de l'hydrodynamique du réacteur cascade et du rôle des paramètres régissant le potentiel de l'élimination de la pollution carbonée et de la nitrification ont fait l'objet d'une première approche. L'hydrodynamique a d'abord été étudiée par l'étude de la Distribution des Temps de Séjour (DTS) en comparant quatre différentes configurations : Réacteur Parfaitement Agité (RPA), Réacteur Cascade (RC), RPA à Biomasse Hybride (RPABH) et RC à Biomasse Hybride (RCBH).

Dans un second temps, les conditions opératoires de l'élimination du carbone et de l'azote ont été évaluées en lien avec l'objectif de qualité des eaux usées en sortie du réacteur : charge massique, charge volumique en azote, temps de séjour hydraulique, âge de boue... Les paramètres régissant les performances de l'élimination du carbone, de nitrification et dénitrification ont été étudiés en conditions expérimentales contrôlées maintenues pendant de longues périodes de fonctionnement.

Le présent mémoire présente le travail réalisé en trois parties :

- La synthèse bibliographique fait le point sur les connaissances actuelles des installations de traitement par boues activées à biomasse hybride assurant un traitement biologique du carbone et de l'azote;
- La seconde partie présente les appareillages spécifiques utilisés lors des expérimentations : et notamment la configuration des réacteurs utilisés. Les principes de détermination des paramètres caractéristiques des charges polluantes et des performances d'élimination du carbone et de l'azote sont ensuite exposés.

- La dernière partie présente les résultats expérimentaux obtenus aussi bien sur des effluents synthétiques que sur des effluents domestiques. L'analyse des résultats établit le rôle et la sensibilité des facteurs régissant la performance de l'élimination du carbone, le comportement des formes de l'azote, la décantation des boues activées

I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction

Dans les eaux résiduaires urbaines (ERU) la pollution organique se trouve principalement sous forme de pollution carbonée, azotée et phosphorée chacune d'elles étant associée à un traitement bien défini. La première partie de ce rapport bibliographique consiste en une rapide synthèse des divers procédés existants pour traiter ces différents types de composés. Le positionnement de notre étude conclura cette partie.

Les techniques d'épuration biologique utilisent l'activité des bactéries présentes dans l'eau, qui dégradent les différents composés biodégradables soit en absence d'oxygène lié et non lié (procédés anoxies ou anaérobies), soit en présence d'oxygène endogène ou exogène (procédés aérobies). La Figure I.1 présente une classification générale des différentes biomasses pour les traitements biologiques proposés par Jianlong *et al.*, (2000).

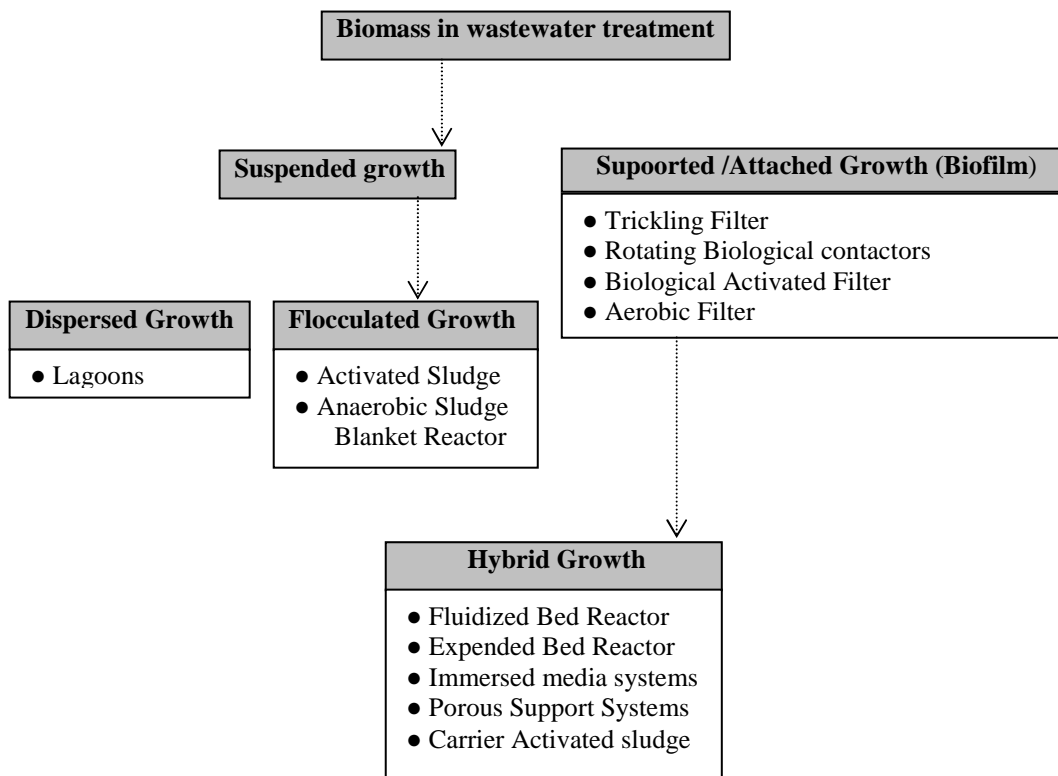


Figure I.1: Schématisation des différentes biomasses dans un système de traitement des eaux usées (Jianlong *et al.*, 2000)

I.2 Les procédés classiques de traitement des ERU

I.2.1 Généralité

Le procédé le plus répandu pour traiter les effluents est fondé sur le concept du procédé par boue activée (figure I.2). Ce dernier est composé d'un bassin d'aération suivi d'un décanteur, la réaction se déroulant dans le bassin d'aération au sein duquel la biomasse épuratrice est mise en contact avec l'eau à traiter, tandis que la séparation liquide solide de la boue formée est effectuée dans le décanteur secondaire. Un recyclage des boues assure le maintien de la concentration en biomasse, tandis que la purge de boue en assure le renouvellement des microorganismes.

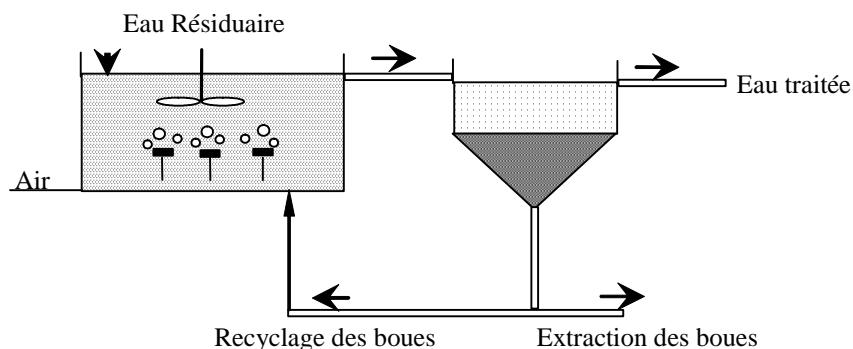


Figure I.2: Principe du procédé de traitement des eaux par boue activée

La pollution carbonée est éliminée lors du métabolisme aérobie des microorganismes tandis que pour éliminer totalement la pollution azotée en diazote gazeux, il est nécessaire de mettre en place une étape de dénitrification consistant en une zone d'anoxie, associée au bassin de nitrification aéré par une recirculation importante de la liqueur mixte (procédé exogène). On trouve alors des procédés alliant deux bassins successivement aéré ou pas

(procédé Wuhrman, procédé Ludzack-Ettinger modifié (FNDAE, 2002)) ou des procédés avec un seul bassin mais avec une aération séquencée (Casellas *et al.*, 2006).

Si on souhaite éliminer le phosphore, deux voies se dessinent. La première consiste en une assimilation du phosphore par les microorganismes. Cela nécessite une bonne acclimatation des microorganismes et la succession de phases d'aérobiose et d'anaérobiose.

La deuxième possibilité, est la voie physicochimique. Elle consiste en une précipitation du phosphore à l'aide d'agents tels que le sulfate d'aluminium ou le chlorure ferrique.

Dans tous les cas une seconde étape est indispensable pour séparer les microorganismes épurateurs de l'eau. Cette étape se fait généralement par sédimentation.

Ces procédés classiques utilisés en grand nombre, ont montré leur robustesse, leurs plages d'action mais aussi leurs limites. Un des principaux points faibles de ce traitement réside dans la deuxième étape de séparation par décantation.

L'efficacité de cette étape est en effet très aléatoire du fait de sa dépendance au bon fonctionnement biologique. L'apparition de microorganismes filamenteux conduit par exemple au foisonnement de la boue et la rend inapte à la décantation. La séparation biomasse - eau traitée résultante devient médiocre ; l'eau ainsi produite ne peut alors satisfaire de manière constante aux normes de rejet fixées.

I.2.2 Régime hydraulique d'un procédé à boue activée

De nombreuses combinaisons de l'hydrodynamique de réacteurs sont possibles et ont été utilisés utilisant soit un (des) réacteur(s) à écoulement piston(s), soit des réacteurs parfaitement mélangés (figure I.3) avec différents avantages.

Des principales variantes sont, à partir d'un système traditionnel, l'aération étagée, la charge étagée, le procédé contact- stabilisation et les procédés étagés (tableau I.1).

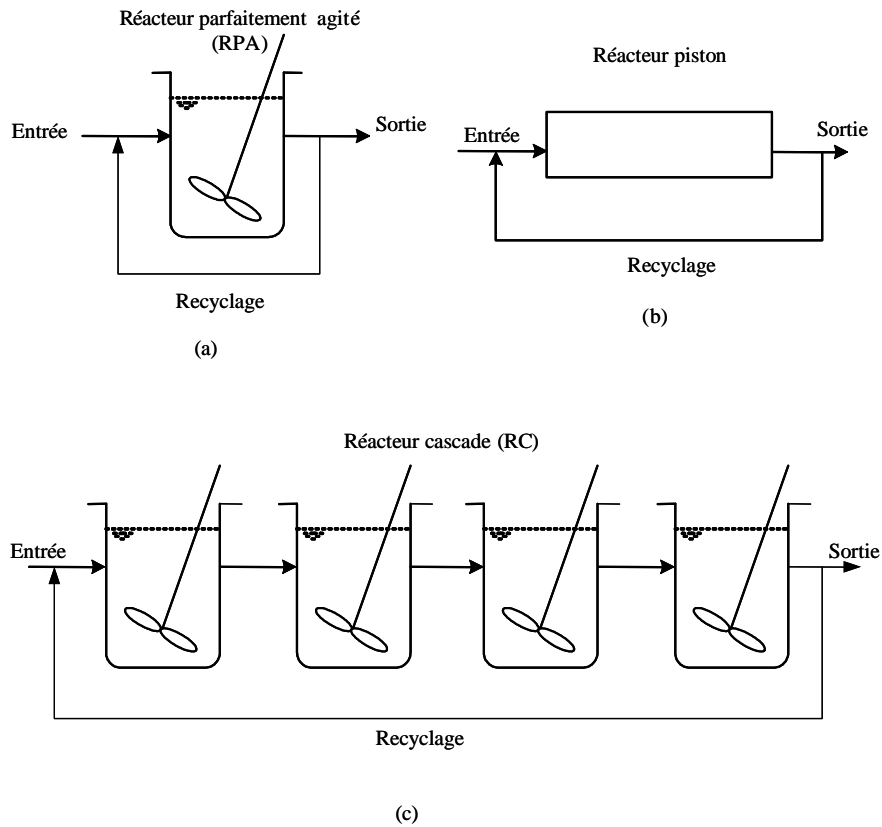


Figure I.3: Exemples de configuration de réacteurs pour le traitement d'eau usée. (a) RPA
(b) réacteur piston, (c) cascade de quatre réacteurs

Tableau I.1. : Résultats obtenus après traitement d'eaux usées urbaines en modifiant d'hydrodynamique de réacteurs à boue activée conventionnels

Type d'effluent	Elément visé	Abattement (%)	Type d'écoulement	Auteurs
ERU synthétique	N	99 % NH ₄	RPA en série	Eiroa <i>et al.</i> , (2005)
Effluent industriel	C, N	80 % DCO, 95 % NH ₄ ⁺	RPA	Yang <i>et al.</i> , (2005)
ERU synthétique	C	96 % DCO,	RPA	Kargi <i>et al.</i> , (2005)
Effluent industriel	C	84% DCO	RPA	Shayegan <i>et al.</i> , (2005)
Effluent industriel	C	90 % C	RPA	Kapdan <i>et al.</i> , (2005)
ERU synthétique	C, S	86 % C, 48 % S	RPA	Raj <i>et al.</i> (2005)
ERU synthétique	C	-	RPA	Stasinakis <i>et al.</i> , (2005)
ERU synthétique	C	-	RPA	Widjaja <i>et al.</i> (2005)
ERU	C, N	95 % C, 95% P, 71% N	RPA en série	Pai <i>et al.</i> , (2005)
Effluent industriel	C	80 % DBO ₅	RPA	Vidal <i>et al.</i> , (2005)
Effluent industriel	C	90 % DCO	RPA	Martin <i>et al.</i> , (2004)
ERU	C, N	95% DCO 98% NH ₄ ⁺	RPA	Zhang <i>et al.</i> (2003)
ERU	C	96 % DCO	RPA	Majumder <i>et al.</i> , (2003)
ERU	C	-	RPA	Sponza (2003)
Eau usée urbaine	N	-	RPA en série	Salem <i>et al.</i> , (2003)
Eau usée urbaine	N	90 % N	RPA	Fux <i>et al.</i> , (2002)
Eau usée urbaine	C N	96 % DCO, 93% N	RPA	Kim <i>et al.</i> , (1999)
ERU	C	-	RPA	Lee <i>et al.</i> (2002)
ERU	C, N	95 % DCO, 82% NH ₄	RPA hybride	Rosenberger <i>et al.</i> , (2002)
ERU	Modélisation	-	RPA hybride	Pai <i>et al.</i> , (2001)
Eau usée urbaine	C, N, SS	97 % DCO	RPA	Xing <i>et al.</i> , (2000)
Eau usée urbaine	C	98 % N	RPA	Fuerhacker <i>et al.</i> ,(2000)
Effluent industriel	C	97 % TOC	RPA	S. Elmaleh <i>et al.</i> , (1999)
ERU	N	98 % N	RPA	Jeilloh <i>et al.</i> , (1999)
ERU	Modélisation	-	RPA	Low <i>et al.</i> , (1999)
ERU	Modélisation	-	Réacteur piston	Lee <i>et al.</i> , (1999)
ERU	microbiologie	-	RPA	Kawaharasaki (1999)
ERU	Modélisation	-	RPA	Wisniewski <i>et al.</i> (1998)
ERU	microbiologie	-	RPA	Klapwijk <i>et al.</i> , (1997)
ERU	C	-	RPA	S. Diehl <i>et al.</i> , (1998)
ERU	Modélisation	-	RPA	Tsang <i>et al.</i> , (1998)
ERU	C	96% DBO ₅	RPA	Hashimoto <i>et al.</i> ,(1998)
Lixiviat	C	-	RPA	Martienssen <i>et al.</i> (1997)
REU	C	-	Réacteur piston	Kuba <i>et al.</i> , (1997)
Effluent industriel	TOC	-	RPA	Elmaleh <i>et al.</i> , (1996)
ERU	C, N	98% DBO ₅ , 95% NH ₄	Cascade des RPA	Kishino (1996)
ERU	C, N, P	90% DBO ₅ , 64,5% TN,	RPA	Kurbiel <i>et al.</i> , (1996)
ERU	Modélisation	-	RPA	Berg <i>et al.</i> , (1996)
ERU	CN	96% C, 75% NH ₄ ⁺	Cascade de 5 RPA	Roche (1989)

Les réacteurs parfaits sont classés en réacteur parfaitement mélangé et réacteur piston en fonction du type d'écoulement et de mélange qui s'y déroule. L'écoulement d'un fluide type eau usée au sein d'un bassin à boue activée (réacteur forcément imparfait) est situé entre ces deux extrêmes (figure I.4).

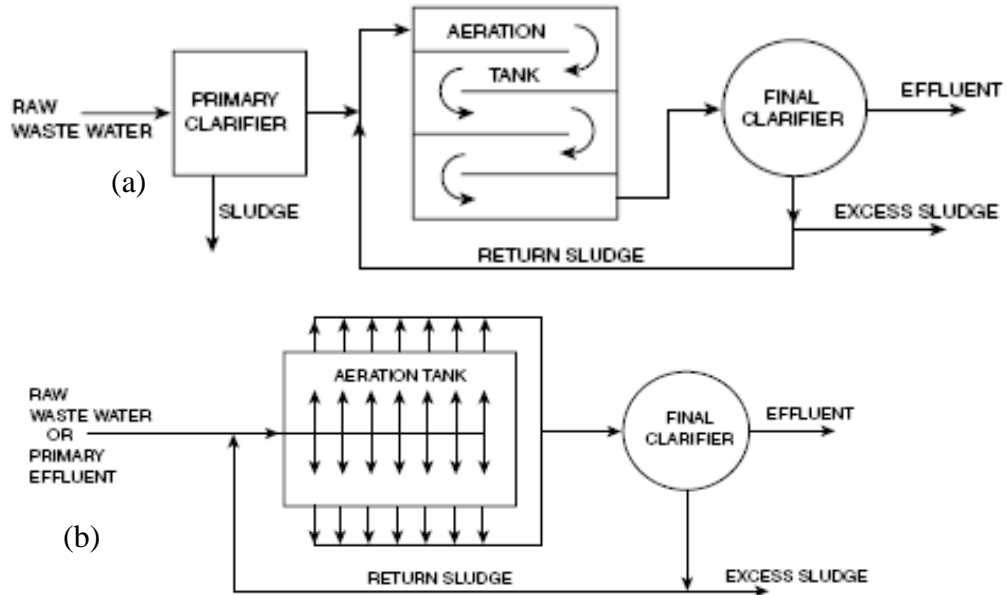


Figure I.4: Types fondamentaux des réacteurs à boues activées : réacteur piston (a) et RPA (b) (Russel, 2006).

I.2.2.1 L'amélioration de la performance d'un réacteur parfaitement agité par le changement d'écoulement hydraulique

L'amélioration de la performance épuratoire des stations d'épurations existantes des eaux usées peut s'aborder par le changement de types d'écoulement dans le bassin d'aération d'un système à boue activée.

I.2.2.1.1 L'effet de la Compartimentation d'un RPA sur la performance épuratoire du réacteur et la décantabilité des boues

Plusieurs configurations des réacteurs à boues activées ont été étudiées pour l'amélioration de la productivité d'un procédé boue activée classique et notamment la compartimentation du bassin d'aération d'un RPA afin d'améliorer de la productivité et la décantabilité des boues activées. De plus, il a été démontré que les systèmes à écoulement piston ont besoin d'un volume moindre par rapport aux réacteurs parfaitement agités pour rendre le même rendement de l'élimination (Muslu *et al.*, 2000).

La compartimentation d'un bassin d'aération des eaux usées peut être une méthode simple, efficace et économique pour le traitement de la pollution et carbonée azotée et la décantation des boues activées (tableau I.2).

Hsin-Neng *et al.*, (1985) ont démontré que la compartimentation d'un bassin d'aération parfaitement agité peut améliorer fortement la décantabilité de la biomasse par la comparaison du fonctionnement de trois réacteursensemencés par la même boue activée filamenteuse. Ils ont montré que la croissance des bactéries filamenteuses dans un réacteur à écoulement piston (cascade de 4 réacteurs aérobies et quatre réacteurs anaérobies) a diminué très rapidement pour les mêmes conditions opératoires entraînant ainsi une amélioration de l'efficacité du bassin d'aération pour l'élimination biologique de la pollution azotée par la nitrification/dénitrification. Ce procédé actuellement est souvent utilisé afin d'améliorer la productivité des stations d'épuration des eaux usées existantes notamment pour le traitement de la pollution azotée (Metcalf & Eddy, 2003).

Roche (1989) a comparé un RPA et un réacteur cascade de 5 réacteurs RPA en séries pour étudier l'effet de l'hydrodynamique du bassin d'aération sur l'amélioration de la qualité de décantation des boues activées. Ils ont montré, par comparaison du fonctionnement de deux réacteurs (réacteur parfaitement agité et cascade), une très forte influence de la configuration du réacteur sur la décantabilité de la biomasse. Ils ont étudié des relations entre la décantabilité et l'hydrodynamique du réacteur pour des charges massiques variant de 0,1 à 0,4 kg DCO.(kg MES.j)⁻¹.

Azimi *et al.*, (2006) ont étudié la décantabilité des boues dans deux réacteurs prototypes semi industriels, un réacteur à écoulement piston et l'autre RPA sous les mêmes conditions opératoires pour le traitement de l'eau usée urbaine. Ils ont ainsi noté un indice de Mohlman inférieur à 160 mL.g^{-1} dans le réacteur piston, alors que celui-ci est de 400 mL.g^{-1} dans le RPA.

Hamoda *et al.*, (2006) ont étudiée la performance épuratoire d'un réacteur cascade hybride et compartimenté (4 compartiments) pour le traitement d'eau résiduaire urbaine (ERU). Ils ont montré des rendements d'élimination de 98, 75 et 97% de la DBO, DCO et l'azote ammoniacal par l'effet conjugué de la biomasse hybride et l'hydrodynamique du réacteur piston.

Tableau I.2: Résultats obtenus après traitement d'eaux usées urbaines en modifiant d'hydrodynamique de réacteur boue activée conventionnel

Type d'effluent	Élément visé	% Abattement	Type du réacteur	Auteurs
ERU	Décantabilité des boues	-	RPA et Réacteur piston	Azimi <i>et al.</i> , (2006)
ERU	C, N, P	95,5% C, 95% P 71,5% N	RPA en série	T.Y.Pai <i>et al.</i> , (2005)
ERU	C, N	98% DBO, 97% NH ₄	Cascade des RPA	Hamoda <i>et al.</i> (2006)
ERU	N	-	RPA en série	S.Salem <i>et al.</i> , (2003)
ERU	C, N	98% DBO ₅ , 95%NH ₄	RPA en Séries	H. Kishino (1996)
ERU synthétique	Décantabilité des boues	96% C, 75% NH ₄	RPA en série	N. Roche (1989)
ERU prétraitée	Décantabilité des boues	-	RPA & Réacteur cascade	Noutsopoulos <i>et al.</i> , (2002)
ERU prétraitée	Décantabilité des boues	-	Réacteur Cascade	Hsin-Neng <i>et al.</i> , 1985)

La compartimentation des réacteurs a été appliquée aussi, dans les procédés anaérobies. Le réacteur compartimenté anaérobie (ABR : Anaerobic Baffled Reactor) a un design utilisant une série de cloisons pour contraindre l'effluent à couler sous et au-dessus des cloisons lors de sa circulation entre l'entrée et la sortie (Mc Carty et Bachmann, 1992). Les bactéries dans le réacteur s'élèvent et décantent doucement en fonction des caractéristiques de l'écoulement et de la production de gaz (figure I.5c et I.5a). Cependant, pour améliorer la performance du réacteur, quelques modifications ont été faites (figure I.5B, D et J). La biomasse dans le réacteur compartimenté anaérobie existe aussi sous la forme de biomasse hybride (figure I.5 (E, F, H, I et J)). Des supports bactériens ont été introduits dans les compartiments du réacteur. Tilche et Yang (1987) ont développé plusieurs conceptions de réacteurs hybrides (figure I.5 E) afin d'augmenter la rétention de solides pour le traitement des eaux usées. Ils ont introduit un support fluidisé en plastique dans les deux premiers compartiments et un bloc modulaire, structuré et à grande porosité, dans le troisième compartiment.

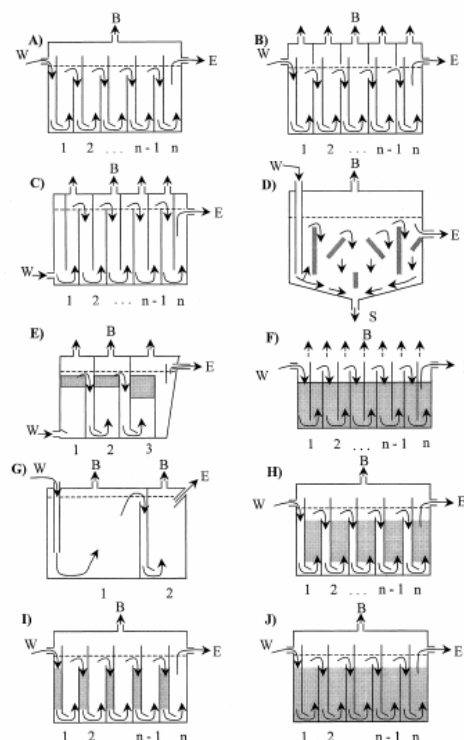


Figure I.5: Différents configurations de réacteurs anaérobies compartimentés (ABR)

I.3 Les procédés à culture hybride pour le traitement des ERU

Les procédés à culture hybride, résultant, comme nous l'avons vu précédemment, du couplage d'un système à culture libre avec un système à culture fixée au sein du même réacteur, sont proposés et utilisés (Boutin *et al.*, 1998) pour le traitement des effluents de petites municipalités. L'avantage principal des procédés hybrides est de permettre des possibilités de traitement plus élevé sans nécessité d'augmenter le volume de bassin d'aération (Germain *et al.*, 2007).

Qu'ils s'agissent de procédés à culture fixée ou de réacteur hybride, la charge organique applicable est limitée par le transfert d'oxygène et/ou une surface de contact faible.

Pour augmenter la concentration en microorganisme actif, il est intéressant d'utiliser un média présentant une plus grande surface d'adhésion pour les bactéries et d'aérer le procédé de façon mécanique et continue afin de ne pas être limité par le transfert d'oxygène.

Hamoda et Abd-El-Bary (1987) ont proposé un tel système, baptisé 'aerated submerged fixed film process', utilisant des plaques comme support bactérien.

Des matériels supports peuvent être intégrés dans le bassin d'aération de la façon fixe appelé procédé à boue activée à biofilm fixé (IFAS : Integrated Fixed-film Activated Sludge) ou immergé appelé réacteur à biomasse fluidisée (MBBR : Moving Media Biofilm Reactor).

I.3.1 Procédé boue activée à biofilm fixé (IFAS)

Les procédés à cultures fixées et hybrides possèdent des avantages par rapport aux procédés à culture libre. L'hétérogénéité structurelle du biofilm lui confère la possibilité d'abriter différents types de microorganismes dans différentes niches écologiques. Ainsi, une

grande diversité d'organismes se développe (Bishop, 1997). Il a, par exemple, été prouvé que les bactéries nitrifiantes se développaient plus en profondeur au sein du biofilm où l'oxygène est encore présent pour la nitrification, mais où il n'y a pas de compétition avec les souches hétérotrophes à croissance plus rapide. Cette technologie associe les principaux avantages du biofilm et des procédés classiques à boue activée (Sriwiriyarat *et al.*, 2005).

Le système à culture fixée fournit une surface volumique élevée pour les microorganismes par l'attachement naturel du biofilm sur les supports dans le bassin d'aération. En conséquence, l'âge des boues est bien évidemment augmenté, sans modification notable de l'exploitation du système. On peut ainsi diminuer la concentration de MES dans le bassin d'aération et dans le décanteur secondaire. Cette stratégie peut permettre de réduire les problèmes de surcharge des décanteurs secondaires en bénéficiant de l'élimination de la DCO et de la nitrification (Su *et al.*, 1996). La présence de biomasse sur les supports augmente également la stabilité du système biologique en réduisant des problèmes des surcharges organiques et des charges toxiques, et en fournissant un âge de boue plus long pour les bactéries nitrifiantes (Sriwiriyarat *et al.*, 2005).

Des études ont été faites sur les effets des types de supports, des types d'effluent et des conditions opératoires sur l'élimination du carbone et de l'azote en boues activées : charge massique, charge volumique en azote, temps de séjour hydraulique (TRH), âge de boue..., et la performance de nitrification et dénitrification dans les zones aérobies et anoxiques dans les systèmes à l'échelle pilote et réel.

En conclusion, on constate que les thématiques des études menées sur les réacteurs hybrides, peuvent être divisées selon deux grands axes.

Le premier regroupe tout ce qui concerne la caractérisation hydrodynamique des réacteurs. On y trouve des recherches sur les différents types de réacteurs biologiques hybrides, sur l'influence du design sur la formation du biofilm et sur les évolutions des écosystèmes, des organismes et sur leur organisation en fonction des conditions opératoires imposées (âge de boue, charge massique, temps de séjour hydraulique,...).

Le deuxième grand axe concerne l'impact des paramètres de commande ou environnementaux sur la formation du biofilm avec des recherches sur le choix du type de garnissage ou sur les effets des conditions opératoires sur le développement et la formation du biofilm (flux, concentration en MES,...).

I.3.1.1 Objectifs principaux des recherches effectuées sur réacteurs à culture hybride

L'amélioration des performances épuratoires des stations classiques de traitement des ERU, de la productivité des bassins d'aération, et, in fine, de la qualité des rejets, peut s'aborder de différentes façons : amélioration de la connaissance des eaux à traiter, maîtrise et augmentation de l'écosystème épurateur (recyclage de la biomasse, procédés membranaires, support bactérien).

L'objectif des recherches effectuées sur les réacteurs hybrides est double :

- (1) Une amélioration du traitement du carbone organique, de nitrification/dénitrification biologique en différenciant les conditions opératoires (TRH, l'âge des boues, charge massique en carbone et charge volumique en azote...) sans ajout des nouveaux bassins et sans augmentation de la production des boues ;
- (2) Une amélioration de la décantabilité des boues (minimisation du « bulking » filamenteux) grâce à l'effet du biofilm, dans les STEP classiques.

I.3.1.2 Supports bactériens

Deux catégories de supports sont disponibles pour le traitement des eaux usées urbaines et industrielles.

I.3.1.2.1 Les cultures fixées sur supports grossiers

Les procédés d'épuration par cultures fixées sur supports grossiers sont principalement représentés par les lits bactériens et disques biologiques.

Les disques biologiques ont été utilisés comme un support de biofilm intégré et ont été évalués par exemple par Su et Ouyang (1996) à Taiwan, et Kim *et al.*, (1999) en Corée.

Su et Ouyang (1996) ont appliqué des disques biologiques entièrement submergés dans les réacteurs anaérobies et anoxies, et partiellement submergé dans les réacteurs aérobies. Ils ont rapporté un grand taux d'efficacité de l'élimination de l'azote et du phosphore en utilisant ce procédé.

Eker *et al.*, (2006) ont utilisés des brosses en plastiques pour améliorer la performance épuratoire du carbone d'un RPA. Les micro-organismes responsables de la dégradation sont fixés naturellement sur les brosses et forment un biofilm d'une épaisseur d'environ 1 à 4 mm. Le mouvement rotatif des brosses autour de l'axe expose alternativement la biomasse à l'atmosphère et à la liqueur mixte permettant ainsi une aération et un brassage. Le réacteur hybride a été aéré aussi par les diffuseurs fixés au fond du réacteur. Ils on rapporté un grand taux d'efficacité de l'élimination de la DCO et de la toxicité en utilisant ce procédé.

I.3.1.2.2 Les cultures fixées sur supports fins

Beaucoup de types de supports ont été étudiés en vertu de leur capacité d'améliorer les performances de la nitrification et le traitement biologique de l'azote dans les zones aérobies des procédés IFAS.

Des supports bactériens ont été ajoutés à un système à l'échelle réelle dans des conditions aérobies/anoxies intermittentes afin de traiter la DBO et permettre simultanément la nitrification de l'azote ammoniacal de l'effluent, avec une fraction de volume de supports de 30%. Ce système a obtenu des concentrations en DBO et en azote de 20 et de 15 mg.L⁻¹, respectivement, pour une température ambiante variant de 13-30 °C (Kondo, *et al.*, 1992).

En Allemagne, la Ringlace, qui est un garnissage plastique en forme d'une pièce spirale, a été installé dans le bassin d'aération de la STEP de Geiselbullach pour améliorer la productivité, les performances de nitrification et la qualité de décantation des boues (Lessel, 1993).

Le Linpor-N est un garnissage de type éponge, qui a été intégré dans la dernière étape du traitement d'un système sans décanteur secondaire pour augmenter le rendement de

nitrification par Morper et Wildmoser, (1989). Ils ont observé le rendement de l'élimination de l'azote supérieure de 50% pour les températures inférieures à 10 °C.

Aux Etats-Unis, le Captor, un autre garnissage plastique, de type éponge, a été appliqué sur la STEP de Moundsville, (Virginie-Occidentale) pour améliorer la nitrification et le traitement de l'azote. Les résultats obtenus montrent des rendements moyens de l'élimination d'azote de 70-75%. La concentration moyenne en azote ammoniacal à la sortie est de 5 mg N.L⁻¹ (Golla *et al.*, 1993).

L'efficacité du biofilm pour la dénitrification dans les réacteurs anoxies a été évaluée à Delft, (Pays Bas), à l'aide de la mise en oeuvre de garnissages fibreux (Hao *et al.*, 1995) dans un réacteur classique. La comparaison entre un système intégré avec un garnissage en fibre et un système classique montre une meilleure performance de dénitrification.

Dans une autre recherche, les supports en fibre ont été utilisés dans les zones anoxies précédant un système à boue activée hybride dans lequel il n'y avait aucun recyclage de la liqueur mixte et à haute température (20-30 °C), TRH (16-22.9 heures), et âge de boue (50 jours) (Liu *et al.*, 1996).

Au Japon, la comparaison entre un système avec un garnissage en polypropylène intégré dans le réacteur anoxie et l'autre sans garnissage a été conduite à une température de 15 °C. Il est rapporté que l'utilisation du garnissage permet des taux élevés de dénitrification et d'ammonification fournissant une haute efficacité de l'élimination d'azote (Takizawa *et al.*, 1996).

I.3.1.3 Typologie des effluents

De par sa très grande modularité, le procédé hybride de traitement biologique des ERU permet de traiter avec succès une très grande variété d'effluents, des eaux urbaines jusqu'aux eaux usées contenant des produits toxiques ou de fortes charges organiques, et enfin des eaux usées industrielles qui représentent un domaine très prometteur pour le procédé hybride.

I.3.1.4 Paramètres influençant le fonctionnement

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

- le traitement des pollutions carbonées, azotées et des matières en suspension
- la réduction de la production globale de boue,
- l'augmentation du rendement de l'élimination du réacteur.

Cette partie met en avant l'importance que revêtent les temps de séjour du solide et liquide en fonctionnement, la charge massique et l'apport d'oxygène.

I.3.1.4.1 Âge des boues et production de boues

Dans un procédé à boue activée, 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 globale de l'écosystème bactérien. Dans tous les procédés à boue activée la génération de boues pose le problème de leur traitement (Banas *et al.*, 1999) et de leur élimination. Un des inconvénients majeurs du procédé à boue activée est la production élevée de boues (entre 0,5 et 1,2 kg MES. (kg DCO éliminée)⁻¹).

Les tableaux I.3 et I.4 donnent des exemples d'âges des boues et de la production de boues en fonction des différents effluents traités dans le réacteur à boue activée à biomasse hybride.

Tableau I.3: Exemples d'âge des boues utilisés dans la mise en œuvre du procédé boue activée à biomasse hybride.

Type d'effluent	Elément visé	Âge des boues (j)	Auteurs
ERU prétraitée	C, N, P	10	Sriwiryarat <i>et al.</i> , (2005)
ERU	C, N	7-10	Sözen <i>et al.</i> , (2002)
ERU	C, N	20	Ho <i>et al.</i> , (1994)
ERU prétraitée	C, N	4,8-8	Germain <i>et al.</i> , (2007)
ERU synthétique	C, N	10,5-15,6	Su <i>et al.</i> , (1996)
ERU prétraitée	C, N, P	5	Downing et Nerenberg (2007)
ERU prétraitée	C, N	6	Christensson <i>et al.</i> , (2004)
ERU prétraitée	C, N	13	Hamoda <i>et al.</i> , (2006)

Comme nous l'avons vu, l'ajout des supports bactériens dans un bassin d'aération classique peut augmenter l'âge de boues du système et par conséquent l'augmentation de la performance de dénitrification (Hamoda *et al.*, 2006).

L'ajout des supports bactériens dans le bassin d'aération d'un système classique, peut diminuer de 10 à 90% de taux de la production des boues activées (Salvado *et al.*, 1995).

Dans un cadre de la minimisation des quantités de boue à traiter, Nicolella *et al.*, (2000), propose l'utilisation des procédés hybrides pour réduire de manière drastique le volume de boues produites dans le bassin d'aération par la mise en place d'un garnissage.

Tableau I.4: Exemples de production de boues dans un réacteur à boue activée

Type de réacteur	Type d'effluent	Production de boue	Auteurs
Boue activée classique	ERU	0,85-1 kg MVS.kg DBO ⁻¹ .j ⁻¹	Hamoda <i>et al.</i> (2006)
Boue activée hybride	ERU	0,36 kg MVS.kg DCO ⁻¹ .j ⁻¹	Andreottola <i>et al.</i> , (2003)
Boue activée hybride	ERU synthétique	0,148-0,25 kg MVS kg DCO ⁻¹ .j ⁻¹	Fouad <i>et al.</i> , (2005)
Boue activée hybride	ERU	0,5 kg MVS. kg DBO ⁻¹ .j ⁻¹	Schlege <i>et al.</i> , (2007)

I.3.1.4.2 Temps de séjour hydraulique (TRH)

Les TRH ont une influence importante sur les performances du traitement appliqué en mode boue activée hybride et sont fonction de la complexité des effluents à traiter. Les différents TRH pour les procédés à biomasse hybride sont reportés dans le tableau I.5. Les TRH appliqués présentés au tableau I.5 sont extrêmement variés (de 2h à plus de 32 h) et fonction des objectifs des travaux.

A titre d'exemple, Hamoda *et al.*, (2006), ont rapporté une élimination de 98, 75 et 97% pour la DBO, DCO et l'azote ammoniacal respectivement pour des charges massiques variant de 0,03 à 0,3 g DBO.(gMVS.j)⁻¹ (correspondant à des TRH de 0,7 à 8 h) dans un réacteur cascade hybride de 4 RPA nommé HASFF (Hybrid Aerated Submerged Fixed Film).

Andreottola *et al.*, (2003), ont ajouté un garnissage plastique, fluidisé dans les bassins d'aération d'une station d'épuration en Italie. Ils ont rapportés un rendement de la DCO et d'azote ammoniacal de 88 et 90% respectivement à un TRH de 5,5 à 7 h, avec une surcharge hydraulique de 60%.

Tableau I.5: Exemples de TRH dans des différents procédés hybrides

Type de réacteur	Type d'effluent	TRH (h)	Auteurs
Cascade des RPA	ERU	0,7-8	Hamoda <i>et al.</i> (2006)
RPA	ERU synthétique	6	Jianlong <i>et al.</i> (2000)
RPA	ERU synthétique	8-10-12	Su <i>et al.</i> (1996)
RPA	ERU prétraitée	32	Liu <i>et al.</i> (1996)
RPA en sérié	ERU prétraitée	13±1	Sriwiriyarat <i>et al.</i> , (2005)
RPA	ERU synthétique	15	Downing <i>et al.</i> (2007)
RPA	ERU	10	Chuang <i>et al.</i> (1997)
RPA	ERU prétraitée	6-7	Gebara <i>et al.</i> (1999)
RPA	ERU synthétique	6	Park <i>et al.</i> (2002)
RPA	ERU	2,7-7,4	Andreottola <i>et al.</i> ,(2003)

I.3.1.4.3 Température

La variation de la température a des répercussions sur les cinétiques bactériennes et sur la solubilité de l'oxygène. L'élimination de la DCO est sensible à l'augmentation de la température (Brito *et al.*, 1997).

Lorsque la température augmente (5 à 25 °C), l'efficacité du traitement augmente (Dockhorn *et al.*, 2001).

Particulièrement la nitrification peut être affectée parce que les organismes nitrifiants se développent très lentement à basse température et leur taux de croissance dépend fortement de la température (Wanner *et al.*, 1988).

Quand la température diminue la performance de la nitrification diminue. Enfin, la température influence les propriétés de décantation. Quand la température augmente, l'indice de décantation augmente car la densité des floes diminue.

I.3.1.4.4 La charge massique

Les procédés sont caractérisés par leur charge hydraulique (m^3 d'eau traitée par m^3 d'aérateur et par jour), leur charge organique ou volumique (kg DBO_5 appliquée par m^3 d'aérateur et par jour), leur charge biologique ou massique (kg DBO_5 par kg biomasse et par jour), et par les temps de séjour liquide (TRH) et solide (âge des boues) (tableau I.6).

Tableau I.6: Classification et caractéristiques des procédés à boues activées pour les eaux usées urbaines (Forster, 1977)

	Faible charge	Moyenne charge	Forte charge
Charge volumique ($\text{kg DBO}_5 \cdot \text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)	0,125-0,5	0,6-1,6	2-6
Charge massique ($\text{kg DBO}_5 \cdot \text{kg MES}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}$)	0,02-0,1	0,2-0,5	1,5-5
Temps de séjour hydraulique	12h-plusieurs jours	4-12	2-3
Consommation d' O_2 . ($\text{kg O}_2 \cdot \text{kg DBO}_5^{-1}$)	1,5-2	0,5-1	0,3-0,5
Production de boue ($\text{kg MES} \cdot \text{kg DBO}_5^{-1}$)	0,15	0,55	0,75
Taux de recyclage	>0,95	0,85-0,95	0,6-0,75

Le tableau I.7 reporte des exemples de charges relevées dans la littérature. L'un des principaux avantages d'un procédé hybride est qu'il permet de traiter des effluents fortement chargés. Un certain nombre d'auteurs montrent la faisabilité d'un traitement à forte charge avec le procédé hybride. (Rodgers *et al.*, 2003 ; Lee *et al.*, 2002 ; Jähren *et al.*, 2002). Parallèlement, le tableau I.7 montre que le réacteur hybride peut aussi bien s'adapter à des charges moyennes ou faibles.

I.3.1.4.5 Charge en azote

En 1975, l'agence américaine de protection de l'environnement (U.S. EPA) a recommandé l'utilisation de facteurs de sécurité pour permettre d'augmenter les temps dédiés au traitement de l'azote et au développement des microorganismes responsables de la nitrification.

Des recherches effectuées dans les années 80 sur des effluents industriels riches en azote ammoniacal ont mis en évidence que, lors de l'augmentation de la charge azotée, l'azote ne ressortait pas non traité, mais qu'au contraire, la concentration en nitrates augmentait en sortie d'installation (Al-Sa'ed, 1988). Les conditions favorables à la nitrification (température, charge en azote et âge de boue élevés) dans lesquelles ces résultats ont été acquis limitent leur extrapolation au cas des eaux urbaines.

Des résultats récents (FNDAE *et al.*, 2002) obtenus pour des installations boues activées fonctionnant en aération prolongée (âges de boue d'une vingtaine de jours) démontrent que la vitesse de nitrification moyenne dépend linéairement de la charge volumique en azote reçue. Le dimensionnement des installations à boues activées pour la nitrification est aujourd'hui essentiellement effectué à partir de la charge massique (Burica *et al.*, 1996). Or, à charge donnée, il a été démontré que le dimensionnement des installations était perfectible en tenant compte de la charge volumique en azote (Al-Sa'ed, 1988).

Tableau I.7: Exemples de concentration d'effluent et de charges massiques ou volumiques pouvant être traités dans un réacteur hybride.

Type de réacteur	Type d'effluent	Concentration	Charge massique ou volumique	Auteurs
RPA	ERU prétraitée	394 mg DCO. L ⁻¹ 26 mg N-NH ₄ ⁺ .L ⁻¹ 35 mg N.L ⁻¹	2,62 kg DCO.m ⁻³ .j ⁻¹	Andreottola <i>et al.</i> , (2003)
RPA	Eau synthétique	64-172 mg DCO. L ⁻¹ 30-124 mg N-NH ₄ ⁺ .L ⁻¹	0,36-1 kgDCO.m ⁻³ .j ⁻¹ 0,17-0,7 NH ₄ ⁺ -N kg m ⁻³ .j ⁻¹	Rodgers <i>et al.</i> , (2005)
RPA	Eau synthétique	182-815 mg DCO. L ⁻¹	0,76-1,46-3,04 kgDCO.m ⁻³ .j ⁻¹	Jianlong <i>et al.</i> , (2000)
Réacteur cascade	ERU	100-200 mgDCO.L ⁻¹ 30-40 mg N-NH ₃ .L ⁻¹	?	Wang <i>et al.</i> , (1991)
RPA	ERU synthétique	300 mg DCO L ⁻¹ 28 mg N.L ⁻¹ 5,5 mg P.L ⁻¹	0,21-0,25-0,32 kg DBO ₅ .m ⁻³ .j ⁻¹	Su <i>et al.</i> , (1996)
RPA	Eau usée industrielle	2000-2500mg DCO. L ⁻¹ 50 mg N.L ⁻¹ 10 mg P.L ⁻¹	4,4-6,7 kg DCO.m ⁻³ .j ⁻¹	Chudoba <i>et al.</i> , (1996)
Réacteur cascade	ERU synthétique	510±401 mg DCO. L ⁻¹ 30±6,2 mg/l	?	Jou <i>et al.</i> , (2003)
RPA	ERU synthétique	250 mg DCO. L ⁻¹	1-4 kgDCO.m ⁻³ .j ⁻¹	Lee <i>et al.</i> , (2002)
Série des RPA	ERU	211-258 mg DCO.L ⁻¹	20-75 g.m ⁻² .j ⁻¹	Gonzalez-Martinez <i>et al.</i> , (1992)
RPA	ERU synthétique	300±10 mg DCO.L ⁻¹ 40±6 mg N .L ⁻¹	0,26-0,87 kg DCO.kg ⁻¹ MES.j ⁻¹	Chuang <i>et al.</i> , (1997)
RPA	ERU synthétique	320 mg DCO. L ⁻¹	?	Gebara <i>et al.</i> , (1999)
RPA	Eau usée industrielle	2100-2500 mg DCO. L ⁻¹	2,5-3,5 kg DCO.m ⁻³ .j ⁻¹	Jahren <i>et al.</i> , (2002)
RPA	ERU synthétique	200-1300 mg DCO. L ⁻¹ 40-70 mg N .L ⁻¹	?	Park <i>et al.</i> , (2002)
RPA	ERU	319 mg DCO. L ⁻¹ 60 mg N-NH ₄ ⁺ .L ⁻¹ 10 mg P.L ⁻¹	?	Liu <i>et al.</i> , (1996)

I.3.2 Optimisation du traitement du carbone, de l'azote et de décantation des boues dans un réacteur à biomasse hybride

I.3.2.1 Optimisation du traitement du carbone

Le traitement du carbone par un procédé biologique hybride ne pose pas réellement de problème pour autant que les paramètres présentés précédemment soient respectés et que l'on maîtrise la composition de l'effluent d'entrée.

I.3.2.2 Optimisation du traitement de l'azote

I.3.2.2.1 L'abattement de l'azote ammoniacal par nitrification

Les procédés à culture fixée sont facilement intégrables à un traitement déjà existant. En réalisant des essais sur l'élimination de l'azote ammoniacal dans sept STEP en Allemagne pendant 15 ans, Müller (1998) a trouvé qu'en ajoutant différents types de garnissage la concentration en azote ammoniacal à la sortie des stations (à part d'une station) devient inférieure à $10 \text{ mg.N-NH}_4.\text{L}^{-1}$.

Tawfik *et al.*, (2002) ont quant à eux étudié la performance des disques biologiques assurant le post-traitement des ERU d'un UASB (upflow anaerobic sludge blanket). Ces disques biologiques comptaient deux étapes : la première visait le rendement de l'élimination de la matière organique et la deuxième de l'abattement de l'azote ammoniacal. Ils ont ainsi obtenu un rendement de 92%, à des charges de $6,4 \text{ g DCO. (m}^3.\text{j)}^{-1}$ et $1,1 \text{ g N-NH}_4. (\text{m}^3.\text{j})^{-1}$.

De leur côté, Chuang *et al.*, (2005) ont étudié la nitrification tertiaire dans un réacteur boue activée en ajoutant du biofilm fixé. Des concentrations 20 ± 2 mg N-NH₄.L⁻¹ ont été mesurées en sortie, correspondant à une nitrification de 95%.

Zhang *et al.*, (2006) ont également travaillé sur la nitrification tertiaire dans un réacteur biologique séquentiel à biofilm et rempli de média en plastique. En traitant des ERU synthétique, ils ont observé une nitrification de $94,6 \pm 4\%$ pour une concentration de 20 à 100 mg.N-NH₄.L⁻¹ en entrée.

Par ailleurs, un procédé à milieu fixé aéré et submergé (aerated submerged fixed-film process) utilisant des plaques de céramique comme support bactérien a été employé pour étudier l'abattement du carbone et de l'azote (Hamoda *et al.*, 1996). Ce système s'est avéré efficace pour nitrifier des ERU riches en NH₄ ayant un rapport C:N de 27:20. La nitrification n'a pas été inhibée de façon substantielle quand des charges élevées en azote et en carbone ont été appliquées, ce que les auteurs attribuent aux bonnes caractéristiques de transferts d'oxygène et de masse dans le réacteur.

I.3.2.2.2 Traitement de l'azote par nitrification et dénitrification

Afin d'effectuer l'abattement complet de l'azote, différentes configurations de procédés à culture hybride sont possibles. Parfois, la nitrification et la dénitrification peuvent avoir lieu dans un même réacteur. Cela peut se faire de trois manières :

- a) en ayant des zones anoxies et aérobies,
- b) en alternant des phases d'aération et de non-aération,
- C) en ayant recours à la nitrification et à la dénitrification simultanées.

En plus de la simplifier, l'opération dans un seul réacteur favorise la diminution de la superficie du procédé et permet d'éliminer la source externe de carbone, car la matière organique de l'eau usée est utilisée.

I.3.2.2.2.1 Zones aérobies et anoxies

L'ajout de zones où l'oxygène est plus ou moins présent implique une séparation dans l'espace de la nitrification et la dénitrification, mais, cette fois-ci, dans un seul et même réacteur. Par exemple, Karnchanawong et Polprasert (1990) ont effectué en laboratoire, l'abattement complet de l'azote et du carbone dans un réacteur à écoulement piston avec culture fixée (attached-growth circulating reactor). Ce réacteur, fait de feuilles d'acier galvanisées disposées en serpentín (Figure I.6), visait à traiter les eaux usées d'un campus universitaire. L'oxydation du carbone et la dénitrification avait lieu dans le premier tiers du réacteur. Cette section était couverte hermétiquement pour être en condition anoxie et pour prévenir les débordements. Le biofilm y était épais dû à la croissance rapide des bactéries hétérotrophes. Les auteurs rapportent finalement que la performance de l'abattement de l'azote par ce procédé se trouvait limitée par la nitrification quand la charge azotée était plus grande.

Chui *et al.*, (2001) ont fait fonctionner deux systèmes de biofiltration pour traiter le carbone et l'azote dans les eaux usées industrielles fortement chargées en azote (480mgN.L^{-1}). Le premier système comptait deux biofiltres : l'un en condition anaérobie et l'autre ayant une zone anoxie, suivie d'une zone aérobie. Le second système comprenait un seul biofiltre comptant trois zones (anaérobie, anoxie et aérobie). Dans les deux cas, il y avait recirculation de l'effluent sortant de la zone aérée vers le début de la zone anoxie. Les deux systèmes ont permis d'atteindre 90% d'abattement d'azote et 98% d'abattement de DCO, avec des concentrations d'effluent de 43 mg N.L^{-1} et 90 mg DCO.L^{-1} . À la lumière des résultats obtenus, les auteurs affirment que le biofiltre combinant les trois zones offrait une grande flexibilité d'opération et était légèrement plus efficace que le système à deux biofiltres.

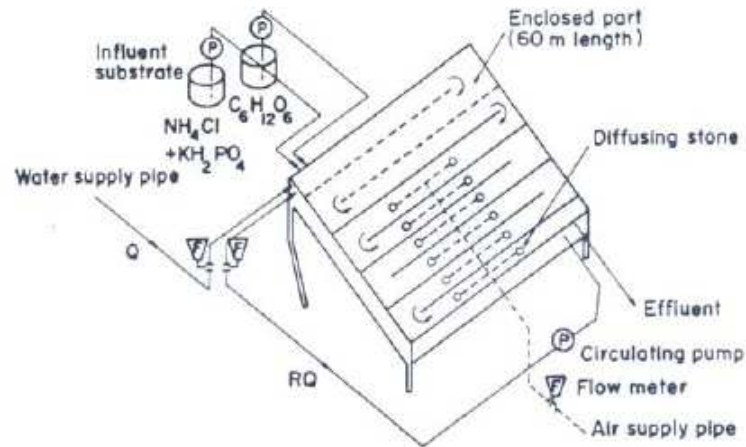


Figure I.6: Procédé étudié par Karnchanawong et Polprasert (1990)

Fdez-Polanco *et al.*, (1994) ont testé l'abattement du carbone et de l'azote pour le traitement d'un effluent municipal à l'aide d'un lit fluidisé pilote contenant des zones anaérobies et aérobies. Ils ont obtenu de faibles concentrations en DCO (40 mg.L^{-1}), NTK (10 mgN.L^{-1}), NH_4 (10 mgN.L^{-1}), NO_2 et NO_3 ($< 20 \text{ mg N.L}^{-1}$ en tout temps), tout en opérant à un TRH de 24 h et avec un taux de recirculation élevé.

Frijters *et al.*, (1997) ont travaillé avec un procédé de ce genre, le Circox, suivi d'un compartiment anoxie. Ce procédé a fonctionné à l'échelle pilote avec de l'eau comprenant 67% d'effluent domestique et 33% d'effluent industriel. Il a permis de traiter efficacement la matière organique et l'azote, par le contrôle de la recirculation et de l'oxygène.

I.3.2.3 Amélioration de la qualité de décantation des boues activées

La décantation des boues activées dépend de nombreux facteurs : nature du substrat, type de réacteur aéré, débit d'alimentation, de l'opération de la station et de l'aération...

Les accidents de fonctionnement des stations d'épuration des eaux usées urbaines ou industrielles sont essentiellement dus à la mauvaise qualité de la décantation des boues (Metcalf et Eddy, 2003). Celle-ci peut même devenir nulle. La biomasse se présente alors sous la forme d'une masse plus ou moins compacte. Cet état est qualifié de « bulking » (foisonnement). Le bulking peut présenter deux formes différentes. La première, dite « zoogléal » est une biofloculation normale mais avec des particules de taille trop petite pour être convenablement séparées dans le décanteur secondaire. La seconde correspond à une prolifération de bactéries filamenteuses qui développent des surfaces spécifiques importantes et empêchent la décantation. Ce foisonnement de bactéries appelé « bulking filamenteux » est le plus fréquemment rencontré par les exploitants de stations d'épurations.

La qualité d'une boue est généralement mesurée par l'indice de Mohlman (IM) (ou indice volume des boues (SVI : Sludge Volume Index)). C'est le volume en millilitres qu'occupe 1 gramme de boue (en poids sec) après trente minutes de décantation. Pour une boue qui décante bien l'indice de Mohlman est inférieur à 150 mL.g⁻¹ et peut atteindre 400 à 500 mL.g⁻¹ en état de bulking (Tsang *et al.*, 2006). Le décanteur secondaire d'une station d'épuration fonctionne correctement pour des valeurs d'indice de Mohlman inférieures à 200 mL.g⁻¹ (Tsang *et al.*, 2006).

Gebara (1999) a montré qu'à l'aide d'un garnissage en plastique placé dans le bassin d'aération d'un RPA à l'échelle du laboratoire, les propriétés de décantation des boues activées ont été améliorées. Il a constaté une diminution de l'indice de Mohlman (IM) de 350 à 112 mL.g⁻¹ après la mise en place du garnissage fixé dans le bassin d'aération.

Wanner *et al.*, (1988), ont étudié la décantation des boues dans quatre systèmes biologiques hybrides différents par le type du bassin d'aération :

- Système 1 : un RPA considéré comme témoins,
- Système 2 : un RPA à biomasse hybride utilisant un support immergé en plastique,
- Système 3 : une combinaison d'un RPA et de disques biologiques partiellement immergés dans le bassin d'aération,
- Système 4 : même procédé que le système 3 mais les disques biologiques sont totalement immergés dans le bassin d'aération.

Les valeurs de l'indice de Mohlman dans le système 1 augmentent très rapidement et restent supérieures à 1000 mL.g⁻¹ pendant une longue période d'opération (jour 40 à jour 120)

mais après ajout du support bactérien en plastique, l'indice de Mohlman a diminué, et est resté inférieur à 200 mL.g^{-1} . Les auteurs ne rapportent aucun bulking dans les systèmes hybrides (3 et 4).

Jianlong *et al.*, (2000) n'ont constaté aucun problème de bactéries filamenteuses dans les systèmes à culture hybride.

I.3.3 Caractérisation du biofilm

L'impact des paramètres de commande ou environnementaux sur la formation du biofilm ont été menés par des recherches sur le choix du type de garnissage ou sur les effets des conditions opératoires sur le développement et la formation du biofilm (flux, concentration en MES,...).

L'analyse de ces différentes thématiques montre que la formation du biofilm est au centre des préoccupations. C'est en effet le verrou majeur quant au développement des procédés à culture hybride. Deux questions se démarquent clairement :

- 1) Comment est ce que le biofilm se forme et se développe,
- 2) Quelles sont les conditions de formation du biofilm.

Une synthèse bibliographique plus spécifique a été menée sur la caractérisation du biofilm et sur l'influence du mode et des conditions de formation du biofilm d'autre part.

I.3.3.1 Composition et structure du biofilm

I.3.3.1.1 Définition du biofilm

Le biofilm est un film biologique adhérent à une surface (racines, canalisations, tube digestif, dents). Il est constitué de cellules microbiennes, d'exopolymères, et d'eau. Les exopolymères peuvent représenter 50 à 90% du carbone organique présent dans le biofilm Nicolella *et al.*, (2000). Le biofilm peut donc être considéré comme un gel de polymères

adhérant à l'intérieur duquel se trouve des microorganismes. Il présente une structure poreuse et très adsorbante. Les récentes techniques d'analyse et d'observation ont permis de constater que le biofilm n'est pas un empilement régulier de cellules mais qu'il présente une grande hétérogénéité.

I.3.3.1.2 Formation du biofilm

La formation du biofilm est un phénomène complexe se déroulant en plusieurs étapes influencées par des facteurs physico-chimiques et biologiques. Cette formation se déroule en cinq étapes :

- le conditionnement organique de la surface,
- l'adhésion primaire des cellules sur le support,
- une phase de croissance caractérisée par la production de biofilm,
- une phase de stabilisation ou « d'équilibre »,
- la détachement.

I.3.3.1.2.1 Phase de latence

Les deux premières étapes constituent la phase de latence ; cette période correspond au temps nécessaire pour la formation de la première couche de cellules fixées.

I.3.3.1.2.1.1 Formation d'une couche organique sur le support

Elle a lieu quelques minutes après l'exposition de la surface propre à un flux de fluide contenant des microorganismes, des molécules organiques et inorganiques. Un solide immergé dans un liquide acquiert une charge de surface, soit par ionisation de groupes de surface, soit par adsorption d'ions présents dans la phase aqueuse. Une fois chargée, cette

surface attire des contre-ions correspondant à des nutriments inorganiques et organiques qui peuvent être utilisés par les bactéries. Par conséquent, la formation de cette couche électrique est indirectement une source potentielle de nutriments. Cette adsorption conditionne la surface du support pour la fixation des microorganismes (Trulear et Characklis, 1982). En revanche, la formation d'une couche importante dans la phase initiale du développement du biofilm ne produira pas un biofilm plus important. La couverture organique initiale est donc nécessaire, mais ne détermine pas la croissance du biofilm (Apilanez *et al.*, 1998).

I.3.3.1.2.1.2 Adhésion des cellules à la surface

Cette adhésion se déroule en deux étapes, une première réversible de nature physico-chimique qui suit les lois d'adsorption avec des forces attractives et répulsive, suivi d'une seconde irréversible de nature biologique avec la production d'exopolymères cellulaires.

Au cours de la première étape, les cellules se rapprochent de la surface du support par interactions attractives gouvernées par les forces de Van Der Waals et les liaisons chimiques hydrophobes et ioniques. Elles peuvent alors s'y fixer de façon réversible. Ces forces sont liées aux propriétés physico-chimiques des cellules et de la surface du solide (Belkhadir, 1986, Alves *et al.*, 1999).

La seconde étape fait intervenir la production de polysaccharides secondaires ainsi que d'autre polymères biologiques tels que les protéines. Elle est considérée comme responsable de la fixation irréversible entre les cellules et la surface. La force d'adhésion d'un biofilm suit le même phénomène que la densité et augmente avec la profondeur (Alves *et al.*, 1999).

La colonisation initiale durant la phase de latence a lieu préférentiellement dans les cavités et les creux du support, à l'abri des mouvements de milieu. L'influence du type du support sur l'adhésion et la formation du biofilm a été étudiée par Gjaltema *et al.*, (1997). Les résultats montrent clairement que les forces de cisaillement contrôlent la formation biofilm.

I.3.3.1.3 Croissance du biofilm

Une fois fixées, les cellules se développent en micro-colonies et se développent rapidement à la surface du support.

La phase de croissance est rapide; elle suit une phase exponentielle avec une consommation du substrat qui augmente jusqu'à une épaisseur critique du biofilm (épaisseur active) au-delà de laquelle le taux de consommation du substrat n'évolue plus (Lazarova et Manem, 1995). Ce phénomène est attribué aux limitations de diffusion du substrat à l'intérieur de la biomasse fixée. La durée de la phase de croissance dépend de la quantité de substrat disponible dans le milieu, c'est-à-dire de la charge nominale du réacteur.

I.3.3.1.4 Phase d'équilibre

Le biofilm atteint son épaisseur maximale avec une stabilisation de la biomasse fixée lorsque la production de la biomasse est compensée par le détachement (Heijnen *et al.*, 1989). Lorsque les contraintes hydrodynamiques dans le réacteur ne sont pas suffisamment importantes, le biofilm continue sa croissance en épaisseur. L'activité spécifique du biofilm tend à l'abaisser lorsque l'épaisseur du biofilm biologique dépasse une valeur critique (Buffière *et al.*, 1995).

I.3.3.1.5 Détachement

Bien que le phénomène de détachement soit impliqué dans l'ensemble des processus de la formation du biofilm, il est généralement décrit de façon indépendante et son étude se limite souvent à celle de la phase de stabilisation du biofilm. Le détachement est le résultat de plusieurs phénomènes (Van Loodsrecht et Heijnen, 1996 ; Nicoletta *et al.*, 2000) :

- La consommation des bactéries de la surface du biofilm par les protozoaires.

- La mort cellulaire.

• La perte rapide et massive de biofilm surtout avec des biofilms épais lors de changements environnementaux brutaux comme une forte diminution de la charge ou la présence d'un toxique. La mort cellulaire dans les parties internes conduit également à une rupture de la liaison solide-biofilm.

• L'érosion (la perte permanente de petites particules de la surface du biofilm, essentiellement provoquée par les forces de cisaillement).

- L'abrasion (analogue à l'érosion, mais provoquée par les collisions de particules).

Le taux de détachement du biofilm est une fonction complexe, qui inclut l'hydrodynamique de l'écoulement, la morphologie du biofilm et les caractéristiques du support. Les données expérimentales sur le taux de détachement du biofilm dans les réacteurs à lit fluidisés signalés par Nicolella *et al.*, (1996) ont montré que le coefficient du taux de détachement spécifique augmente fortement avec l'augmentation de la vitesse d'écoulement.

I.3.3.2 Facteurs d'influence sur la formation du biofilm

De nombreux facteurs cellulaires, de surface ou environnementaux sont cités dans la littérature comme ayant une influence sur l'adhésion microbienne. Le tableau I.8 regroupe les différents facteurs mis en évidence par différents auteurs (d'après Annachhatre et Bhamidimarri, 1992)

La présence de micro-crevasses et de rugosités permet semble-t-il, de favoriser l'adhésion initiale en protégeant des phénomènes de cisaillement hydraulique (Show et Tay, 1999). La température joue un rôle primordial dans le développement du biofilm, puisque pour des températures éloignées de l'optimum, la vitesse de multiplication des cellules est ralentie. Cela se traduit, au niveau du fonctionnement des lits bactériens par des démarrages plus lents et une accumulation importante de biosolides à des températures inférieures à 5°C (Annachhatre et Bhamidimarri, 1992). On peut rajouter à ce tableau l'influence de l'hydrodynamique lors de la phase de transport.

Tableau I.8 : Facteurs d'influence sur d'adhésion de biofilm

	Influence sur l'adhésion microbienne
Facteurs cellulaires :	
Hydrophobicité	Augmente
Concentration	Augmente
Espèce	Dépendante
Condition de surface	
Rugosité	Augmente
Hydrophobicité	Augmente
Surface spécifique	Augmente ou sans effet
Facteurs environnementaux :	
Temps	Augmente
Température	Augmente

I.3.3.3 Transfert et transport de masse

La formation du biofilm dépend de la quantité en substrat (l'oxygène, le carbone) et en nutriments disponibles dans le milieu. Cette quantité disponible est régie principalement par le transport et transfert de masse. Il est important de comprendre les processus présentés à l'intérieur du biofilm afin d'appréhender la respiration des microorganismes actifs.

Un réacteur comportant un biofilm peut être décrit comme un système à trois phases séparées : la phase solide (la biofilm), la phase liquide (le substrat) et la phase gazeuse (l'air) (Figure I.7). Dans ces phases, on décrit deux types de transport provoqués par l'alimentation en continue du substrat et de l'oxygène.

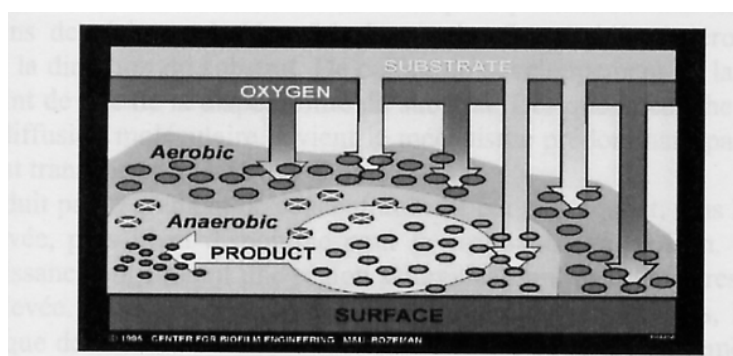


Figure I.7: Circulation des éléments dans le biofilm (centre of biofilm engineering)

I.3.3.3.1 Transporter par diffusion du substrat et transport

Eberl *et al.*, (2000) proposent de décrire le biofilm par deux compartiments : la phase solide contenant toute la biomasse et la phase liquide. Dans la phase liquide, le substrat est transporté par convection et par diffusion moléculaire en raison du gradient de concentration du substrat. Dans la phase solide, il est transporté essentiellement par diffusion et consommé par réactions biochimiques. Des résistances au transfert sont localisés à l'extérieur du biofilm, dans la zone appelée la couche limite diffusionnelle ou à l'intérieur, occasionnées par les limitations diffusionnelles couplées à la réaction biologique (figure I.8).

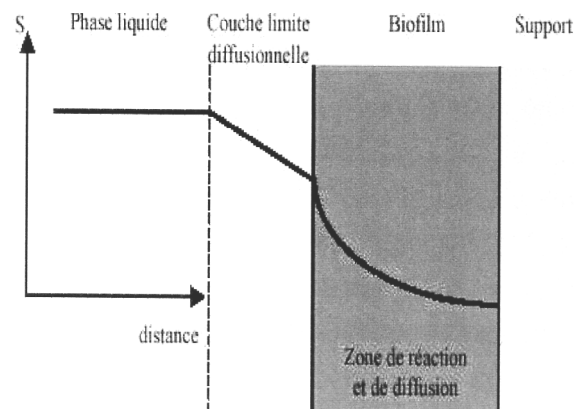


Figure I.8: Evolution de la concentration d'un substrat S au voisinage et à l'intérieur d'un biofilm (Buffière, 1995)

Lorsqu'on augmente la vitesse d'écoulement, la couche limite de concentration devient plus fine et la concentration dans le biofilm augmente en raison de l'augmentation du transfert de masse dans la phase solide (Eberl *et al.*, 2000).

Il a été observé que la morphologie et la structure du biofilm dépendent du transport du substrat. Effectivement en raison des gradients de concentration, un gradient de taux de

croissance existe aussi (Nicolella *et al.*, 2000). Les microorganismes qui possèdent le plus haut taux de croissance seront trouvés à l'extérieur du biofilm, alors que ceux dont la croissance est plus lente seront à l'intérieur.

I.3.3.3.2 Distribution de l'oxygène

La distribution de l'oxygène dans un biofilm est très importante car est à l'origine des processus d'oxydation biologique du carbone et de la nitrification.

Nicolella *et al.*, (2000) décompose ce transfert et transport en trois étapes, le passage de l'oxygène gazeux à l'oxygène dissous, le transfert de l'oxygène dissous à la surface du biofilm, puis la diffusion et la réaction dans le biofilm. Le transfert de l'oxygène gazeux à l'oxygène dissous peut être estimé par la méthode dite de re-oxygénation (Buffière, 1995).

Le transfert de l'oxygène dissous à la surface du biofilm, puis la diffusion et la réaction au sein de celui-ci est fonction du gradient de concentration en oxygène que l'épaisseur et la densité du biofilm affectent. Des mesures du profil de concentration en oxygène dissous au sein du biofilm à l'aide d'une microélectrode, montrent en plus de la décroissance rapide de la concentration en oxygène dissous avec l'augmentation de la profondeur, la possibilité de prédire les zones aérobies et anaérobies selon l'épaisseur du biofilm.

Hibiya *et al.*, (2003) concluent qu'un biofilm fin est exposé à un taux de nitrification faible et qu'un biofilm épais est nécessaire pour une nitrification et surtout pour une dénitrification réussie.

L'oxygène et les substrats (le carbone et la source de l'azote) doivent traverser et être transportés par diffusion moléculaire à travers le système pour atteindre les cellules microbiennes et être consommés. La profondeur de la pénétration du substrat dans le biofilm dépend surtout de la porosité du biofilm, la concentration en substrat, le transfert de masse et le taux de réaction dans le biofilm.

Il est donc clair que la prédiction de la structure du biofilm est primordiale dans l'analyse et la compréhension structurelle du biofilm parce que l'hydrodynamique, le transfert

de masse et la conversion dans les réacteurs à biofilm dépendent de la densité, de la porosité, de la forme, et de la épaisseur.

I.3.3.3.3 Caractéristiques physiques et biologiques du biofilm

La composition du biofilm et l'activité sont deux paramètres importants. Les paramètres aujourd'hui largement utilisés pour la caractérisation du biofilm sont l'épaisseur, la densité et le nombre total de cellules bactériennes. Cependant, ces paramètres ne sont pas suffisants pour décrire l'activité dans le biofilm.

I.3.3.3.3.1 Estimation quantitative de la biomasse

L'étude des microorganismes dans leur environnement se heurte à deux problèmes majeurs. Les microorganismes sont souvent fixés sur divers supports où cohabitent différents types morphologiques et physiologiques.

Les méthodes adaptées à l'étude de ces structures sont celles ne nécessitant ni la mise en culture, ni le décrochage préalable des bactéries. La mise en culture ne permet pas de rendre compte la diversité présente à l'origine dans le milieu naturel, les milieux de cultures étant souvent très sélectifs. Le décrochage préalable des bactéries quant à lui induit un biais important sur les résultats, le décrochage étant bien souvent incomplet (Menoret, 2001).

Dans ce cas, deux paramètres ont leur importance dans l'étude de l'écologie microbienne : la biomasse et l'activité.

La plupart des méthodes de mesure de la biomasse, qui ne font pas appel au dénombrement basée sur le dosage de composés doivent répondre à trois exigences :

- Se trouver dans les cellules en concentration constante par rapport à la biomasse totale et en quantité suffisante pour permettre un dosage précis ;

- Être extraits quantitativement des cellules, et plus généralement, des milieux dans lesquels vivent les cellules.
- Être rapidement dégradés après la morte cellulaire de façon à ne témoigner que de la biomasse vivante.

I.3.3.3.3.2 Estimation de l'activité de la biomasse

Des méthodes ont été développées permettant la mesure de l'activité de la biomasse : activité enzymatique extracellulaire, activité des synthèses de transporteurs d'électrons (Lazarova et Manem, 1995) et mesures respirométriques.

I.3.3.3.3.2.1 La respirométrie

Le respirométrie est fondée sur la mesure et l'interprétation de la vitesse de consommation en oxygène dissous par les microorganismes dans le réacteur.

Ainsi, il est possible de mesurer le taux d'oxygène consommé dans trois conditions différentes dans le but d'obtenir (Ochoa *et al.*, 2002) :

- La respiration endogène (OUR_{end}), qui correspond à l'oxygène consommé sur un échantillon de biomasse non alimenté.
- La respiration exogène (hétérotrophes) (OUR_{exoH}) représentant l'oxygène consommé par la réduction de carbone ajouté.
- La respiration exogène (autotrophes) (OUR_{exoA}) correspondant à la consommation d'oxygène par la nitrification.

Cette méthode est très répandue pour l'estimation de l'activité de la biomasse dans les systèmes de boues activées. En général, elle est utilisée soit pour observer les effets de substances toxiques sur les processus d'oxydation (Le Bonté, 2003 ; Cui *et al.*, 2005), soit pour déterminer le taux de croissance des bactéries permettant d'en déduire la cinétique de nitrification (Strotmann *et al.*, 1997). Il a été constaté également que cette méthode est utilisée

pour quantifier la distribution spatiale théorique des bactéries hétérotrophes et autotrophes dans un biofilm (Fdz-Polanco *et al.*, 2000 ; Ochoa *et al.*, 2002).

De plus, l'ajout d'un inhibiteur de nitrification (Allythiouré ATU) permet de discriminer l'activité des bactéries hétérotrophes. Les concentrations d'utilisation de l'AUT sont variables suivant les auteurs, entre 10 et 40 mg.L⁻¹ (Ning *et al.*, 2000 ; Strotmann *et al.*, 1997). Cette variation dépend des temps d'inhibition désirés dans le réacteur.

Les exemples d'utilisations de la méthode respirométrique sont nombreux. Par exemple, Strotmann *et al.*, (1997) ont mis en évidence certains avantages majeurs de l'utilisation d'une culture fixée. En effet, en augmentant la charge massique et la charge en ammonium il a été montré que le rapport entre le OUR exogène (autotrophes) et le OUR total augmente. Ces données montrent que les bactéries nitrifiantes peuvent facilement être adaptées à une forte charge d'ammonium.

Dans les travaux de Hu *et al.*, (2005), la respirométrie a permis de justifier l'importance de l'aération en continue durant l'étape de nitrification.

Correra *et al.*, (2003) font remarquer que si l'ammonium est complètement oxydé en nitrates, 75% de la consommation d'oxygène est nécessaire pour l'oxydation de l'ammonium en nitrites et 25% pour l'oxydation des nitrites en nitrates. Par conséquent, le taux de nitrification pourrait être calculé avec 25% de la consommation d'oxygène. Carrera *et al.*, (2003) suggèrent une distribution spatiale homogène à l'intérieur du biofilm, de part la faible différence entre les rapports des coefficients cinétiques de la nitrification et la nitrification.

Des mesures caractérisant les activités hétérométriques et autotrophiques des biomasses ont été réalisées en continue par de nombreux auteurs. Cette technique de mesure s'est révélée être un outil complet permettant de modéliser les réacteurs, d'évaluer les cinétiques de dégradation, de quantifier la distribution spatiale d'un biofilm en utilisant une micro-électrode le long du biofilm (Revsbech, 1989, Hibiya *et al.*, 2003), et enfin de pouvoir discriminer l'activité des bactéries hétérotrophes et autotrophes à l'intérieur d'un réacteur.

I.4 Conclusion

Cette synthèse bibliographique a permis de mettre en évidence l'importance de la caractérisation systématique de l'hydrodynamique d'écoulement et du milieu biologique dans un réacteur classique. La capacité de l'élimination du carbone et d'azote des réacteurs, dépend en effet des conditions de fonctionnement du réacteur (notamment de la composition de l'effluent, le temps de séjour hydraulique (TRH), la charge massique en carbone, la charge volumique en azote).

D'un point de vue procédé le type d'écoulement et de biofilm, l'aération sont autant de facteurs qui vont intervenir sur la performance des réacteurs. L'étude bibliographique a souligné les possibilités de mise en place de réacteurs présentant une zone anoxie avant des zones aérobies. Dans ce cas, l'aération est un facteur à considérer avec beaucoup d'attentions et de précautions car le coût d'exploitation est fortement lié à ce paramètre.

L'étude bibliographique montre également que les réacteurs à biomasse hybride peuvent répondre à des contraintes de traitement du carbone et de l'azote et l'introduction de supports biologique permet d'améliorer les performances de réacteur du type boues activées.

Notre étude va donc consister à montrer et optimiser les performances que l'on peut attendre d'un réacteur cascade avec support bactérien (RCBH) et s'inscrit dans l'amélioration de manière simple de la productivité et des performances des installations existantes en minimisant la production de boue.

II. : MATERIELS ET METHODES

Ce chapitre décrit les réacteurs biologiques utilisés dans cette étude et l'ensemble des moyens mis en œuvre pour caractériser leur fonctionnement et leur mise en œuvre ainsi que les analyses chimiques des eaux usées en amont et en aval.

II.1 Conditions opératoires

II.1.1 Pilotes

L'ensemble de l'étude a été réalisé en utilisant les deux réacteurs à boue activée représentés sur la figure II.1. Ils sont composés chacun d'un bassin d'aération et d'un décanteur secondaire (Figure II.2). Seule la configuration dans le bassin d'aération les différencie ainsi que la présence éventuelle d'un matériau support (garnissage plastique) maintenus ou non dans le bassin d'aération permettant ainsi d'obtenir les quatre configurations nécessaires à notre étude : réacteur parfaitement agité (RPA) avec (1) et sans garnissage (2), réacteur cascade avec (3) et sans garnissage (4).

Ces études ont été réalisées :

- Soit avec un effluent synthétique, les réacteurs étant installés au laboratoire. Dans ce cas les réacteurs sont initialementensemencés par de la boue activée issue du bassin d'aération de la station d'épuration de Limoges qui a une concentration moyenne en MES de 3 g.L^{-1}
- Soit avec des ERU, les pilotes étant dans ce cas installés sur le site de la station d'épuration de Limoges. L'eau est prélevée directement du bassin de stockage après le prétraitement (dégrillage, dessablage déshuilage).

Les expériences menées avec l'effluent synthétique ont pour objectif d'analyser les performances du réacteur dans des conditions « maîtrisées », en particulier sur la nature et la charge de l'effluent. L'objectif du passage au substrat réel est de valider les stratégies d'investigation et opérationnelle développées avec l'effluent synthétique.

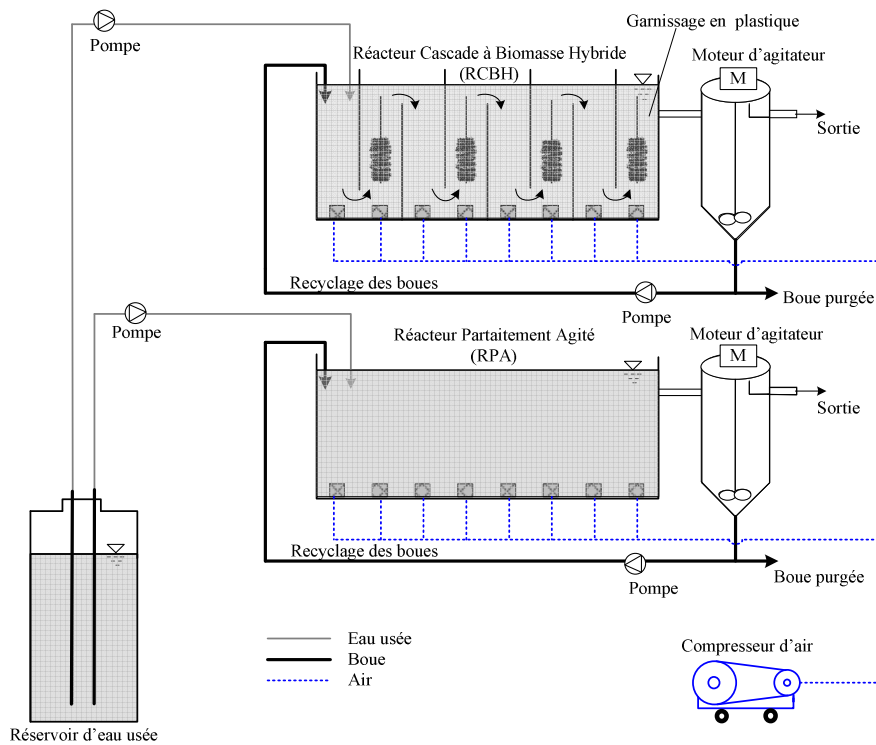


Figure II.1: Schéma du pilote

II.1.2 Dispositifs expérimentaux

II.1.2.1 Réacteurs biologiques

Les réacteurs (figure II.3) ont une forme parallélépipède rectangle en plexiglas. Leurs caractéristiques géométriques sont décrites tableau II.1. Huit diffuseurs d'air sont disposés parallèlement tous les 8 centimètres au fond du réacteur. L'air à l'intérieur du réacteur est fourni par des diffuseurs poreux, assurant un mélange local complet de la liqueur mixte en évitant la sédimentation de la matière dans le réacteur. Lors des expérimentations aérobies, la concentration en oxygène dissous a été maintenue entre 2,5 et 5,5 mg.L^{-1} par réglage des débitmètres. Une sortie est située à une hauteur de 20 cm afin d'obtenir un volume utile du

réacteur de 27,5 litres. Une pompe Masterflex permet l'alimentation en substrat et une deuxième, le recyclage des boues activées.



Figure II.2 : Photo du pilote utilisé

Le réacteur cascade (figure II.3a) est formé du même corps parallélépipède rectangle (tableau II.1) en plexiglas. Il est divisé à quatre compartiments par trois cloisons verticales, chacun des compartiments étant lui même divisé en deux par une cloison suspendue. Une pompe péristaltique Masterflex[®] de modèle 7518-10 permet le recyclage de la liqueur mixte (de la zone aérobie à la zone anoxie). Deux moteurs de 50 watts entraînent des agitateurs à 100 tours.min⁻¹ afin de mélanger la liqueur mixte dans les zones anoxies lors des expérimentations aérobie-anoxie du réacteur cascade.

II.1.2.2 Décanteur

La sortie du réacteur est dirigée vers un clarificateur (Figure II.1 et II.2) composé d'une base conique en PVC (15 cm de diamètre pour 7.5 cm de hauteur) et d'un corps cylindrique en plexiglas (15 cm de diamètre et 40 cm de hauteur). La surverse du réacteur est positionnée afin d'assurer un volume utile de 8,3 litres. Un moteur de 20 watts entraîne un agitateur à 5 tours.min⁻¹ afin d'homogénéiser la suspension. L'alimentation de chaque installation pilote se fait par le haut. Six pompes péristaltiques Masterflex[®] de modèle 7518-10 sont utilisées pour l'alimentation en effluent synthétique, en eau claire et pour le recyclage des boues.

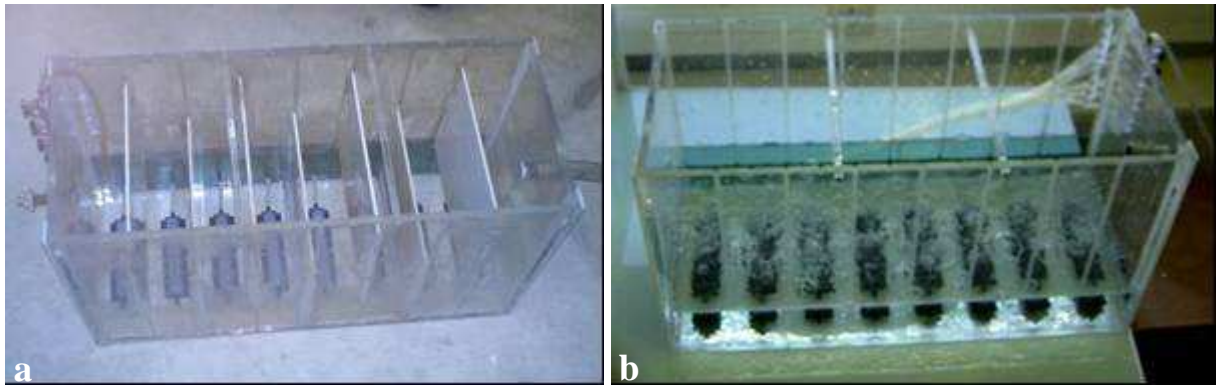


Figure II.3: vues internes du réacteur (a) avec et (b) sans cloison

Tableau II.1: Caractéristiques des dispositifs expérimentaux

Paramètre	Réacteur non cloisonné	Réacteur cloisonné
Dimension d'extérieur		
Longueur (cm)	58	58
Largeur (cm)	25	25
Hauteur (cm)	28	28
Volume total (L)	47	47
Volume efficace (L)	27,5	26,5
Nombre de compartiments	-	4
Volume d'un compartiment (L)	27,5	6,85
Niveau de l'eau (cm)	20	20
Nombre de cloisons fixées au fond	-	3
Nombre des cloisons suspendues	-	4
Dimension de cloisons (cm ²)	-	27×20
Ecartement de flux descendant ¹ (cm)	-	7,5
Ecartement de flux ascendant ² (cm)	-	7,5
Hauteur de passage au-dessous des cloisons (cm)	-	8
Volume du décanteur (L)	8,3	8,3

II.1.2.3 Garnissage

Un garnissage plastique (brosse) peut être maintenu dans chacun des réacteurs tel qu'illustré à la figure II.4. Chaque brosse a 5250 poils de 2 cm et de 0,4 mm diamètre soit une surface utile de 0,133 m². Les brosses étant disposées en série, la surface disponible développée est alors de 0,53 m² ou 1,06 m² selon la configuration.



Figure II.4 : Biofilm développé sur le garnissage

¹ downflow

² upflow

II.1.3 Caractéristiques de l'effluent

II.1.3.1 Alimentation en effluent synthétique

L'effluent synthétique a été constitué comme proposé par Lubbecke, (1994). Les caractéristiques de cet effluent sont rapportées sur le tableau II.2 ; la source de carbone est le glucose. Cette solution, concentrée à 4300 mg.L^{-1} de DCO, est diluée avant utilisation avec de l'eau afin d'obtenir la concentration en DCO souhaitée à l'entrée du réacteur. La gamme de concentration est échelonnée de 110 à 430 mg.L^{-1} pendant la phase d'adaptation (une semaine). Elle varie de 430 à 1000 mg.L^{-1} selon la charge appliquée pendant la manipulation avec l'effluent synthétique.

Les boues activées utilisées pour l'ensemencement ont été prélevées dans le bassin d'aération de la station d'épuration de Limoges. Ensuite, elles ont été diluées avec de l'eau de ville jusqu'à obtenir une concentration en MES proche de $3,0 \text{ g.L}^{-1}$.

Tableau II.2: Composition de l'effluent synthétique (DCO = 400 mg.L^{-1})

	(mg.L^{-1})
$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	375
$(\text{NH}_4)_2\text{Cl}$	93,5
$\text{MgSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$	21,5
CaCl_2	3,2
K_2HPO_4	18
$\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$	0,22
$\text{MnSO}_4, \text{H}_2\text{O}$	1

La mise en route des expérimentations avec le substrat synthétique a été faite selon la procédure suivante :

- Ouverture de l'air et remplissage du décanteur ;
- Dilution des boues afin d'obtenir une concentration proche de 3g.L^{-1} et charger le réacteur ;
- Fonctionnement du système pendant 12 heures avec aération et recyclage mais sans aucune alimentation ;

• Alimentation avec la solution à 100 mg.L^{-1} en DCO pendant 1 jour, de 200 mg.L^{-1} pendant 3 à 4 jours, 1 jour à 300 mg.L^{-1} et ensuite stabilisation de la DCO à 430 mg.L^{-1} . Durant cette période le TRH dans le bassin d'aération est maintenu à 10 heures et le taux de recyclage est égal à 1.

II.1.3.2 Alimentation en ERU

L'eau usée appliquée est de l'eau prétraitée. Cet effluent a des caractéristiques des ERU avec un apport minoritaire d'eau industrielle (abattoir). Le ratio effluent industriel par rapport à effluent domestique n'est pas fixe. Une caractérisation systématique de cet effluent a été réalisée deux à trois fois par semaine. Le tableau II.3 regroupe les concentrations moyennes en MES, DCO totale, DBO₅ totale, azote kjeldahl et ammonium durant les périodes de fonctionnement du réacteur.

Tableau II.3: Caractéristiques d'eau usée urbaine utilisée

paramètre	Valeur moyenne	Ecart-type
DCO totale (mg.L^{-1})	525	183
DBO ₅ totale (mg.L^{-1})	260	55
MES (mg.L^{-1})	219	109
NTK (mg.L^{-1})	50	9
N-NH ₄ (mg.L^{-1})	34	9
pH	7,35	0,63

Une pompe péristaltique Masterflex[®] a été asservie au temps pour le prélèvement des eaux usées. La figure II.5 présente la photo du bassin, où l'eau usée est prélevée 4 fois par jour par une pompe péristaltique et locale où le pilote a été installée. Cette eau est stockée dans un bassin tampon d'une centaine de litres. Le bac tampon est nettoyé tous les jours pour éviter l'accumulation des particules solides présentes dans l'eau usée.



Figure II.5: Photo (a) bassin de prélèvement des ERU (b) local d'installation du pilote sur la STEP de Limoges

II.1.3.3 Suivi des expérimentations

Les performances épuratoires des procédés ont été évaluées sur des échantillons instantanés, par les mesures de la demande chimique en oxygène (DCO) (totale, filtrée), de la demande biochimique (DBO_5) (totale), des matières en suspension (MES), et matières volatiles en suspension (MVS), de l'ammonium, des nitrates, de l'azote total (NT), azote kjeldahl (NTK), de la température, de l'oxygène dissous, du pH et par l'observation des microorganismes. Le tableau II.4 présente les conditions opératoires des deux réacteurs. Ces paramètres de contrôle sont vérifiés quotidiennement. Tous les essais ont été effectués à température ambiante (18-26°C).

Tableau II.4: Paramètres opératoire des réacteurs

Paramètres	Valeur
Débit d'alimentation ($L.h^{-1}$)	2,75-9,2
Débit d'aération ($L.h^{-1}$)	30-100
Temps de rétention hydraulique (h)	3-10
Âge des boues (j)	9-13
Oxygène dissous ($mg.L^{-1}$)	2,5-5,5
C_m ($kg\ DCO.m^{-3}.j^{-1}$)	0,3-5,36

II.2 La Distribution des Temps de Séjour (DTS) d'un système et modélisation

II.2.1 Définition (Leclerc *et al.*, 1995)

La technique de détermination des temps de séjour (DTS) consiste à utiliser un traceur dont on injecte une concentration donnée entrée dans le système et dont on suit en fonction du temps la concentration à la sortie. Les molécules marquées du traceur ne doivent avoir évidemment aucune interaction avec les substances contenues dans le système mais doivent être assez proches de celle-ci afin d'avoir les mêmes propriétés d'écoulement. Le traceur peut être injecté de trois manière différents : sous forme d'impulsion, d'échelon ou de façon quelconque.

Nous avons mis en œuvre une méthodologie injection-impulsion au cours de ce travail. Elle consiste à injecter dans un temps très court (injection dirac), une quantité donnée de traceur. Le traceur ne doit pas être injecté à très forte concentration pour éviter la formation de courants de convection naturelle transitoires résultant d'un écart de densité entre le traceur et le fluide.

Les hypothèses suivantes sont supposées vérifiées :

- Le fluide est incompressible,
- L'écoulement du fluide doit rester permanent,
- Le débit de fluide traversant le système est constant et permanent,
- La vitesse du fluide reste uniforme,
- Le système possède une seule entrée et une seule sortie à l'exclusion de toute fuite.

Le traceur utilisé dans cette étude est une solution de chlorure de sodium à 100 g L^{-1} dont 50 mL ont été injectés instantanément à l'entrée du réacteur, sous forme d'un dirac. La détection du signal en sortie des réacteurs est réalisée par une mesure conductimétrique et les valeurs sont exprimées en concentration de NaCl ($c(t)$). Les expériences sont menées durant

environ 3 fois le temps de rétention hydraulique des réacteurs (30 h). Le conductimètre utilisé est un conductimètre ponselle[®]. 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° C). L'erreur sur la mesure est de 0,5% pour une température de comprise entre -10 et 55°C.

L'étude de la DTS permet pour un réacteur donné quelconque, de définir son comportement et de déterminer les flux de matières et d'énergie. Cette étude permet également de mettre en évidence des dysfonctionnements du réacteur tels que les courts-circuits et les zones mortes.

Soit M la quantité de traceur injectée dans le débit Q .

La concentration $C(t)$ du traceur mesurée à la sortie peut être normée et exprimée par la fonction $E(t)$ qui représente la distribution des temps de séjour du fluide.

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t) dt} \quad \text{Équation II.1}$$

On a ainsi :

$$\int_0^{\infty} E(t) dt = 1 \quad \text{Équation II.2}$$

Parmi toutes les informations contenues dans la DTS, le calcul des moments de la distribution permettent d'atteindre à l'exclusion de toute modélisation des grandeurs telle que la valeur moyenne de la distribution, sa dispersion, etc. Le moment d'ordre (n) autour de l'origine est définie par la relation (Leclerc *et al.*, 1995)

$$\mu_n = \int_0^{\infty} t^n E(t) d(t) \quad \text{Équation II.3}$$

On a donc :

$$\mu_0 = \int_0^{\infty} E(t) . d(t) = 1 \quad \text{Équation II.4}$$

$$\mu_1 = \int_0^{\infty} t . E(t) . d(t) = \tau_s = \text{temps de séjour moyen} = \frac{V}{Q} \quad \text{Équation II.5}$$

où V est le volume accessible par le fluide.

$$\mu'_2 = \int_0^{\infty} (t - \tau_s)^2 . E(t) . d(t) = \sigma^2 \quad \text{Équation II.6}$$

μ'_2 est le moment centré d'ordre 2 et est égal à la variance de la distribution.

Une modélisation des écoulements a également été réalisée à l'aide du logiciel DTS. Le modèle est basé sur l'association d'un certain nombre de motifs élémentaires judicieusement choisis (réacteur piston, RPA, cascade de J RPA, etc.) et sur l'estimation de la DTS par détermination de la fonction de transfert. Les différents modules sont reliés entre eux par l'intermédiaire de nœuds et de branches où on notifie entre autres le débit de circulation de l'effluent.

II.3 Méthodes Analytiques

II.3.1 Analyse de la composition des boues (*MES* et *MV*)

On distingue trois types d'analyses pour caractériser les boues : les Matières Sèches (MS), les Matières En Suspension (MES) et les Matières Volatiles (MV). La différence entre les matières sèches et les matières en suspension réside dans les sels dissous, qui sont enlevés de l'échantillon, dans les MES, par centrifugation ou filtration.

II.3.1.1 Matière sèche (MS)

Pour obtenir la concentration en matières sèches, on place 25 mL de l'échantillon dans une capsule pré-tarée qui est mise à sécher pendant au moins 12 heures dans un four à 105°C. Pour chaque échantillon deux analyses sont effectuées et les résultats sont moyennés.

II.3.1.2 Matière en suspension (MES)

Deux tubes contenant 50 mL de boues sont centrifugés et pesés. La vitesse de rotation est fixée à 2800 tours par minute, et la centrifugation dure quinze minutes au moins. Ensuite, on élimine l'eau est éliminée et le culot est transféré dans une capsule pré-tarée. On laisse sécher dans un four à 105°C pendant 12 heures au moins. La moyenne entre les deux poids est calculée et le résultat est exprimé en g.L⁻¹.

II.3.1.3 Matière volatile (MV)

La détermination des Matières Volatiles se fait à partir de la MES. L'échantillon issu du dosage des MES est placé dans un four à 550 °C pendant deux heures. Puis, on pèse et par différence on obtient les matières volatiles, exprimées en g.L⁻¹.

II.3.1.4 L'Indice de Mohlman (IM)

L'Indice de Mohlman (IM) est défini comme étant le volume occupé par 1 gramme de boues après 30 minutes de décantation (équation II.9). Il est aussi connu sous l'appellation SVI (Sludge Volume Index). La différence entre les deux indices est l'interaction d'un facteur de dilution dans le calcul de SVI.

$$\text{Indice de Mohlman} = IM = \frac{V_{30}}{V_0 C_0} = \frac{H_{30}}{H_0 C_0} \quad \text{Équation II.7}$$

Une éprouvette de 1 litres en verre avec un diamètre interne de 6 cm et une hauteur de 34,5 cm est utilisée. L'Indice de Mohlman (IM) est calculé en divisant la hauteur après 30 minutes de décantation (H₃₀), par la concentration initiale (C₀) et par la hauteur initiale (H₀). Le résultat est exprimé en mL.g⁻¹.

II.3.2 Critères de pollution

La charge massique est le paramètre qui conditionne le flux polluant maximal admissible sur une station d'épuration. Elle impose le temps de séjour moyen des boues dans le système (noté SRT).

II.3.2.1 Charge massique appliquée

La charge massique (notée C_m) appliquée à une installation de traitement est définie comme le flux de DCO introduit (ϕ_{DCO}), ramené à la quantité de biomasse présente dans le bassin d'aération (MVS du réacteur) (Metcalf & Eddy, 2003). Elle est généralement calculée à partir d'une mesure ponctuelle de la concentration en boue comme le rappelle l'équation II.10. Sur notre installation expérimentale, cette mesure a été effectuée une fois par jour.

$$C_m = \frac{\phi_{DCO}}{[MVS]_{réacteur} \cdot V_{réacteur}} \quad \text{en } kg \text{ DCO} \cdot (kg \text{ MVS} \cdot j)^{-1} \quad \text{Équation II.8}$$

II.3.2.2 Mesure des quantités de boues

II.3.2.2.1 Masse de boue contenue dans le système

La masse de boue présente dans l'installation à un instant donné t (notée M_t boue) se compose de la masse de boue du bassin d'aération et celle contenue dans le décanteur de chaque installations pilote.

-Le bassin d'aération, la masse de boue qui y est présente est déterminée à partir d'une simple mesure du taux de boue (MES et %MVS) effectuée chaque jour dans la matinée. Le rythme de ces mesures a permis de stabiliser la charge massique appliquée,

-Le décanteur a fait l'objet d'une vidange quotidienne dans une cuve annexe. Après mélange, un échantillon représentatif a été prélevé pour mesurer la masse de boue qui y était contenue. Dans le cas de nos pilotes, la masse de boue présente dans les décanteurs n'est pas négligeable devant celle contenue dans le bassin d'aération.

II.3.2.2.2 Masse de boue évacuée du système

Pour maintenir une quantité de boue constante dans le système, des purges ponctuelles ont été effectuées quotidiennement. Les volumes extraits et les concentrations du mélange recueillis ont été à chaque fois mesurés. En plus des extractions de boues pratiquées pour contrebalancer la production de boue, la biomasse perdue par l'eau traitée est comptabilisée afin d'aboutir à la masse totale de boue évacuée du système sur une période donnée (entre t_0 et t_1) notée $\Delta M_{boue\ évacuée}^{t_0 \rightarrow t_1}$.

II.3.2.2.3 Evaluation de la production, de la répartition et de l'âge de boue

II.3.2.2.3.1 Production de boue

La masse de boue produite sur une durée donnée (entre t_0 et t_1) s'écrit selon l'Équation II.11.

$$\Delta M_{boue\ produite}^{t_0 \rightarrow t_1} = M_{boue}^{t_1} - M_{boue}^{t_0} + \Delta M_{boue\ évacuée}^{t_0 \rightarrow t_1} \quad (\text{en MVS}) \quad \text{Équation II.9}$$

En la ramenant au flux de DCO éliminé sur l'installation (noté $\varphi_{DCO}^{éliminé}$ et exprimé en g DCO), la production de boue, notée PB, s'écrit alors selon l'Équation II-12.

$$PB = \frac{M_{boue}^{t_1} - M_{boue}^{t_0} + \Delta M_{boue\ évacuée}^{t_0 \rightarrow t_1}}{\varphi_{DCO}^{éliminé}} \quad \text{en g MVS. gDCO}^{-1} \quad \text{éliminé} \quad \text{Équation II.10}$$

II.3.2.2.3.2 Répartition de la boue dans les bassins

Connaissant le taux de boue dans le bassin d'aération et la masse de boue présente dans le système, il a alors été possible d'en déduire avec précision la masse de boue du décanteur, ainsi que la répartition de la boue dans chaque bassin.

II.3.2.2.4 Âge des boues

L'âge moyen de la boue est calculé à partir de la masse totale de boue contenue dans les bassins et tient compte des pertes de biomasse avec l'effluent traité. Il a été calculé en divisant la masse de boue du système au moment de la vidange du décanteur par la masse de boues sorties pendant cette même période (extractions et pertes de MES avec l'eau traitée).

II.3.3 Méthodes de mesures

Dans cette partie les différentes méthodes chimiques employées pour la caractérisation des eaux usées avant et après traitement et les méthodes analytiques utilisées pour quantifier la dégradation des substrats lors des tests respirométriques y sont présentées.

Au préalable, tous les échantillons sont filtrés (diamètre des pores 0,45 et 1,2 μm Gf/C Whatman pour la DCO et la MES respectivement) pour retirer les matières colloïdales.

II.3.3.1 Analyses chimiques de pollution des eaux d'entrées et de sorties du pilote

Le tableau II.5 reporte les différentes méthodes de mesure utilisées pour évaluer les pollutions carbonées et azotées dans l'eau d'entrée et de sortie des réacteurs.

Les analyses de la DCO sont faites sur le surnageant qui a été obtenu par centrifugation, le perméat, et aussi sur la DCO totale et soluble de l'eau résiduelle d'alimentation. La mesure a été effectuée suivant la micro méthode Dr Lange.

Tableau II.5: Méthodes de mesure utilisées

Paramètre mesuré	Unité	Méthode
DCO totale et soluble	mg O ₂ .L ⁻¹	Méthode rapide Dr Lange : LCK 114 - LCK 414
DBO ₅	mg O ₂ .L ⁻¹	Oxytop®
Nitrate	mg N-NO ₃ ⁻ .L ⁻¹	Méthode rapide Dr Lange : LCK 339 - LCK 340
Azote ammoniacal	mg N-NH ₄ ⁺ .L ⁻¹	NFT 90-015 et Méthode rapide Dr Lange : LCK 303
Azote total	mg N.L ⁻¹	Méthode rapide DR Lange : LCK 338
Azote kjeldahl	mg N.L ⁻¹	Déduit

II.3.3.2 Mesures des paramètres physico-chimiques

La détermination de la concentration en oxygène dissous, dans les réacteurs a été réalisée à l'aide d'une sonde WTW multiliné P4. Les mesures ont été effectuées quotidiennement, dans le but d'observer une éventuelle insuffisance dans la concentration en oxygène dissous (facteur important pour le développement des bactéries filamenteuses). Le pH et la température sont également mesurés avec une sonde WTW multiliné P4.

II.3.4 Mesures de respirométrie

Les caractéristiques opératoires ont évoluées afin de mener à bien les tests respirométriques. Le débit d'analyse pour les deux réacteurs est de 2,7 L.h⁻¹ et le TRH (théorique) est de 10 heures. De plus, un recyclage des boues du décanteur est effectué. Le système d'alimentation en eaux usées reste inchangé. L'agitation est ajustée de manière à avoir une agitation faible pour ne pas apporter trop d'oxygène et éviter que les boues ne décantent. La mesure de la concentration en oxygène présente dans les réacteurs est fait par une sonde à oxygène Orbisphere[®] model 3600 installée dans les réacteurs et reliées à un ordinateur pour l'acquisition des données. La fréquence d'acquisition est variable et dépend de la stabilité de la mesure.

II.3.4.1 Principe des mesures respirométriques (Le Bonté, 2003)

La vitesse de consommation en oxygène (OUR: Oxygen Uptake Rate) est calculée en réalisant un bilan massique sur l'oxygène dissous dans le réacteur :

$$\frac{dC}{dt} + OUR = k_l a (C_s - C) \quad \text{Équation II.11}$$

où C représente la concentration en oxygène dissous dans le réacteur (mg.L⁻¹), C_s celle à saturation et k_la le coefficient de transfert massique de l'oxygène (S⁻¹). OUR (mg.L⁻¹.s⁻¹) est divisé en deux composantes :

- OUR_{end} : vitesse de consommation d'oxygène endogène due à la dégradation des substrats lentement biodégradables, ou à l'auto-oxydation.
- OUR_{exo} : vitesse de consommation d'oxygène exogène correspondant à la dégradation des substrats rapidement biodégradables.

En considérant l'existence des deux types de respiration, l'équation (II.13) devient :

$$\frac{dC}{dt} + OUR_{end} + OUR_{exo} = k_l a (C_s - C) \quad \text{Équation II.12}$$

OUR_{end} correspond à la pente de la droite après coupure de l'aération (figure II.6). Sans aération, l'équation (II.14) devient :

$$\frac{dC}{dt} + OUR_{end} = 0 \quad \text{Équation II.13}$$

La courbe de ré-aération permet de déterminer C_s et $k_l a$ par ajustement numérique à partir d'une méthode des moindres carrés en utilisant le logiciel Matlab[®]. Pour cela il est supposé que les microorganismes ont consommé tous les substrats rapidement biodégradables :

$$\frac{dC}{dt} + OUR_{end} = k_l a (C_s - C) \quad \text{Équation II.14}$$

II.3.4.1.1 Protocole de déroulement d'un test respirométrique

La sonde est placée dans le réacteur et l'agitateur est mis en marche. Après stabilisation de la mesure (environ 20 minutes), on débute l'acquisition des données. Ensuite après 5 minutes, on coupe l'aération jusqu'à obtenir une concentration en oxygène dissous dans le réacteur proche de $3,5 \text{ mg.L}^{-1}$ (figure II.6). Cette phase permet d'évaluer la vitesse de consommation en oxygène dissous utilisé par les bactéries, présentes dans le réacteur, en

absence de substrat jusqu'à saturation (OUR_{end}). Ensuite on procède à une réoxygénation permettant d'évaluer la concentration en oxygène dissous à saturation (C_s) et le coefficient de transfert massique de l'oxygène (k_{1a}).

La seconde partie du test respirométrique se déroule en deux temps, avec maintien de l'aération. Dans un premier temps, 25 mL d'acétate de sodium à 8 g.L^{-1} (200 mg C) sont injectés, pour permettre l'observation de l'activité des bactéries hétérotrophes par une diminution de la concentration en oxygène dissous (OUR_{exoH}). Une fois que l'acétate de sodium est consommé, la concentration en oxygène dissous augmente. Dans un second temps, on procède de la même manière en injectant 20 mL de chlorure d'ammonium à $4 \text{ g N-NH}_4.\text{L}^{-1}$ (80 mg N) dans le réacteur, afin d'observer l'activité des bactéries autotrophes nitrifiantes. Ainsi, on obtient la vitesse de consommation d'oxygène utilisé par les bactéries autotrophes nitrifiantes (OUR_{exoA}). Une campagne de mesure en ligne est réalisée à l'intérieur des réacteurs. Après injection d'acétate de sodium, le COT est mesuré sur des prélèvements de 6 mL. Ces prélèvements sont filtrés, pour obtenir l'évolution de la dégradation du carbone organique dissous à l'intérieur du réacteur.

De même, après injection de chlorure d'ammonium, l'azote ammoniacal est mesuré sur échantillons filtrés par la méthode de Nessler et les nitrates formés par la méthode rapide Dr Lange (LCK 340).

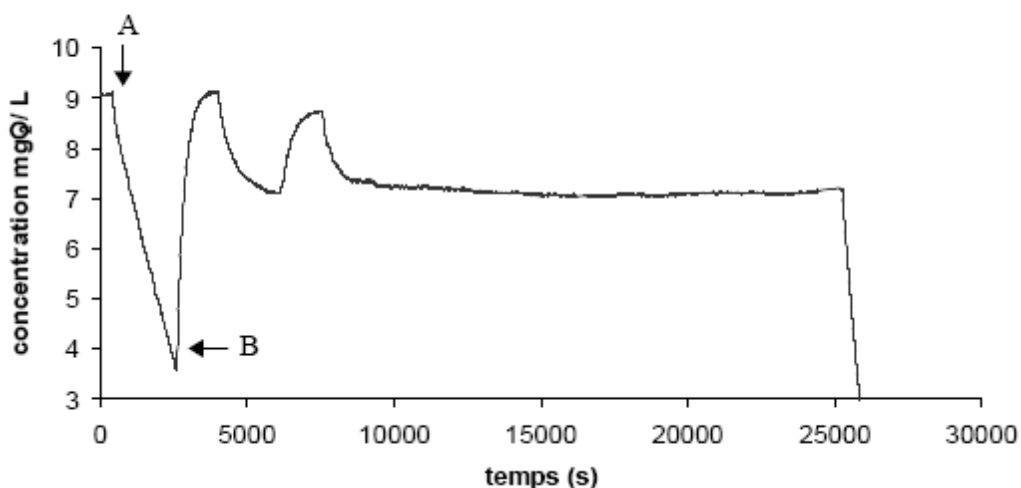


Figure II.6: Respirogramme d'une expérience type, A: coupure de l'aération, B : remise de l'aération

II.3.4.1.2 Contraintes expérimentales

La méthode respirométrique comporte certaines contraintes qui conditionnent la qualité du résultat. Plusieurs paramètres sont à prendre en compte :

- le temps de réponse et la dérive des sondes : la dérive est associée au vieillissement de la membrane de la sonde.

- la présence de bulles à la surface des sondes : pendant et lors de la coupure de l'aération, il arrive que des bulles restent collées à la surface de la sonde malgré l'agitation. Cette présence engendre une perturbation du signal et une erreur sur la mesure des concentrations. Ce phénomène provoque une imprécision de la mesure. Pour éviter cela il est nécessaire d'incliner la sonde.

- l'agitation : la sonde absorbe de l'oxygène au voisinage de la membrane. Si le milieu n'est pas ou peu agité, les valeurs sont sous-estimées par rapport à la concentration réelle dans le milieu. Il faut donc mettre en place une agitation suffisante pour permettre le renouvellement de l'oxygène à la surface.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1 Caractérisation des réacteurs

L'objectif de cette partie du travail est de caractériser le comportement des réacteurs en utilisant les déterminations de la Distribution des Temps de Séjour (DTS), ainsi qu'une étude réspirométrique dans les réacteurs ensemencés.

III.1.1 Modélisation hydraulique des réacteurs

Cette partie concerne la caractérisation hydrodynamique des installations pilotes. L'étude a été réalisée sur des réacteurs qui ne diffèrent que par la configuration de la partie aération. Rappelons que l'analyse de la DTS permet, pour un réacteur donné, de définir son comportement hydraulique et également de mettre en évidence les dysfonctionnements des réacteurs tels que les courts-circuits et les zones mortes. La conductivité a été suivie à raison d'une mesure toutes les 20 secondes.

III.1.1.1 Temps de séjour

En exploitant les résultats obtenus selon le protocole défini au chapitre II, la comparaison du temps de séjour moyen (τ_s) et du rapport $\tau = V_0/Q_0$ permet de déterminer la présence de courts-circuits ou des zones mortes selon les différentes conditions expérimentales.

On peut noter qu'il existe de légères zones mortes (inaccessibles au fluide) dans les différents compartiments du réacteur cascade, d'autant plus importante que le débit Q_0 est faible, bien que la forme des courbes obtenues ne soit pas caractéristique de la présence de réelles zones mortes.

Cette remarque va dans le même sens que les calculs qui montrent que les zones mortes sont très faibles. Le débit de court-circuit Q_c est de 0,1 et 0,16 L.h⁻¹ dans le C1 sans et

avec garnissage respectivement. Dans le RPA, on peut noter qu'il existe une légère zone morte qui est due certainement à un mauvais mélange (effectué par bullage).

De faibles différences sur les volumes injectés ou sur la concentration initiale de la solution mère du traceur peuvent entraîner une légère différence sur la hauteur des pics, bien que le protocole expérimental ait été rigoureusement respecté.

Tableau III.1: Synthèse des résultats de l'étude hydrodynamique pour $Q_0=2,7 \text{ L.h}^{-1}$

Volume du réacteur (L)	Temps de passage $\tau=V_0/Q_0$ (hr)	Q estimé (L.h ⁻¹)	Q _c /Q ₀ (%)	Temps de séjour moyen τ_s (h)	Volume utile (L)	V (%)	Volume mort (L)	J calculé
RC								
C1 6,62	2,46	2,6	3,7	2,55	6,86	+3,62	-	-
C1+C2 13,25	4,91	2,8	-	4,74	12,80	-3,46	0,46	-
C1+C2+C3 19,87	7,63	2,7	-	7,36	19,16	-3,5	0,70	-
Total 26,5	9,81	2,9	-	9,15	24,72	-6,7	1,78	3,63
RPA								
27,5	10,18		-	9,51	25,69	-6,58	1,81	-
RCBH								
C1 6,62	2,46	2,54	6,06	2,61	7,02	+6,1		-
C1+C2 13,25	4,91	2,92	-	4,53	12,22	-7,7	1,03	-
C1+C2+C3 19,87	7,63	2,65	-	7,49	19,50	-1,86	0,37	-
Total 26,5	9,81	2,88	-	9,21	24,88	-6,11	1,62	3,89
RPA BH								
27,5	10,18	2,92	-	9,43	25,47	7,38	2,03	-

Afin de caractériser les DTS avec garnissage et estimer l'influence des garnissages, la figure III.1 présente les courbes de DTS dans les différents compartiments du réacteur cascade obtenues avec un débit de $2,7 \text{ L.h}^{-1}$ et 4 brosses en plastique dans chacun des réacteurs (une dans chaque compartiment).

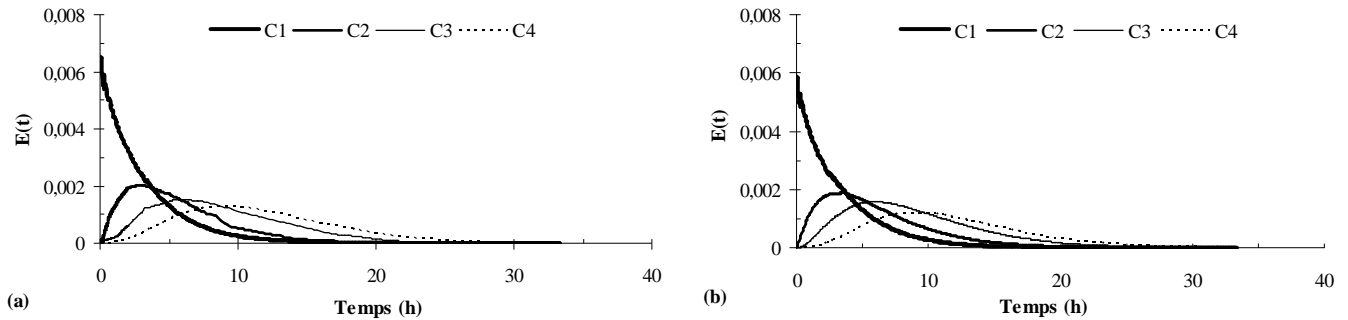


Figure III.1: Courbes de DTS (a) dans le (RC) et (b) RCBH

On ne constate pas de différences notables entre les deux essais. Cela signifie que les garnissages n'ont peu d'influence sur l'écoulement.

III.1.1.2 Simulation des DTS

L'utilisation du logiciel de simulation de DTS a permis de déterminer le comportement des réacteurs et de définir ses équivalences en termes de réacteurs idéaux (cf. chapitre II). Ce logiciel permet de construire une représentation de l'écoulement par la construction d'un système établi sur l'addition de module de réacteurs parfaits positionnés en cascade ou en parallèle. Le nombre de RPA mis en série qui simuleraient au mieux le réacteur est estimé par le nombre J égal à : $J = \mu_1^2 / \mu'_2$

Où : μ_1 : le temps de séjour calculé et μ'_2 : la variance normée de la DTS

Dans le but de limiter les expériences, seule la simulation des 4 RPA en série a été effectuée. Pour la simulation, le temps de séjour employé est celui correspondant à la DTS obtenue expérimentalement et le débit est celui d'alimentation du réacteur (en $L \cdot h^{-1}$). La simulation suppose que le réacteur cascade est assimilable à J réacteurs en série sans court circuit ni volume mort. Le nombre de RPA en série déterminé par simulation (J) est de 3,63 dans la série de réacteurs sans garnissage et de 3,89 avec garnissage (tableau III.1).

La figure III.2 présente les courbes de DTS dans chaque compartiment du réacteur cascade et dans le RPA. Globalement, l'allure des courbes montre des mélanges parfaits dans chacun des compartiments du réacteurs, aboutissant à un signal dispersif pour la totalité du réacteur, signal caractéristique d'un réacteur à écoulement à tendance « piston ».

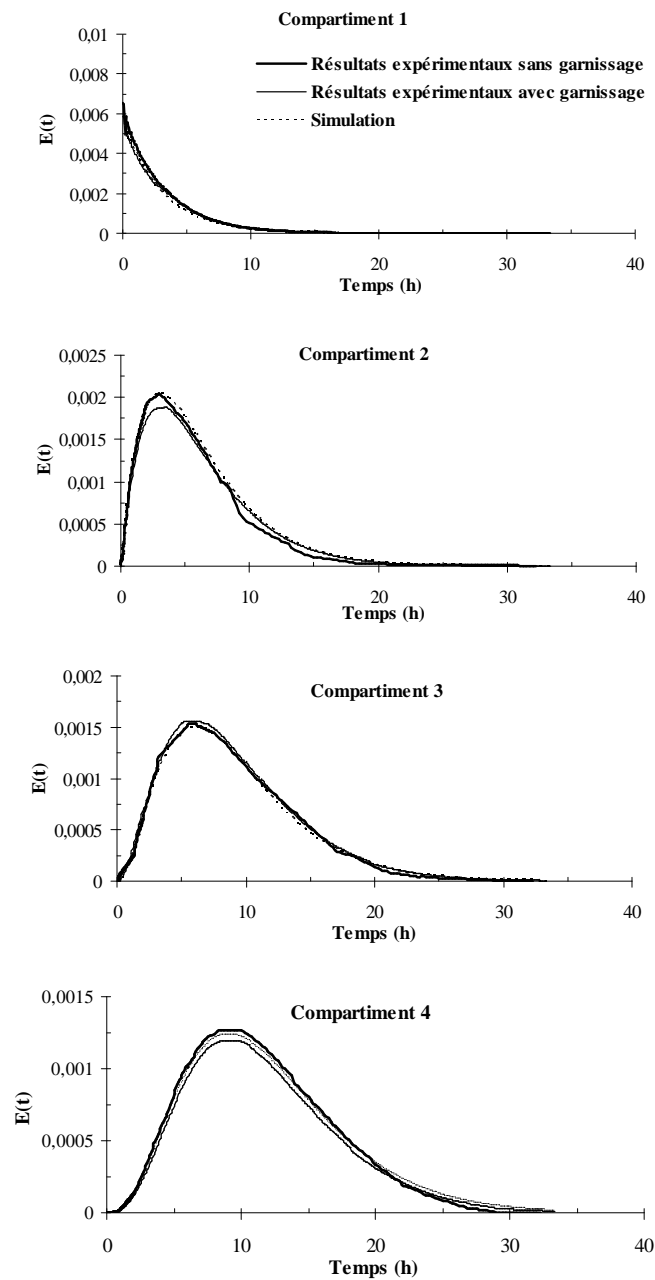


Figure III.2: Courbes de DTS des expériences et des simulations pour les différents compartiments des réacteurs cascades (RC et RCBH)

La dénomination RPA au réacteur non cloisonné semble justifiée. La faible différence entre les courbes obtenues sans garnissage et avec garnissage confirme que la présence du

garnissage a une influence faible sur les courbes de DTS parce que le volume de garnissage par rapport au volume total est négligeable .

La figure III.3 présente les courbes DTS dans le réacteur parfaitement agité avec et sans garnissage. A l'aide de ces résultats, on peut affirmer que le garnissage a une influence négligeable sur l'écoulement.

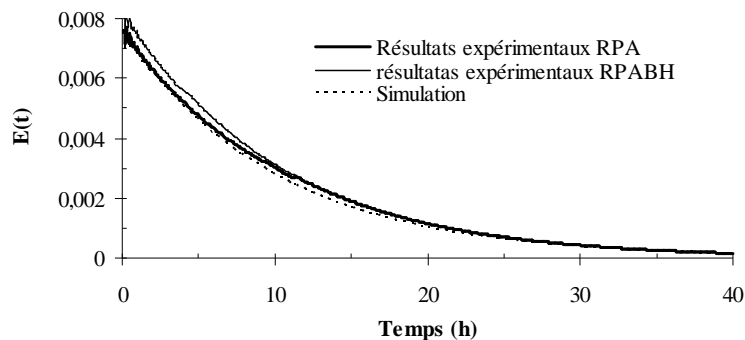


Figure III.3 : Courbes de DTS des expériences et des simulations des réacteurs parfaitement agités (RPA et RPABH)

III.1.1.3 Influence du garnissage sur l'hydrodynamique

On remarque ainsi que la présence du garnissage dans les réacteurs (cf. figures III.2 et III.3) ne semblent pas avoir d'influence significative sur l'allure des courbes de DTS notamment sur la position du pic et sur la traînée. La figure III.4 montre que le garnissage a une influence négligeable sur le temps de séjour moyen (τ) dans les différents compartiments du réacteur cascade.

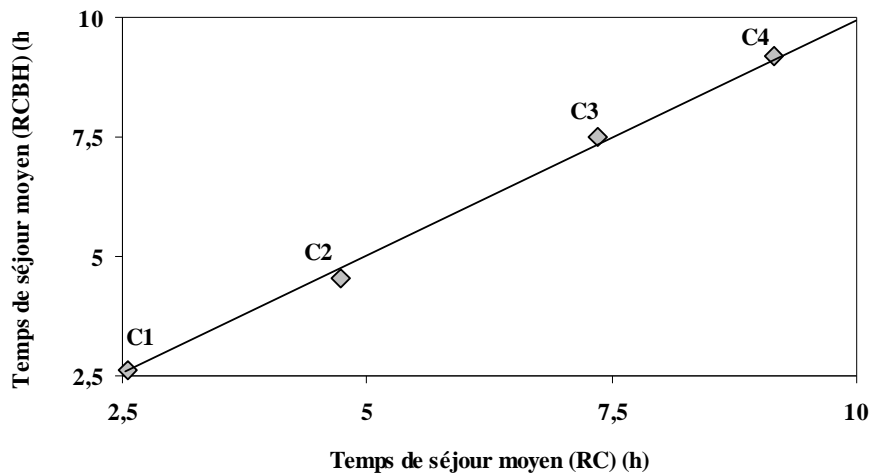


Figure III.4: Influence du garnissage sur le temps de séjour moyen (τ) dans les différents compartiments du réacteur cascade.

Le garnissage semble cependant avoir une légère influence sur la dispersion axiale. Le paramètre Pe , homogène à un critère de Péclet est déterminé pour un débit de $2,7 \text{ L.h}^{-1}$. Sa valeur est de 4 et 4,33 pour le réacteur cascade sans et avec garnissage respectivement. De même, les valeurs sont de 0,25 et 0,28 pour le RPA sans et avec garnissage respectivement.

III.1.2 Mise en place d'un protocole de respirométrie

Les objectifs de cette partie du travail sont, d'une part de valider l'utilisation des techniques respirométriques pour l'estimation rapide de l'activité métabolique de bactéries fixées comparativement à des bactéries libres, et d'autre part d'évaluer, dans les mêmes configurations, les activités hétérotrophiques et autotrophiques.

La première partie porte sur la mise en place d'un protocole de respirométrie permettant d'évaluer les activités bactériennes dans les réacteurs à culture libre et hybride. La seconde partie met en pratique ce protocole afin de caractériser l'activité de la culture fixée. Enfin, la méthodologie mise en place sera validée sur les pilotes à culture libre et hybride.

III.1.2.1 Déroulement du test respirométrie

III.1.2.1.1 Principe

Les essais respirométriques ont été exécutés en quatre étapes, directement dans le réacteur selon la procédure décrite dans le chapitre II.

Nous avons choisi de maintenir l'aération afin de minimiser le stress bactérien et de n'être jamais limitant lors de l'oxydation de ce substrat. Cependant cela nécessite l'optimisation du débit d'oxygène pour pouvoir caractériser de manière graphique l'activité bactérienne. Les premières expérimentations ont permis de fixer ce débit pour une concentration de substrat connue. La modélisation de l'activité prend alors en compte l'expression du transfert d'oxygène soit $[k_{1a} (C_S - C)]$, le terme k_{1a} étant déterminé pour chaque tests respirométriques. Différentes sources de carbone peuvent être utilisées qu'ils s'agissent de sucres, d'acides gras volatils, ou directement d'eaux usées. Les substrats sont introduits en excès.

Afin d'estimer la respiration exogène effectuée par les bactéries autotrophes deux techniques sont possibles: soit un volume d'azote ammoniacal est introduit afin de favoriser la nitrification, soit on inhibe celle-ci par l'ajout d'ATU. Les différents paramètres fournis par l'interprétation des courbes respirométriques sont le k_{1a} , les OUR_{end} et OUR_{exo} .

III.1.2.1.2 Source de carbone utilisée

Le carbone injecté dans une expérience de respirométrie sert de substrat facilement assimilable aux bactéries, afin de déterminer la vitesse de consommation de l'oxygène.

L'étude bibliographique montre que l'on peut utiliser le glucose, l'acétate ou l'eau usée (Le Bonté, 2003).

La figure III.5 compare le pourcentage d'oxydation du glucose et d'acétate introduit dans les différents réacteurs lors de tests respirométriques tous les cinq jours pendant 20 jours sur les pilotes à culture libre et fixée. Remarquons que selon le protocole utilisé, le temps de dégradation étant fixé, l'oxydation des substrats peut s'avérer incomplète.

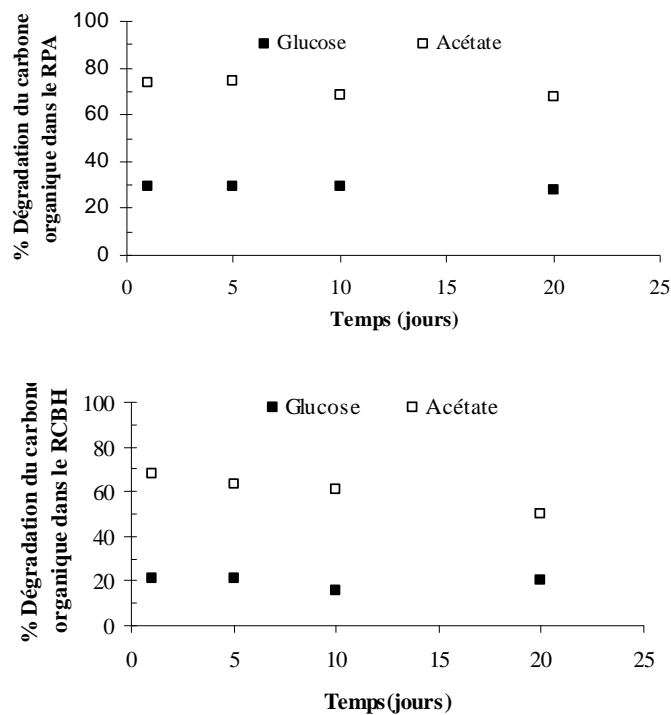


Figure III.5: Évolution de la dégradation des différentes sources de carbone utilisées dans le RPA et RCBH.

Les pourcentages d'oxydation du carbone organique dissous dans le RPA et le RCBH sont respectivement de 70% et 60% pour l'acétate de sodium, et 27% et 19% pour le glucose.

Il est donc préférable d'utiliser l'acétate de sodium comme source de carbone organique, sa dégradation étant plus rapide.

III.1.2.1.3 Utilisation d'un inhibiteur

L'utilisation d'un inhibiteur de nitrification tel que l'allythiourée (ATU) nous permet d'une part d'estimer la vitesse de consommation d'oxygène dissous utilisée pour la dégradation du carbone et de l'azote (OUR_{total}) et d'autre part la vitesse de consommation de l'oxygène dissous utilisée par les bactéries actives hétérotrophes (OUR_{exoH}). Par différence, la vitesse de consommation de l'oxygène dissous utilisée par l'activité des bactéries autotrophes nitrifiantes (OUR_{exoA}) est évaluée. Nous avons testé cette méthode lors des tests respirométriques sur eaux usées, cependant la concentration faible en substrat azoté des ERU de Limoges ne rend pas indispensable l'utilisation de l'ATU. De plus, cette méthode présente des inconvénients pour un suivi continu. : L'emploi d'ATU empêche la recirculation des boues pouvant inhiber les bactéries hétérotrophes (Spanjers et Vanrolleghem, 1995).

III.1.2.1.4 Consommation du substrat (NH_4Cl) en fonction du temps

La concentration en NH_4Cl mesurée dans le milieu liquide est présentée sur la figure III.6. Nous pouvons constater qu'après l'injection du substrat (à $4g.L^{-1}$), la concentration en NH_4Cl chute de 22,8 à $15,4 mg.L^{-1}$ dans un temps court de 17 minutes. Les analyses montrent que le substrat a été consommé en petite quantité ($\sim 4 mg.L^{-1}$) et rapidement. L'ajout de substrat induit une consommation rapide de l'oxygène qui s'est trouvé limitant pour l'oxydation des composés injectés.

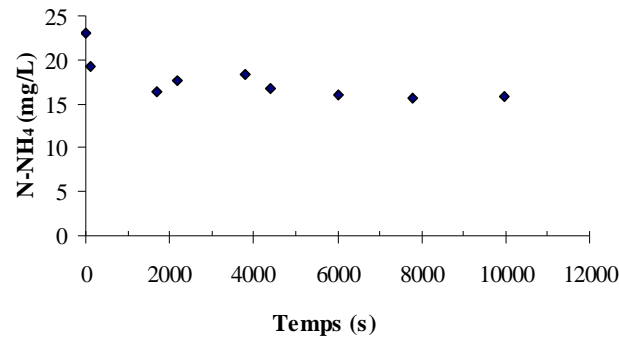


Figure III.6: Évolution de N-NH₄⁺ au cours du temps

III.1.2.2 Validation du protocole

Le protocole décrit au chapitre II est utilisé pour estimer d'autre part la biomasse active dans chaque réacteur pour tenter d'évaluer les quantités théoriques de bactéries hétérotrophes et autotrophes et leur variation en fonction du temps d'expérimentation.

III.1.2.2.1 Estimation de la biomasse active dans chaque réacteur

Les figures III.7 et III.8 décrivent l'évolution des vitesses de consommation d'oxygène par les bactéries hétérotrophes et autotrophes obtenus par des tests respirométriques lors du suivi pendant 20 jours de réacteur à culture libre et fixée (RPA et RCBH). On constate que le OUR_{exoH} augmente avec le temps dans le réacteur RCBH à la différence du RPA montrant ainsi une activité des bactéries hétérotrophes fixées plus importante que celles des bactéries libres.

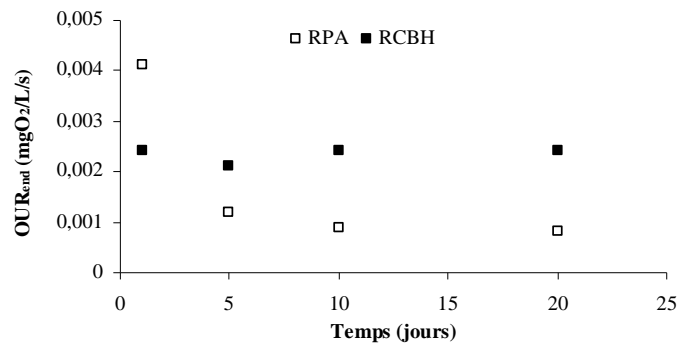


Figure III.7: Vitesse de consommation de l'oxygène par les bactéries hétérotrophes

L'OUR_{exoA} diminue légèrement dans les deux réacteurs mais est plus important dans le RCBH (figure III.8). Ces expériences montrent que l'utilisation d'une biomasse fixée permet l'augmentation de l'activité bactérienne globale, activité pouvant être caractérisée par le protocole développé.

La valeur du OUR_{end} n'a pas variée significativement au cours du temps et est en moyenne supérieure pour les bactéries fixées (0,0024 et 0,001 mg O₂. (L.s)⁻¹ pour le RCBH et le RPA respectivement).

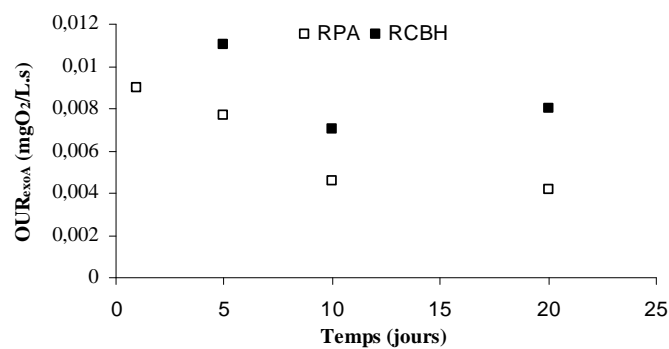


Figure III.8: Vitesse de consommation de l'oxygène par les bactéries autotrophes nitrifiantes

III.1.2.2.2 Évaluation des bactéries hétérotrophes et autotrophes

Les concentrations en biomasse active théoriques des différentes bactéries ont été calculées. D'après les équations d'Henze *et al.*, (1986) citées dans Ochoa *et al.*, (2002), les concentrations théoriques en biomasse active peuvent être calculées à partir des OUR_{exoH} et OUR_{exoA} selon les équations III.1 et III.2 :

$$X_H = \frac{Y_H}{(\mu_H (1 - Y_H))} * OUR_{exoH} \quad \text{Équation III.1}$$

$$X_A = \frac{Y_A}{(\mu_A (4,57 - Y_A))} * OUR_{exoA} \quad \text{Équation III.2}$$

L'injection des valeurs cinétiques et stoechiométriques, données dans le tableau III.2, dans les équations III.1 et III.2, associées aux résultats présentés dans les figures III.7 et III.8 aboutissent à l'évolution des concentrations théoriques des bactéries hétérotrophes et autotrophes au cours du temps présentées figures III.9 et III.10.

Tableau III.2: Valeurs des paramètres stoechiométriques et cinétiques Henze *et al.*, (1986) citées dans Ochoa *et al.*, (2002)

Paramètre stoechiométriques		
Y_A	0,24	
Y_H	0,67	
Paramètres	Cinétiques à 20 °C	Facteur de correction de température
$\mu_A (J^{-1})$	0,8	1,103
$\mu_H (J^{-1})$	6,0	1,072

L'exploitation des concentrations selon les travaux précités montreraient que le réacteur à culture libre, s'il contient lors du test une quantité moins importante de bactéries que le réacteur à culture fixée, a une proportion de bactéries hétérotrophes plus importante tandis que le réacteur à culture fixée contient une proportion plus importante de bactéries autotrophes. La nitrification dans le réacteur à culture fixée sera de meilleure qualité que dans le réacteur à culture libre.

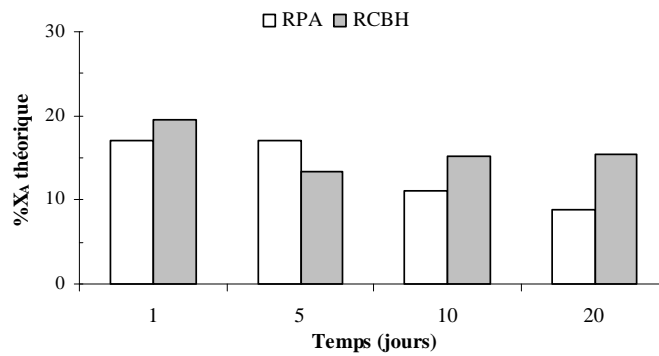


Figure III.9: Pourcentage théorique de bactéries hétérotrophes au cours du temps

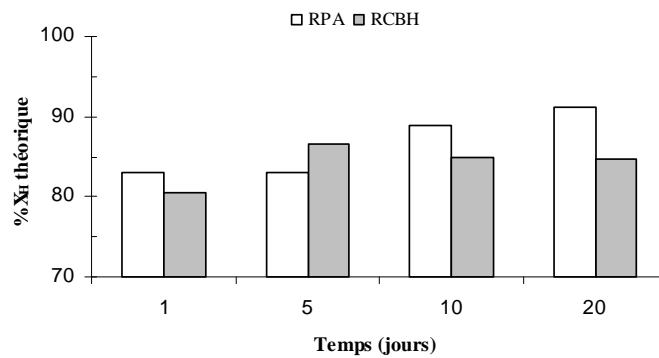


Figure III.10: Pourcentage théorique de bactéries autotrophes au cours du temps

III.1.2.2.3 Concentration théorique de biomasse dans une culture hybride

Si l'on considère que dans le réacteur à biomasse hybride une fraction de bactéries libres se développe dans la phase liquide agité, la différence entre la concentration théorique d'une culture libre et d'une culture hybride (figures III.11 et III.12) permet d'estimer très grossièrement la concentration des bactéries autotrophes et hétérotrophes au sein du biofilm. La figure III.11 rapporte ces concentrations théoriques.

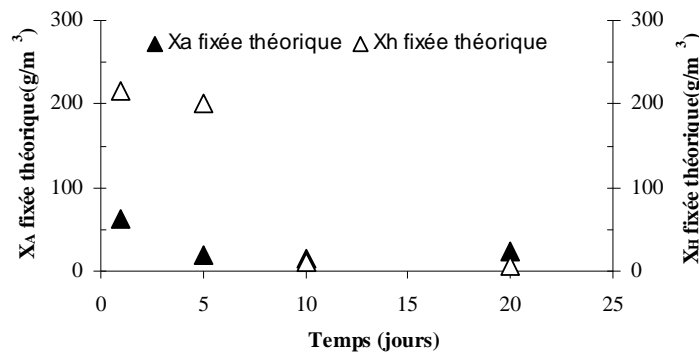


Figure III.11: Estimation de la concentration théorique de la biomasse active dans le biofilm

La distribution de la biomasse active entre le biofilm et la biomasse libre contenues dans le réacteur à biomasse hybride est présentée dans la figure III.12.

Les valeurs obtenues pour la fraction théorique de biomasse fixée sur le biofilm montrent que dans les premiers temps de l'expérimentation, les concentrations de bactéries autotrophes et de bactéries hétérotrophes sont réparties dans le biofilm avec une proportion comprise entre 40% et 50%. La proportion théorique de biomasse hétérotrophe fixée diminue au cours du temps contrairement à celle des bactéries autotrophes.

L'hypothèse de l'évolution de l'épaisseur du biofilm et d'un détachement de la biomasse hétérotrophe à fort taux de croissance à la surface du biofilm pourrait expliquer cette évolution de la distribution des activités. Comme nous l'avons vu dans la bibliographie

(Chapitre I), les biomasses fixées à la surface du biofilm sont préférentiellement des bactéries ayant un fort taux de croissance (hétérotrophes), tandis que les bactéries autotrophes (à faible taux de croissance) croissent plus particulièrement au coeur du biofilm, moins sujet au décrochage. Au jour de fonctionnement 10, la fraction théorique des bactéries hétérotrophes est de 5% et se stabilise à cette valeur.

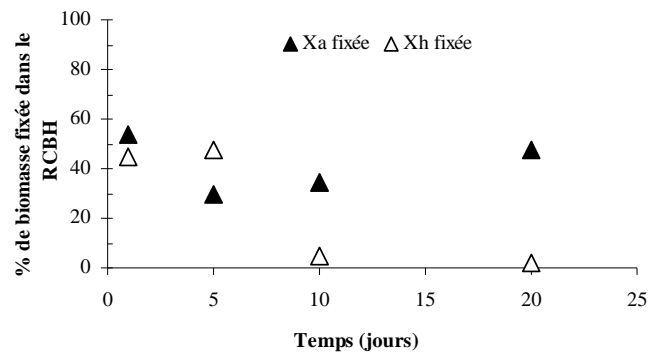


Figure III.12: Pourcentage théorique de bactéries hétérotrophes et autotrophes fixées sur le biofilm dans une culture hybride

La respirométrie nous permet alors d'estimer la fraction théorique de bactéries actives hétérotrophes et autotrophes et d'évaluer le temps nécessaire pour que le biofilm atteigne sa phase de stabilisation. Cette durée dépend de la quantité de substrat disponible dans le milieu.

III.1.2.3 Application aux réacteurs hybrides (RPABH et RCBH)

III.1.2.3.1 Respirogramme du RPA

Les essais respirométriques ont été réalisés sur les RPABH et RCBH. La figure III.13 représente le respirogramme obtenu dans le RPABH.

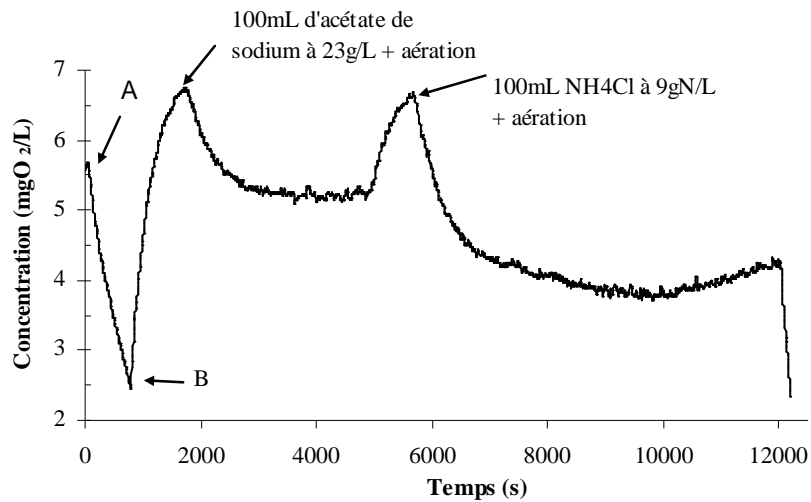


Figure III.13: Respirogramme du RPABH : A: coupure de l'aération; B: remise de l'aération

Les résultats obtenus (tableau III.3) sont similaires aux valeurs trouvées lors des expériences faites sur le pilote de laboratoire. La respiration exogène hétérotrophe est inférieure à la respiration exogène autotrophe. Pour les deux expériences, la biomasse des RPABH est composé à 80% de bactéries hétérotrophes et 20% de bactéries autotrophes, selon les calculs présentés précédemment.

Tableau III.3: Résultats des essais respirométriques sur les RPABH

RPABH (STEP de Limoges)			RPABH (Laboratoire)		
OUR _{end}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0041	OUR _{end}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0035
OUR _{exoH}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0135	OUR _{exoH}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0101
OUR _{exoA}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0163	OUR _{exoA}	(mg.L ⁻¹ .s ⁻¹)	0,0155
K _{1a}	(s ⁻¹)	0,0031	K _{1a}	(s ⁻¹)	0,0043
X _H théorique	(g.m ⁻³)	164,3	X _H théorique	(g.m ⁻³)	122,9
X _A théorique	(g.m ⁻³)	40,7	X _A théorique	(g.m ⁻³)	38,7

III.1.2.3.2 Respirogrammes des différents compartiments du RCBH

Les essais respirométriques réalisés sur le RCBH se sont déroulés compartiment par compartiment, pour prendre en compte l'écoulement au sein du réacteur et afin d'évaluer l'activité bactérienne dans chacun des compartiments (figure III.14).

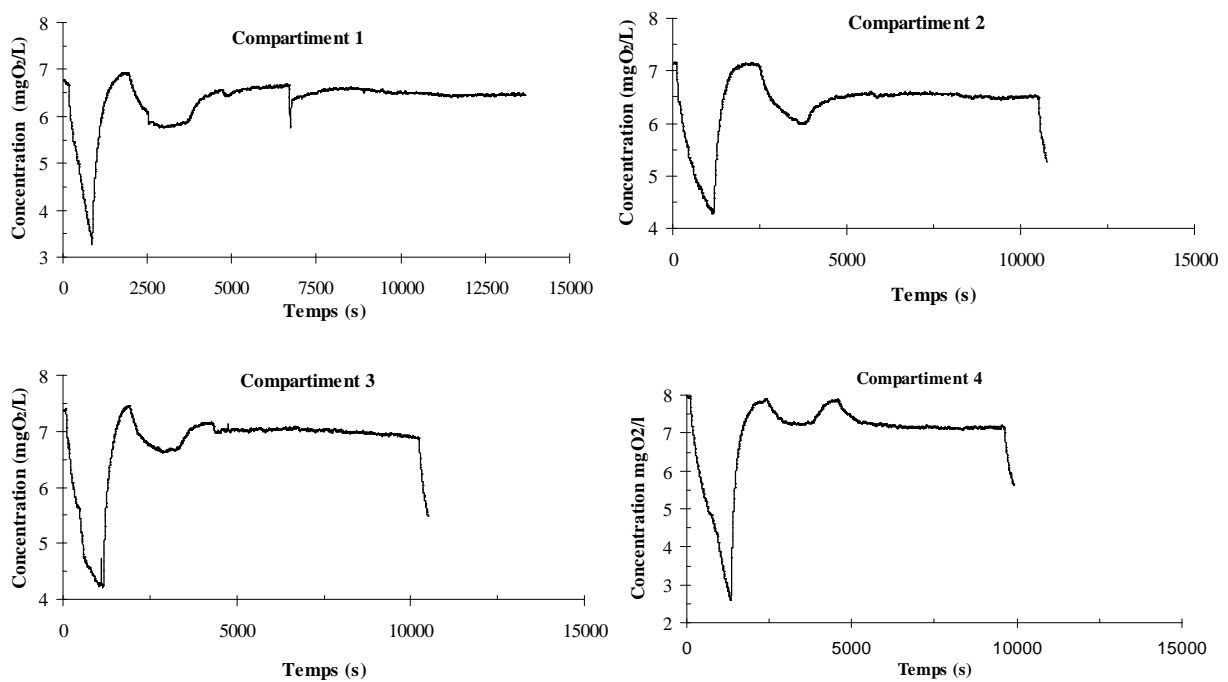


Figure III.14: Respirogrammes des différents compartiments du RCBH

Les résultats suivants présentés sur les figures III.15 et III.16 montrent les variations de respiration dans les différents compartiments du RCBH. On remarque que le premier compartiment (lieu de la recirculation) et le dernier compartiment a une forte respiration endogène. Deux explications sont envisageables: le phénomène est causée soit par la présence de substrat lentement biodégradable, soit par une concentration en biomasse plus importante que dans les autres compartiments. De plus, les respirations exogènes sont élevées dans le premier compartiment et sont faibles dans le dernier compartiment. L'hypothèse la plus

probable est la présence d'une concentration plus élevée en biomasse active dans le premier compartiment concomitamment à l'ajout de substrat rapidement biodégradable. Il est probable que les bactéries du premier compartiment ont un métabolisme « habitué » à l'oxydation d'un substrat hautement fermentescible. Les bactéries du dernier compartiment sont moins réactives à la présence d'un substrat exogène.

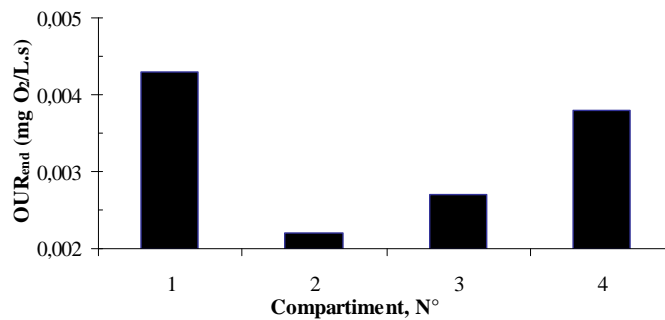


Figure III.15: Respiration endogène dans les différents compartiments du RCBH

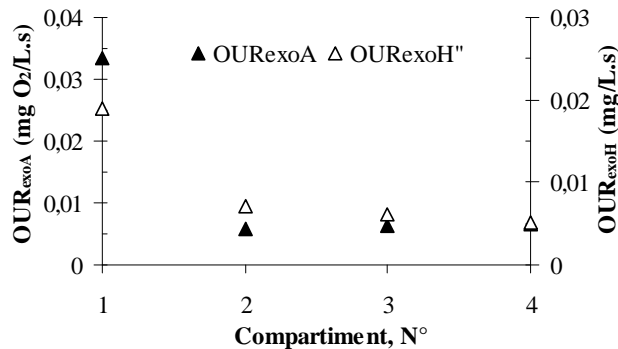


Figure III.16: Respiration exogène dans les différents compartiments du RCBH

La figure III.17 montre l'estimation des bactéries hétérotrophes et autotrophes dans chaque compartiment. Le premier compartiment a effectivement une concentration plus élevée en biomasse active, composé à 550 mg.L^{-1} de bactéries hétérotrophes et à 200 mg.L^{-1} de bactéries autotrophes contenues dans le réacteur cloisonné à culture fixe (tableau III.4). La majeure partie de la pollution est épurée dans ce compartiment tandis que la croissance des bactéries actives est limitée par le substrat dans les trois autres compartiments. Les résultats du dernier compartiment confirment bien notre hypothèse.

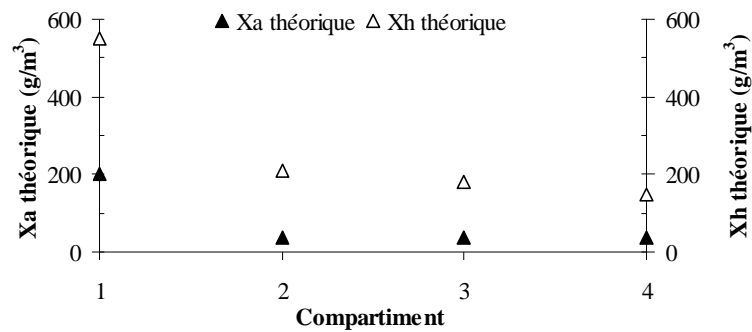


Figure III.17: Concentration théorique des deux biomasses dans chaque compartiment

Tableau III.4: Résultats de l'essai respirométrique dans le RCBH

Compart.	OUR _{end} (mg O ₂ .(L.s) ⁻¹)	OUR _{exoH} (mg O ₂ .(L.s) ⁻¹)	OUR _{exoA} (mg O ₂ .(L.s) ⁻¹)	k _{1a} (s ⁻¹)	X _h (mg.L ⁻¹)	X _a (mg.L ⁻¹)
1	0,0043	0,0189	0,0333	0,0053	552,56	199,33
2	0,0022	0,0071	0,0059	0,0054	207,57	35,31
3	0,0027	0,0062	0,0063	0,0062	181,26	37,71
4	0,0038	0,0051	0,0065	0,0067	149,10	38,9

III.1.2.3.3 Comparaison des biomasses dans le réacteurs

La connaissance du volume de chaque compartiment permet d'estimer grossièrement la masse totale théorique des différentes biomasses dans le réacteur cloisonné (RCBH). La figure III.18 présente ces résultats et les compare à ceux du réacteur parfaitement agité avec biofilm (RPABH). Les proportions des différentes bactéries dans les deux réacteurs à culture fixée sont sensiblement les mêmes. Le cloisonnement ne modifie pas la répartition de la biomasse mais les performances sont améliorées. Cependant, il se pourrait que le

cloisonnement qui impose un flux ascendant et descendant change la densité et la porosité du biofilm.

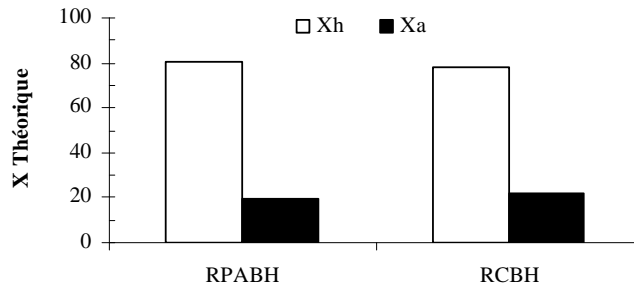


Figure III.18: Concentration théorique des deux biomasses dans les réacteurs RCBH et RPABH

III.1.3 Conclusion

A l'aide de ces résultats, on peut affirmer que le réacteur cascade à biomasse hybride (RCBH) est assimilable à des RPA disposés en cascades sans court circuit ni volume mort. Le nombre de réacteurs obtenu expérimentalement est respectivement de 3.63 et 3.89 pour le réacteur cascade sans et avec garnissage. Les courbes de DTS dans chaque compartiment du réacteur cascade et dans le RPA montrent que le garnissage ne modifie pas de manière significative l'allure des courbes DTS théoriques, notamment la position du pic et la traînée dans le cas du réacteur cascade. La faible différence entre les courbes obtenues sans garnissage et avec garnissage est liée à la faiblesse du volume de garnissage par rapport au volume total.

Les tests respirométriques réalisés montrent la présence d'une concentration en biomasse plus importante dans le réacteur hybride composée d'une proportion de bactéries autotrophes élevée contrairement au réacteur à culture libre, permettant ainsi une nitrification importante. L'interprétation des résultats a révélé la présence d'une biomasse plus importante dans le premier compartiment avec la présence de 550 mg.L^{-1} de bactéries hétérotrophes et de

200 mg.L⁻¹ de bactéries autotrophes. Les autres compartiments présentent une concentration moindre en biomasse en raison d'une croissance limitée par la quantité de substrat. De plus, la présence de cloison ne permet pas d'accroître la concentration en biomasse mais augmente les performances épuratoires.

III.2 Résultats expérimentaux obtenus sur l'effluent synthétique

III.2.1 Objectifs

Une étude expérimentale a initialement été menée en laboratoire afin d'évaluer les performances de l'élimination biologique du carbone et de la nitrification. L'influence des principaux paramètres de fonctionnement a été recherchée afin d'optimiser le procédé.

La littérature suggère l'importance de la conception du réacteur biologique notamment de l'hydrodynamique de celui-ci avec notamment l'influence du caractère piston de son écoulement sur le développement de bulking filamenteux. Ainsi, nous avons étudié l'impact du cloisonnement d'un RPA sur son fonctionnement.

D'autre part, un garnissage a été introduit dans le réacteur cascade (RC) afin de développer une biomasse fixée dans le bassin d'aération. Ce nouveau réacteur est référencé RCBH pour « réacteur cascade à biomasse hybride ».

L'impact de l'ensemble de la configuration (cloisonnement et introduction du biofilm) sur la performance du RPA a été étudié avec notamment la performance de la nitrification dans le RCBH en fonction de la charge volumique en azote.

III.2.2 Méthode

L'installation expérimentale pilote a fait l'objet de deux séries d'expérimentations en régime stabilisé avec un effluent synthétique. Des suivis ont permis d'acquérir des données sur l'élimination du carbone, sur la performance de la nitrification ainsi que sur la biomasse impliquée pour différentes charges massiques supérieures à la valeur généralement admise de $0,1 \text{ kgDBO}_5 \cdot (\text{Kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$.

L'observation de la réponse biologique consécutive à la modification d'un paramètre de fonctionnement a nécessité l'obtention d'un fonctionnement stabilisé pendant une durée suffisante. Les charges appliquées ont été ajustées quotidiennement par un calcul utilisant une mesure ponctuelle du taux de boue. Lors de nos campagnes expérimentales, des périodes d'une durée de six à huit semaines ont été aménagées au cours desquels les principaux paramètres ont été maintenus constants. Le fonctionnement est dit « stabilisé » lorsque les performances de traitement du carbone et de l'azote sont stables. Alors, les performances sont considérées comme conditionnées aux paramètres appliqués au système.

III.2.3 Impact de l'hydrodynamique du réacteur à boue activée sur la performance du procédé

III.2.3.1 Conditions de fonctionnement appliquées

Alimentée par un effluent synthétique, les installations expérimentales ont fonctionnées dans des conditions opératoires stabilisées. L'impact de l'hydrodynamique du réacteur est évalué vis-à-vis des capacités épuratoires du carbone et de l'azote et de la décantabilité des boues. Des charges massiques moyennes de 0,29, 0,55 et 0,73 $\text{kg DBO}_5 \cdot (\text{Kg}$

MVS. $j)^{-1}$ et une charge volumique constante de $74 \text{ mg N. (L. j)}^{-1}$ ont été appliquées. L'âge de boue est de 13 jours, et le temps de séjour hydraulique (TRH) de 10 h. L'installation est alimentée par un effluent à 31 mg N.L^{-1} pendant 113 jours.

La performance sur le traitement du carbone a été utilisée pour indiquer l'activité hétérotrophique et a été estimée par les analyses de la DCO en entrée et en sortie de réacteurs. La DCO totale (DCO_T) a été utilisée pour contrôler la concentration en entrée des réacteurs. Les échantillons en sortie ont été filtrés afin de minimiser l'influence de MES sur les valeurs de la DCO en sortie des réacteurs. Ainsi, les mesures de la performance de traitement du carbone reportées ici sont indicatives de l'efficacité d'élimination de la DCO soluble et dégradable d'une eau usée.

III.2.3.2 Évolution de la DCO

III.2.3.2.1 Évolution de la DCO en fonction de l'hydrodynamique et de la charge massique

Les conditions opératoires sont identiques pour les deux réacteurs (cf. tableau II.4). La performance épuratoire de la DCO de chaque réacteur est calculée par l'équation III.3 :

$$\% DCO_{\text{éliminée}} = \left(1 - \frac{DCO_{\text{sortie}}}{DCO_{\text{entrée}}}\right) \times 100 \quad \text{Équation III.3}$$

Les concentrations en DCO mesurées en entrées et sorties des réacteurs au cours de 113 jours d'opération du 06/05/2004 au 27/08/2004, dans le RPA et le RC sont présentées sur la figure III.19 pour les différentes charges massiques appliquées. Pour une charge massique moyenne de $0,29 \text{ kg DCO. (Kg MVS. j)}^{-1}$, les valeurs de la concentration en DCO en sortie des réacteurs sont peu différentes. À charge massique moyenne de $0,55 \text{ kg DCO. (Kg MVS. j)}^{-1}$, la DCO moyenne en sortie du RPA est de $65 \pm 12 \text{ mg.L}^{-1}$ et celle du RC est de 38 ± 8

mg.L⁻¹. À charge massique moyenne de 0,73 kg DCO (Kg MVS. j)⁻¹, la DCO moyenne en sortie des réacteurs sont de 112±7 et de 72±6 dans le RPA et le RC respectivement.

Selon la figure III.19 on peut conclure que le passage d'un réacteur parfaitement agité à une cascade de 4 RPA, permet d'améliorer le traitement du carbone dans un système à boue activée, notamment dans le cas de charges massiques fortes.

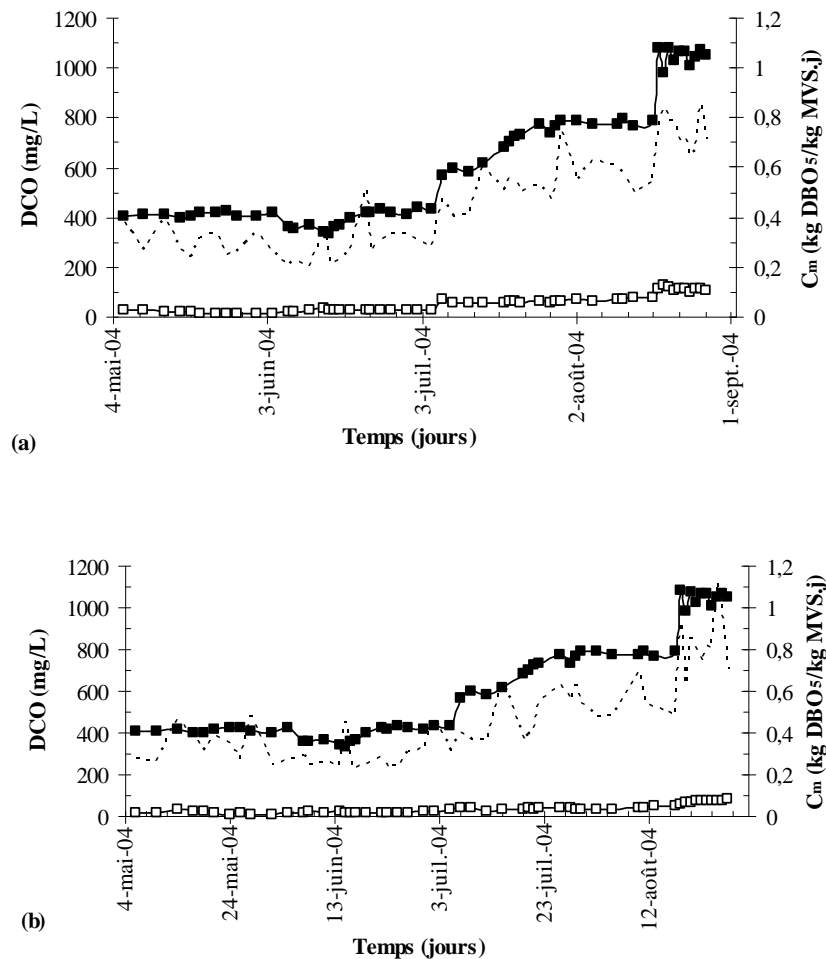


Figure III.19: Variations de la DCO soluble en entrée (■) et sortie (□) en fonction de la charge massique (---) dans le RPA (a) et le RC (b)

Le tableau III.5 récapitule les rendements d'abattement de la DCO soluble obtenus dans les deux réacteurs en fonction de la charge massique. Azimi *et al.*, (2006), montrent également, avec des conditions opératoires identiques, que la performance d'un réacteur

cascade de 5 RPA (un RPA divisé en 5 compartiments avec des cloisons fixées au fond du réacteur) est meilleure que celle d'un RPA classique.

Tableau III.5: Abattement moyen de la DCO aux différentes charges massiques dans le RPA et RC

	$C_m = 0,29$ kg DBO ₅ . (Kg MVS. j) ⁻¹		$C_m = 0,55$ kg DBO ₅ . (Kg MVS. j) ⁻¹		$C_m = 0,73$ kg DBO ₅ . (Kg MVS. j) ⁻¹	
	Moyenne. (mg.L ⁻¹)	%DCO éliminée	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO éliminée	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO éliminée
RPA	23 (±7)	94 (±2)	65(±13)	91 (±2)	112 (±7)	89 (±1)
RC	20 (±5)	95 (±1)	38 (±8)	94 (±1)	72 (±6)	93 (±1)

III.2.3.2.2 Evolution de la DCO au long du RC

L'élimination de la DCO au long du RC (dans les différents compartiments) en fonction de la charge massique a été étudiée. Les résultats sont reportés dans le tableau III.6. La figure III.20 montre que l'essentiel de la consommation du substrat est effective dans le premier compartiment : 70%; 75% et 58% de la consommation totale dans le RC pour les charges massiques respectives de 0,29 ; 0,55 et 0,73 kg DCO (Kg MVS. j)⁻¹. On peut noter qu'avec l'augmentation de la charge massique le rendement de l'abattement de la DCO dans le premier compartiment a diminué.

Tableau III.6: Concentration moyen de la DCO en fonction de la charge massique au long du RC

DCO (mg.L ⁻¹)	C _m kg DBO ₅ . (Kg MVS. j) ⁻¹		
	0,29	0,55	0,73
Entrée	400±29	720±78	1046±32
C1	118±15	227±41	437±85
C2	56±7	120±18	200±38
C3	36±14	75±15	138±23
C4	27±9	51±9	85±8
Sortie	20±5	38±6	72±6

Roche (1989) rapportent que quelle que soit la charge massique appliquée, l'essentiel de la consommation de la DCO est obtenu dans le premier étage de la cascade de 5 RPA (88,2% ; 92,4% ; 93,1% et 94,2% pour des charges massiques de 0,1 ; 0,2 ; 0,3 et 0,4 kg DCO (Kg MVS. j)⁻¹ respectivement).

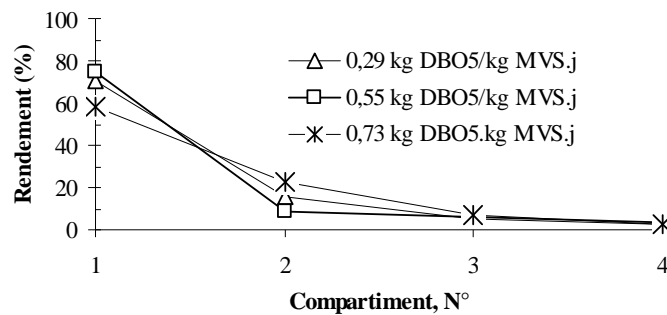


Figure III.20: Rendement moyen de l'élimination de la DCO au long du RC en fonction de la charge massique

III.2.3.3 Décantabilité et production de boues

III.2.3.3.1 Evolution de la décantabilité des boues

La Figure III.21 présente l'évolution des matières en suspensions (MES) et le pourcentage des matières volatiles (MV) dans les deux réacteurs. On peut voir que la plupart des valeurs en MES varie entre 2 et 3,5 g.L⁻¹ pour les deux réacteurs.

L'indice de Mohlman (IM) est principalement destiné à la caractérisation des boues biologiques. Pour la même boue, l'indice de Mohlman dépend en partie des caractéristiques géométriques de l'éprouvette d'essai, mais surtout de la concentration initiale des boues. C'est pourquoi, il est recommandé si nécessaire de diluer au préalable la boue avec de l'eau épurée pour que le volume final soit voisin de 250 ml (dans une éprouvette d'un litre) (mesure du SVI) (Metcalf et Eddy, 2003). Des boues activées de bonne décantabilité possèdent des indices de Mohlman de 50 à 100 mL.g⁻¹ (Metcalf & Eddy, 2003). Des indices de Mohlman supérieurs à 150 mL.g⁻¹ sont souvent reliés à la présence de bactéries filamenteuses dans la boue (Metcalf & Eddy, 2003).

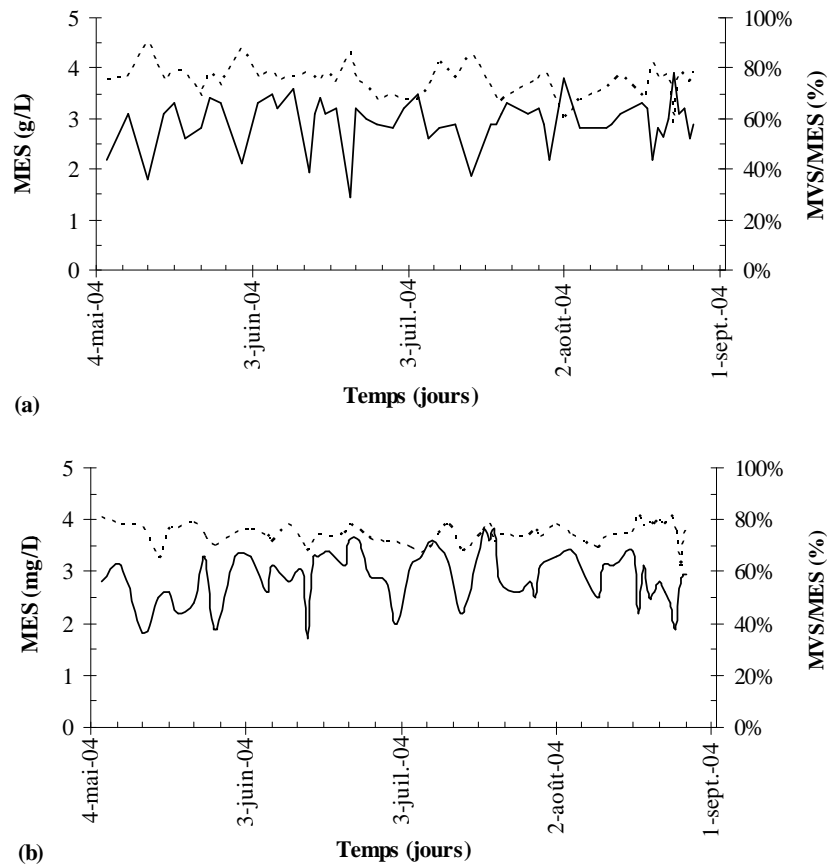


Figure III.21: Variation de la matière en suspension (MES) (—) et du pourcentage de la matière volatile (MV) (---) dans le RPA (a) et RC (b)

La figure III.22 présente les variations de l'indice de Mohlman (IM) et des MES dans les deux réacteurs. Au cours de nos expérimentations, une augmentation de l'indice de Mohlman est observée et le phénomène est associé à une défloculation des boues. L'utilisation d'un effluent synthétique préparé avec du glucose favorise, dans bien des cas, le développement des bactéries filamenteuses (Metcalf & Eddy, 2003). On peut voir que la qualité des boues dans le RC est « meilleure » que dans l'autre réacteur. Les variations de l'indice de Mohlman dans le RC et les différentes charges massiques sont réduites. À charge massique moyenne de $0,29 \text{ kg DCO. (Kg MVS. j)}^{-1}$, l'indice de Mohlman dans le RC est acceptable ($< 150 \text{ mL.g}^{-1}$). Cependant, on remarque que l'indice de Mohlman augmente avec l'augmentation de la charge massique. L'indice de Mohlman aux charges massiques fortes de $0,55$ et $0,73 \text{ kg DCO. (Kg MVS. j)}^{-1}$ a augmenté dans les deux réacteurs à cause d'un

« bulking » lié à la croissance anormale des bactéries filamenteuses. L'augmentation de l'indice de Mohlman s'explique également par le mauvais ratio nutriments par rapport à la concentration en microorganismes. À charge massique moyenne, l'indice de Mohlman dans le RPA montre une mauvaise décantabilité (229 ± 20) qui s'accroît pour les charges massiques supérieures : 263 ± 33 et 336 ± 39 pour les charges massiques de 0,55 et 0,73 kg DCO. (Kg MVS. j^{-1}) respectivement.

Roche (1989) ont montré que la décantation des boues dans une cascade de 5 RPA est meilleure que dans un RPA unique, quelque soit de la charge massique appliquée.

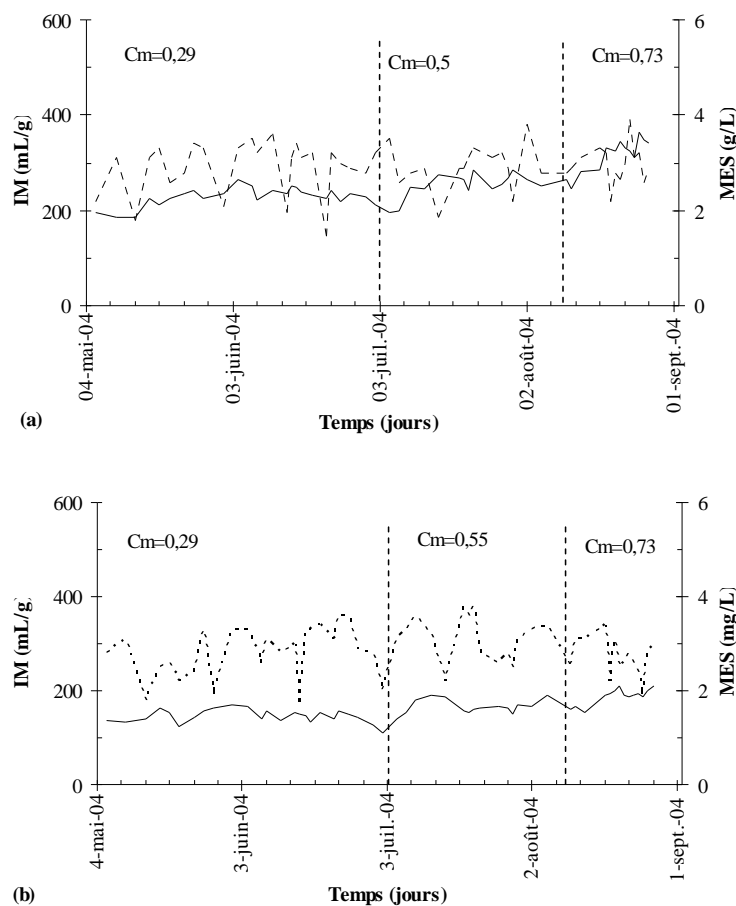


Figure III.22: Variation de l'Indice Mohlman (IM) (—) et des matières en suspension (MES) (- -) dans le RPA (a) et le RC (b) en fonction de la charge massique

III.2.3.3.2 Production de boue « hétérotrophe »

Même si les concentrations en éléments solubles sont voisines de celles des effluents d'origine domestique, l'effluent synthétique utilisé ne comporte aucune matière en suspension. La production de boue biologique dans nos réacteurs n'est donc pas représentative d'un procédé de traitement d'effluents urbains. Elle a cependant été déterminée, puis les valeurs ont été confrontées aux valeurs habituellement rencontrées sur des stations urbaines.

La Figure III.23 représente l'évolution en fonction du temps de la production de boue mesurée sur les installations pilotes comme décrit au II.3.2.2.2.

Les valeurs de production de boue obtenues sont comprises entre 0,21 et 0,53 g MVS/g DCO dégradée pour le RPA et de 0,21 et 0,44 pour le RC, soit 0,43 et 1,08 MES/g DBO₅ dégradée et 0,43 et 0,90 MES/g DBO₅ dégradée pour le RPA et RC respectivement (en prenant le ratio de 1,54 de DCO/DBO₅ pour l'effluent synthétique et un pourcentage moyen de matière volatile de 75%).

Pour des installations alimentées par des effluents réels fonctionnant en faible charge, les valeurs de production de boues suivantes sont proches de celles que nous avons mesurées (Eckenfelder et Grau, 1992) : 0,65 à 0,85 g MES/(g DBO₅ dégradée) selon que l'installation soit équipée ou non de prétraitement.

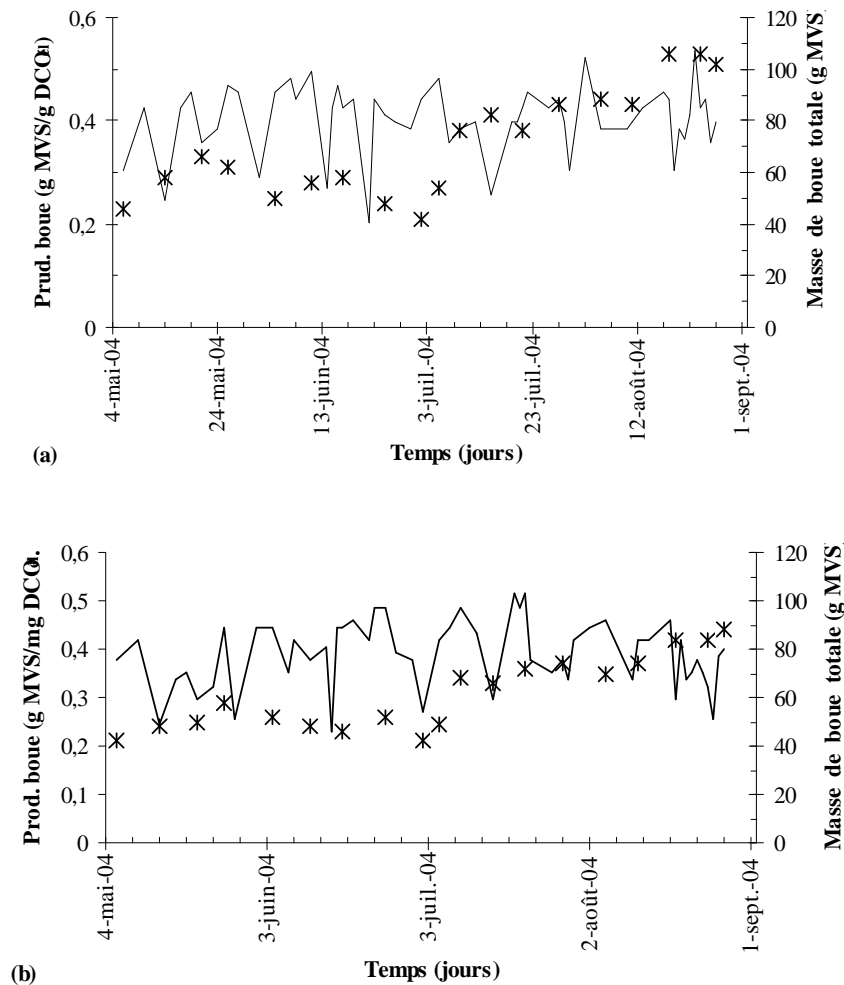


Figure III.23: Variation de la production de boue (x) et variation de la MES (—) dans le RPA (a) et le RC (b)

III.2.3.4 Performances de nitrification

L'amélioration des performances de nitrification est un objectif important de cette étude. La mesure des concentrations en azote ammoniacal et en nitrates dans des échantillons d'entrée et de sortie a permis d'accéder à la masse d'azote éliminée dans le système.

La Figure III.24 présente les résultats relatifs à l'abattement d'azote ammoniacal, obtenus pendant cette durée expérimentale dans les réacteurs RPA et RC. Telle qu'illustrée, la concentration en $N-NH_4$ à l'entrée s'est maintenue sous une concentration de 40 mg.L^{-1}

durant l'expérimentation. La nitrification a généré des concentrations en nitrates allant jusqu'à 11 et 13 mg.N.L⁻¹ respectivement dans le RPA et RC. L'efficacité de l'élimination de l'azote ammoniacal a diminué avec l'augmentation de la charge massique.

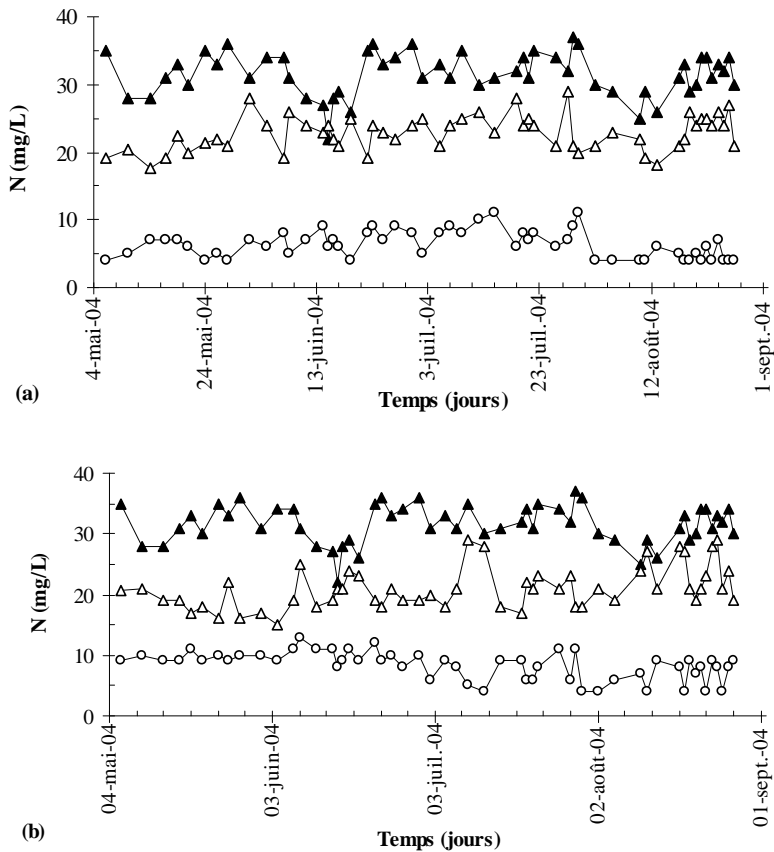


Figure III.24: Variation de l'azote ammoniacal en entrée (▲), sortie (Δ) et nitrate (○) dans le RPA (a) et le RC (b)

La performance de nitrification dans le RPA et le RC n'est pas remarquable dans ces conditions de mise en oeuvre. Le meilleur rendement moyen de l'élimination de la l'azote ammoniacal est de $37 \pm 12\%$ dans le RC à charge massique moyenne de $0,29 \text{ kg DCO (Kg MVS. j)}^{-1}$. Les résultats sur les concentrations d'azote ammoniacal dans le RPA et RC reportés dans le tableau III.7 montrent cependant que l'élimination de l'azote ammoniacal dans le RC est meilleure que dans le RP.

Tableau III.7: Résultats relatifs à l'élimination de l'azote ammoniacal dans le RPA et RC en fonction de la charge massique

	$C_m = 0,29$		$C_m = 0,55$		$C_m = 0,73$	
	RPA	RC	RPA	RC	RPA	RC
N-NH₄ (mg N.L⁻¹)						
Entrée	31±4	31±4	30±3	30±3	32±3	32±3
Sortie	22±4	19±3	23±4	22±3	25±4	23±3
Elimination N-NH₄ (%)	28±14	37±12	27±11	29±15	24±4	28±11
N-NO₃ (mg.L⁻¹) en Sortie	6±2	10±1	7±2	7±2	5±2	7±2

III.2.4 Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire

Un des objectifs d'étude est de mettre en place une méthode simple d'élimination biologique de l'azote. Ainsi un garnissage dans la partie descendante de chaque compartiment du RC (cf. II.1.2.3) est ajouté afin de développer une biomasse fixée. Les performances du RCBH sont comparées à celle du RPA (carbone et production de boues) et comparées à un RC pour la nitrification.

III.2.4.1 Conditions de fonctionnement appliquées

Pour l'étude de la performance du RCBH et le RPA, la charge massique moyenne appliquée a été de 0,35 kg DBO₅. (kg MVS. j)⁻¹ et la charge volumique de 73 mg N. (L. j)⁻¹.

L'installation est alimentée par un effluent concentré à 32 mg N.L⁻¹. L'âge de boue est de 13 jours avec un temps de séjour hydraulique (TRH) de 10 h

Deux conditions de fonctionnement dans le réacteur RCBH ont été successivement envisagées : une charge massique moyenne de $0,35 \text{ kgDBO}_5.(\text{kg MVS.j})^{-1}$ avec une charge volumique en azote de $99 \text{ mgN}.(L.j)^{-1}$, puis, une charge massique moyenne de $0,35 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS.j})^{-1}$ avec une charge volumique en azote de $125 \text{ mgN}.(L.j)^{-1}$.

III.2.4.2 Évolution de la DCO

III.2.4.2.1 Évolution de la DCO

Le fonctionnement des réacteurs est suivi après la phase d'adaptation et la phase de formation du biofilm, les conditions opératoires étant identiques pour les deux réacteurs (tableau II.5). Les concentrations en DCO mesurées en entrée et sortie des réacteurs dans le RCBH et le RPA sont présentées sur la figure III.25. Comme l'estimation précise de la masse sur les garnissages utilisés est difficile à mesurer régulièrement, la charge massique est évaluée sans tenir compte de la masse du biofilm du RCBH. Sur la figure III.25 on observe une différence de 3% de l'efficacité de l'élimination de la DCO entre le RPA et le RCBH (95 ± 1 et 98 ± 1 de l'élimination de la DCO pour le RPA et RCBH respectivement).

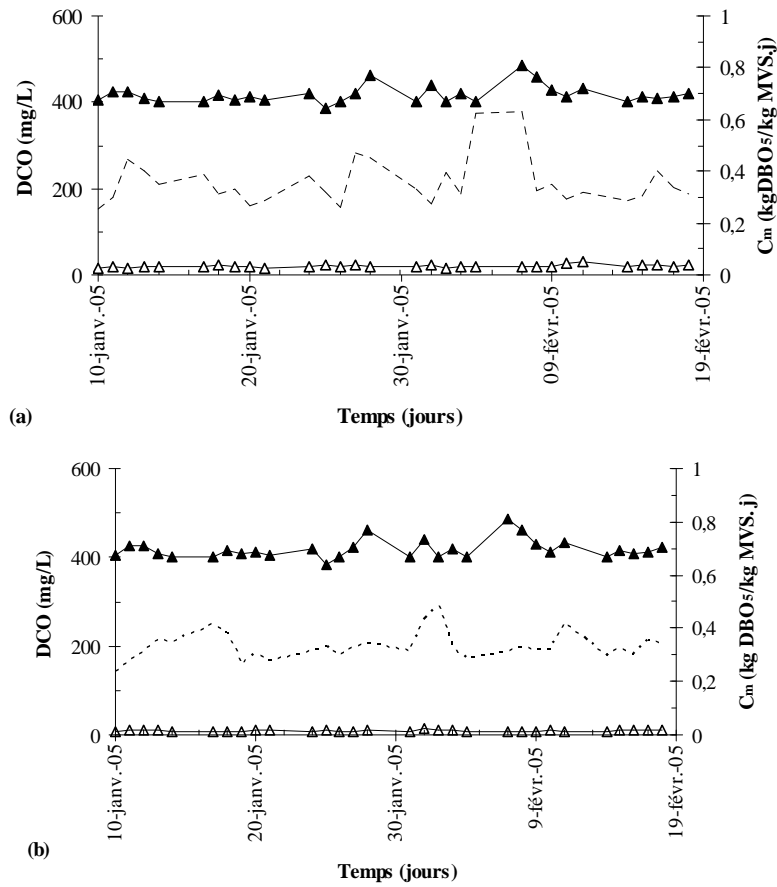


Figure III.25: Variations de la DCO en entrée (■) et sortie (□) en fonction de la charge volumique en DBO₅ (---) dans le RPA (a) et le RCBH (b)

III.2.4.2.2 Evolution de la DCO au long du RCBH

Les résultats d'élimination de la DCO au long du RCBH à charge massique moyenne sont présentés dans la figure III.26. Cette figure montre que l'essentiel (84%) de la consommation du substrat carboné se réalise dans le premier compartiment du RCBH.

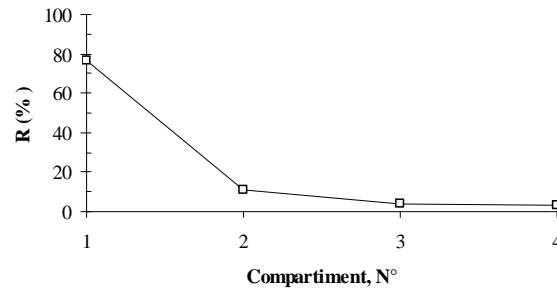


Figure III.26: Efficacité de l'élimination de la DCO au long du RCBH

III.2.4.3 Décantabilité et production de boues

III.2.4.3.1 Evolution de la décantabilité

La figure III.27 présente les variations de l'indice de Mohlman dans le RPA et le RCBH lors de l'expérimentation. Les indices de Mohlman moyens dans le RPA et RCBH sont respectivement de 202 ± 10 et 103 ± 6 . On peut voir que l'utilisation du biofilm peut améliorer d'environ 50% cet indice et donc la qualité de la décantation des boues activées.

Il est largement admis que dans un procédé à boue activée combinée avec biofilm, la décantabilité des boues est meilleure que dans un procédé à boue activée classique (Gebara, 1999). L'utilisation d'un biofilm dans le bassin d'aération d'un système à boue activée permet de contrôler la croissance des bactéries filamenteuses. Gebara (1999) a montré qu'en mettant 6 garnissages plastiques dans le bassin d'aération d'un procédé à boue activée classique à l'échelle du laboratoire, l'indice de Mohlman a diminué de 350 à 112 mL.g^{-1} et en mettant 24 garnissages en plastiques, l'indice de Mohlman pris une valeur très faible de 38 mL.g^{-1} .

Wanner *et al.*, (1988), a reporté une diminution de l'indice de Mohlman de 2000 à 400 mL.g^{-1} en ajoutant un garnissage flottant en plastique dans le bassin d'aération d'un système classique à boue activée.

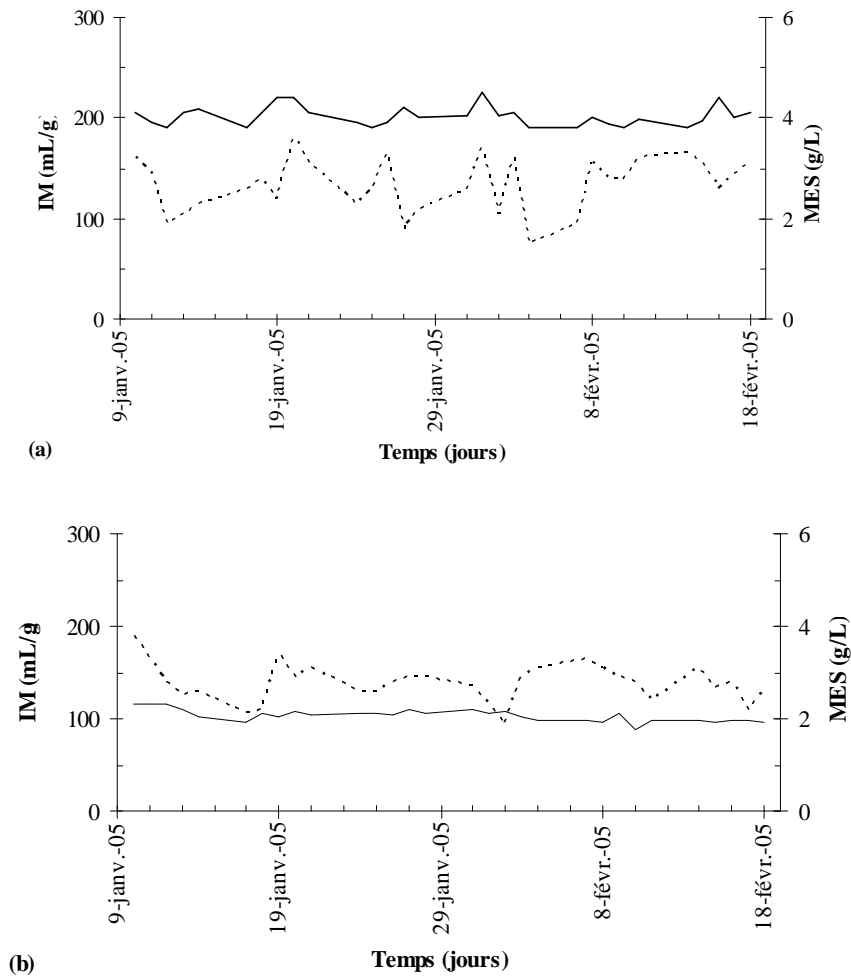


Figure III.27: Variation de l'indice de Mohlman (IM) (—) et MES (---) dans le RPA (a) et RCBH (b)

III.2.4.3.2 Production de boue hétérotrophe

La Figure III.28 représente l'évolution en fonction du temps de la production de boue mesurée sur les installations pilotes. Un des avantages du traitement des eaux usées avec un système à culture fixée est d'avoir un faible taux de production des boues et un âge des boues allongé. Les valeurs de production de boue obtenues sur cette durée d'expérimentation sont comprises entre 0,21 et 0,29 g MVS/g DCO_{éliminée} pour le RPA et de 0,14 et 0,19 pour le

RCBH, soit respectivement 0,43 et 0,59 MES/g DBO₅ dégradée et 0,29 et 0,39 MES/g DBO₅ dégradée (en prenant un ratio DCO/DBO₅ de 1,54 pour l'effluent synthétique et un pourcentage de matière volatile de 75%).

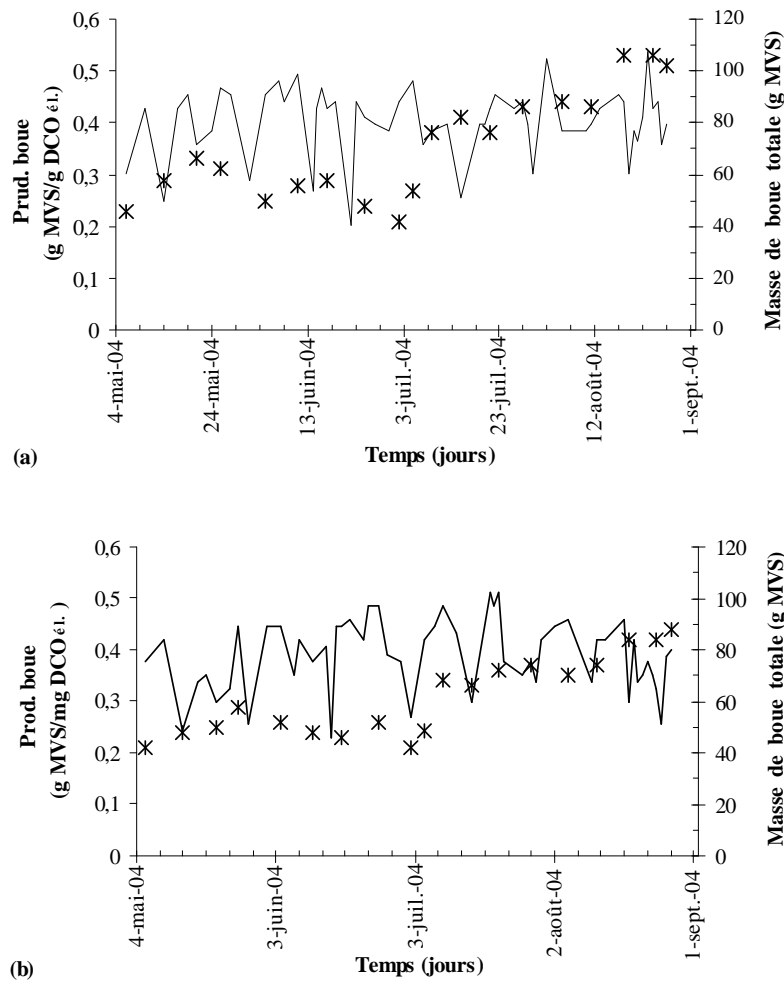


Figure III.28: Evolution de production de boue (×) et la masse de boue totale (—) dans le RPA (a) et le RCBH (b)

La production de boues dans le RCBH est d'environ 63% de celle observée dans le RPA. Foauad *et al.*, (2005) rapportent des valeurs de 0,148 à 0,25 gMVS/gDCO_{éliminée} pour un procédé hybride, tandis que cette valeur pour un système à culture libre est de 0,285

gMVS/gDCO_{dégradée} et pour un système à culture fixée est de 0,185 gMVS/gDCO_{dégradée} avec des conditions opératoires identiques.

III.2.4.4 Performances de nitrification dans le RCBH

III.2.4.4.1 Influence de la charge azotée

La figure III.29 présente l'évolution de l'élimination de l'azote ammoniacal en fonction du temps dans le RCBH. Avec une charge carbonée constante ($0,35 \text{ kgDBO}_5 \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$), une augmentation de la charge azotée de 73 à $99 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, puis de 99 à $125 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, provoque une augmentation de la concentration de sortie en azote ammoniacal (jusqu'à $15 \text{ mg N-NH}_4^+ \cdot \text{L}^{-1}$), suivie ensuite par une augmentation jusqu'à $21 \text{ mg N-NH}_4^+ \cdot \text{L}^{-1}$. On remarque sur la figure III.29 que la biomasse fixée améliore la nitrification.

Le taux d'élimination de l'azote ammoniacal à une charge volumique en azote de $73 \text{ mg N} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$ est de $37 \pm 12\%$ dans le RC et de 89 ± 5 dans le RCBH, c'est-à-dire une amélioration de près de 60% de l'élimination de l'azote ammoniacal a été observée en ajoutant les supports au sein du RC.

L'introduction de supports au sein de la boue activée a fait l'objet de plusieurs investigations (Wanner *et al.*, 1988; Sriwiryarat *et al.*, 2005; Zhang *et al.*, 2005). Selon ces études, le taux d'élimination de l'azote ammoniacal peut être augmenté jusqu'à 80%. Les biocénoses d'un réacteur à culture libre sont moins appropriées pour la croissance des bactéries nitrifiantes en raison du manque de floes compacts, qui servent de supports pour ces bactéries (wanner *et al.*, 1988).

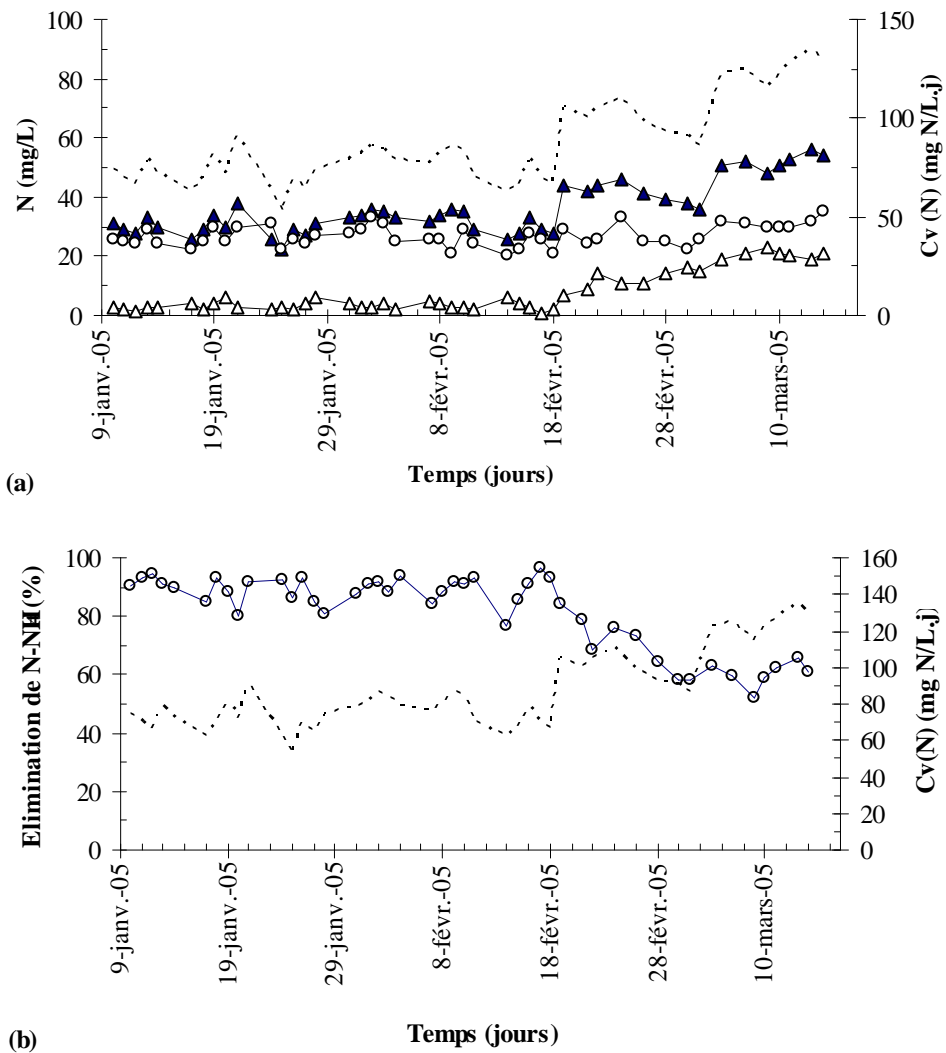


Figure III.29: Variation de l'azote ammoniacal en entrée (▲), sortie (Δ) et nitrate (○) et charge volumique en azote (---) en fonction du temps dans le RCBH (a), rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal (b).

Les résultats de l'élimination de l'azote ammoniacal au cours du séjour dans le RCBH sont reportés dans le tableau III.8. D'après ce tableau, l'essentiel de l'azote ammoniacal (plus de 90%) a été éliminé dans les deux premiers compartiments.

Tableau III.8: Valeurs expérimentales de l'azote ammoniacal au long du RCBH

NH ₄ -N (mg.L ⁻¹)	C _v : (mg N.(L.j) ⁻¹)		
	73	99	125
Entrée	31±4	42±3	52±3
C1	15±3	24±4	29±2
C2	6±2	17±4	24±2
C3	3±1	14±4	21±1
C4	2±1	12±3	21±2
Sortie	3±1	12±3	21±1

III.2.5 Conclusion

Pour un âge de boue de 13 jours et pour une charge massique de 0,29, l'efficacité de l'élimination de la DCO dans le réacteur CHBR est de 98±1. Cette valeur est de 94±1 pour le RPA et de 96±2 pour le réacteur cascade.

Selon les mêmes conditions épuratoires les résultats de l'évolution de l'indice de Mohlman dans les différents réacteurs sont reportées au tableau III.9. D'après ces résultats, on pourrait diminuer de plus de la moitié le volume d'un décanteur secondaire dans un système à boue activée classique, avec l'introduction d'une composante piston et l'utilisation d'une biomasse mixte.

Tableau III.9: Valeurs de l'indice de Mohlman (IM) dans les différents réacteurs

Réacteur	IM (mL.g ⁻¹)	Augmentation du rendement de décantation (%)
RPA	229±20	0
RC	146±14	36
RCBH	103±6	55

La production moyenne de boues pour un réacteur RCBH est de 0,17 g MVS/g DCO éliminée. Cette valeur est respectivement pour le RPA et RC de 0,24 et 0,27 g MVS/g DCO éliminée. Avec un système hybride, comparé à un système à boue activée classique, on peut diminuer de près de 37% le volume de boues produites.

Avec un système à biomasse hybride, une augmentation très nette de l'élimination de l'azote ammoniacal a été observée avec une amélioration de 60% de l'élimination en comparaison à un système RPA avec une biomasse libre (système à boue activée classique).

III.3 Expérimentations sur site

Cette partie regroupe les résultats obtenus sur des effluents urbains réels. Elle a pour objet une validation des observations faites en laboratoire dans le cas d'une expérimentation longue (treize mois).

III.3.1 Conditions appliquées

III.3.1.1 Conditions de fonctionnement

La durée totale de l'expérimentation a été découpée en deux parties. Après la durée d'adaptation et de formation du biofilm pour chacune des parties, la gestion de l'installation a consisté à établir des régimes stabilisés pour des conditions de fonctionnement données. La première partie a fait l'objet de huit phases expérimentales.

La première phase (RP1) est caractérisée par une charge massique de 0,37 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹ (âge de boue de 13 jours) et une charge volumique en azote de 110 mg N.(L.j)⁻¹. Dans cette phase, l'effet de l'hydrodynamique sur la performance d'un réacteur à boue activée a été étudié (comparaison du RPA avec le RC).

La seconde phase (RP2) est caractérisée par une charge massique de 0,43 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹ (pour un âge de boue de 13 jours et un TRH de 10 h), et une charge

volumique en azote de $118 \text{ mg N.}(L.j)^{-1}$. On distingue, dans cette phase l'effet de mise en place d'un support bactérien sur la performance d'un réacteur à écoulement cascade (comparaison du RC et RCBH).

De la 3^{ème} à la 6^{ème} phase l'effet conjugué de l'hydrodynamique et du biofilm sur la performance des réacteurs à boue activée a été étudié (comparaison du RPA et RCBH) par différents TRH de 10, 7, 5, 3 h correspondant à un âge de boue de 13 jours (RP3, RP4, RP5 et RP6). Les charges massiques correspondant aux différentes valeurs de TRH sont respectivement de 0,55, 0,75, 1,19 et 1,71 $\text{kgDCO.}(kgMVS.j)^{-1}$. La charge volumique en azote est de 120, 166, 256 et 379 $\text{mg N.}(L.j)^{-1}$ respectivement.

Pour la 7^{ème} phase, l'âge de boue est fixé à 9 jours (RP7) avec un TRH de 10 h et l'effet de la diminution de l'âge de boue a été étudié dans le RPA et RCBH.

Lors de la 8^{ème} phase (RP8) l'effet du biofilm sur la performance du réacteur cascade a été étudié (comparaison du RC et le RCBH).

La seconde partie est caractérisée par une charge massique de 0,45 $\text{kgDCO.}(kgMVS.j)^{-1}$ (pour un âge de boue de 13 jours et un TRH de 10 h), et une charge volumique en azote de $118 \text{ mg N.}(L.j)^{-1}$. On note, dans cette phase la performance de nitrification/dénitrification du RCBH.

L'ensemble de ces conditions de fonctionnement est présenté dans le tableau III.10 avec les valeurs moyennes durant chacune des phases.

La charge volumique en azote appliquée lors de cette expérimentation est comprise entre 120 et 379 $\text{mgN.}(L.j)^{-1}$ lors de RP3 à RP6 et 95 et 120 $\text{mgN.}(L.j)^{-1}$ lors des autres phases, alors que lors de l'expérimentation avec l'effluent synthétique, ce paramètre a été compris entre 70 et 125 $\text{mgN.}(L.j)^{-1}$. La charge carbonée restant comparable, mais les flux d'azote appliqués et nitrifiés étant plus importants que ceux que l'on aurait mesurés avec un effluent synthétique, il semble justifié que des concentrations en nitrates élevées aient été mesurées en sortie de l'installation

Tableau III.10: Caractéristiques des phases du fonctionnement

	Partie 1								Partie 2
	RP1	RP2	RP3	RP4	RP5	RP6	RP7	RP8	
C_m	0,37	0,43	0,55	0,75	1,19	1,71	0,52	0,45	0,45
$Kg\ DCO\ (Kg\ MVS.j)^{-1}$	RPA	RPABH	RPA	RPA	RPA	RPA	RPA	RC	RCBH
$C_v\ (N)\ (mg\ N.\ (L.j)^{-1})$	110	95	120	166	256	379	116	123	117
TRH (h)	10	10	10	7	5	3	10	10	10
Q (L.h ⁻¹)	2,7	2,7	2,7	3,85	5,4	9	2,7	2,7	2,7
SRT (j)	13	13	13	13	13	13	9	13	13

III.3.1.2 Composition de l'effluent brut

Des valeurs moyennes en DCO, MES, NTK, N-NH₄ ont été rassemblées dans le tableau III.11. L'analyse des rapports usuels de la station de Limoges montre que le ratio DCO/NTK calculé avec les concentrations moyennes journalières est proche de celui d'un effluent domestique moyen (tableau III.12).

Tableau III.11: Concentration moyennes de l'intrant (ERU)

	DCO (mg.L ⁻¹)	N-NH ₄ ⁺ (mg.L ⁻¹)	NTK (mg.L ⁻¹)	MES (mg.L ⁻¹)
Partie 1				
RP1	380±53	31±8	46±6	159±56
RP2	442±139	36±6	49±4	214±81
RP3	552±75	36±4	51±4	221±31
RP4	571±80	37±5	52±7	239±43
RP5	616±33	38±3	51±2	250±42
RP6	581±71	40±5	54±3	211±20
RP7	584±50	36±5	53±3	260±62
RP8	559±185	29±6	49±6	210±84
Partie 2	446±147	26±7	41±10	207±93

Tableau III.12: Rapports usuels de l'intrant (ERU)

Rapports usuels	ERU Limoges	Valeurs plus fréquentes (plottu, 1994)
DCO/DBO ₅ =	1,4 à 2,5	1,8 à 2,5
DCO/NTK=	6 à 16	-
DBO ₅ /NTK=	4 à 6	4,5 à 5,5
DCO/MES=	1,5 à 4,5	-
NTK/N-NH ₄ =	1,42	1,33 à 2,0

III.3.2 ELIMINATION DE LA CHARGE CARBONÉE

III.3.2.1 Impact de l'hydrodynamique du réacteur à boue activée sur la performance du procédé (RP1)

En régime stabilisé, à âge de boue de 13 jours, charge massique moyenne de 0,37 kg DCO. (kg MVS.j)⁻¹ et à TRH de 10 h, la performance des réacteurs RPA et RC a été étudiée.

Les concentrations en DCO (totale et filtrée) et en MES mesurées au cours de cette phase (après la phase d'adaptation) dans les réacteurs, sont présentées sur les figures III.30 et III.31.

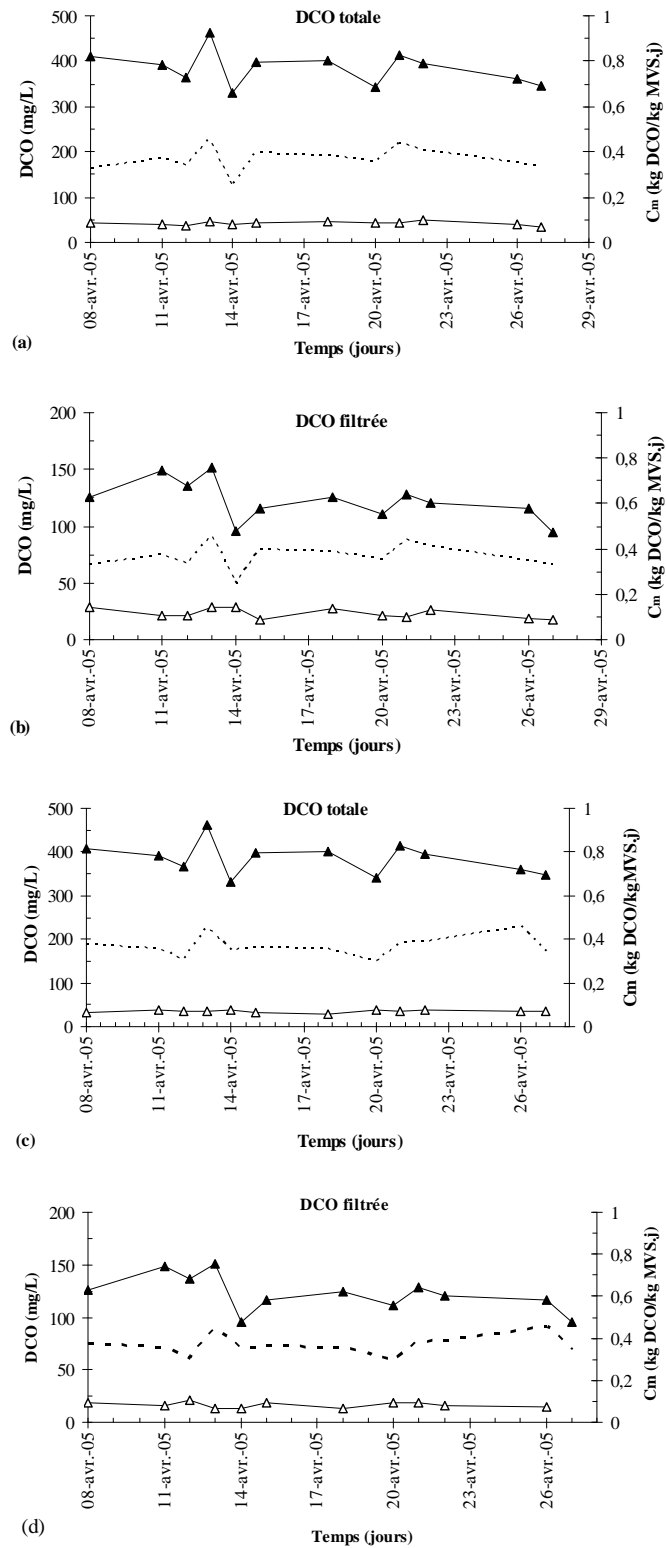


Figure III.30: Evolution des concentrations de la DCO totale et filtrée en entrée (▲) et sortie (△) du RPA (a, b) et RC (c, d) et la charge massique (---) en fonction du temps

On observe que le rendement d'élimination de la pollution carbonée est meilleur avec le RC, notamment pour la DCO totale, lorsque les charges sont comprises entre 0,27 et 0,39 kg DCO.(kg MVS.j)⁻¹. Les rendements moyens d'élimination dans les deux réacteurs sont de 89 et 93 % pour la DBO₅, de 89 et 91 % pour la DCO totale et de 92 et 94% pour les MES dans le RPA et RC respectivement.

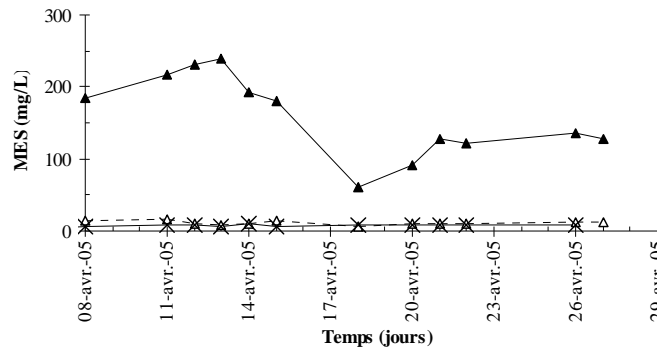


Figure III.31: Évolution de la MES dans l'effluent brut (▲), la sortie du RPA (Δ) et la sortie du RC (×)

Pour la DCO filtrée, l'abattement est de 86% pour les deux réacteurs (tableau III.13). Ces résultats indiquent aussi que les rendements de l'élimination des DCO et des MES dans les deux réacteurs sont presque identiques. On peut expliquer cet abattement de la DCO et de MES par le fait que le TRH soit suffisamment long pour que les microorganismes consomment la pollution carbonée.

Tableau III.13: Concentration en sortie et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO₅ et MES dans le RPA et RC

	DCO totale		DCO filtrée		DBO ₅		MES	
	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _T él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _S él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DBO ₅ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%MESél.
RPA	42±4	89 ±1	23±4	86±3	14	88	12±3	92±3
RC	36±4	91±1	17±3	87±3	8	93	8±2	94±3

La figure III.32 montre la concentration de la DCO filtrée dans différents compartiments du RC. Le rendement d'élimination de la DCO dans le premier compartiment est de 76%. L'élimination de la DCO dans les autres compartiments est presque identique.

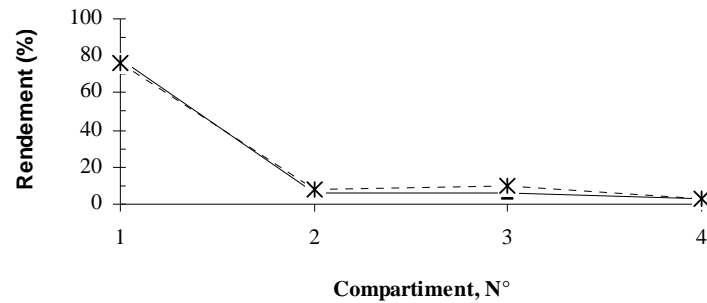


Figure III.32: Concentration et le rendement d'élimination en DCO (filtrée) au long du RC

III.3.2.2 Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire (RP2)

Lors de la phase 2 (RP2), des supports de biomasse ont été introduits dans les deux réacteurs, afin de comparer les performances des réacteurs parfaitement agités (RPA) et cascade (RC) avec une culture bactérienne hybride. Les installations pilotes ont fonctionnées en régime continu pendant 1 mois pour la formation du biofilm. Après la phase d'adaptation, les réacteurs hybrides ont été utilisés avec différentes conditions hydrauliques. Les performances des systèmes hybrides (RPABH et RCBH) sont analysées par rapport aux rendements d'éliminations de la pollution carbonée (DCO, DBO₅ et MES) et azotée.

En régime stabilisé, les valeurs sur les abattements de la matière carbonée sont présentées dans le tableau III.14. À âge de boue de 13 jours, à charge massique moyenne de $0,43 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$ et à TRH de 10 h, l'élimination de la DCO est presque totale (concentration de sortie en DCO et DBO₅ inférieure à 33 et 14 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ respectivement) dans les deux réacteurs hybrides. L'effet positif de la présence du biofilm associé du système classique à boue activée est à nouveau observé.

Tableau III.14: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO₅ et MES aux différents charges massiques dans le RPABH et RCBH

	DCO totale		DCO filtrée		DBO ₅		MES	
	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _T él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _S él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DBO ₅ él.	Moyenne. (mg.L ⁻¹)	%MESél.
RPABH	33±4	92 ±5	17±3	88±7	14	94	12±3	92±4
RCBH	30±3	93±2	14±4	90±3	8	96	8±2	95±4

Les évolutions de la DCO totale et en solution (suspension filtrée) sont présentées sur la figure III.33. Par comparaison avec les figures III.30 et III.33, on remarque que le rendement d'élimination de la pollution carbonée est meilleur dans les réacteurs hybrides par rapport aux réacteurs classiques (RP1). Le rendement moyen d'élimination de la DCO et DBO₅ dans le RPABH est de 92% et 94% par rapport à 89% et 88% dans le RPA respectivement. Dans cet ordre, ces valeurs sont de 93% et 96% dans le RCBH par rapport à 91% et 93% dans le RC (tableau III.13). Ces résultats montrent que l'utilisation d'un support bactérien peut améliorer la performance épuratoire de la pollution carbonée même lorsque le TRH est suffisant pour un abattement de la pollution carbonée comme le cas de la RP1 et RP2.

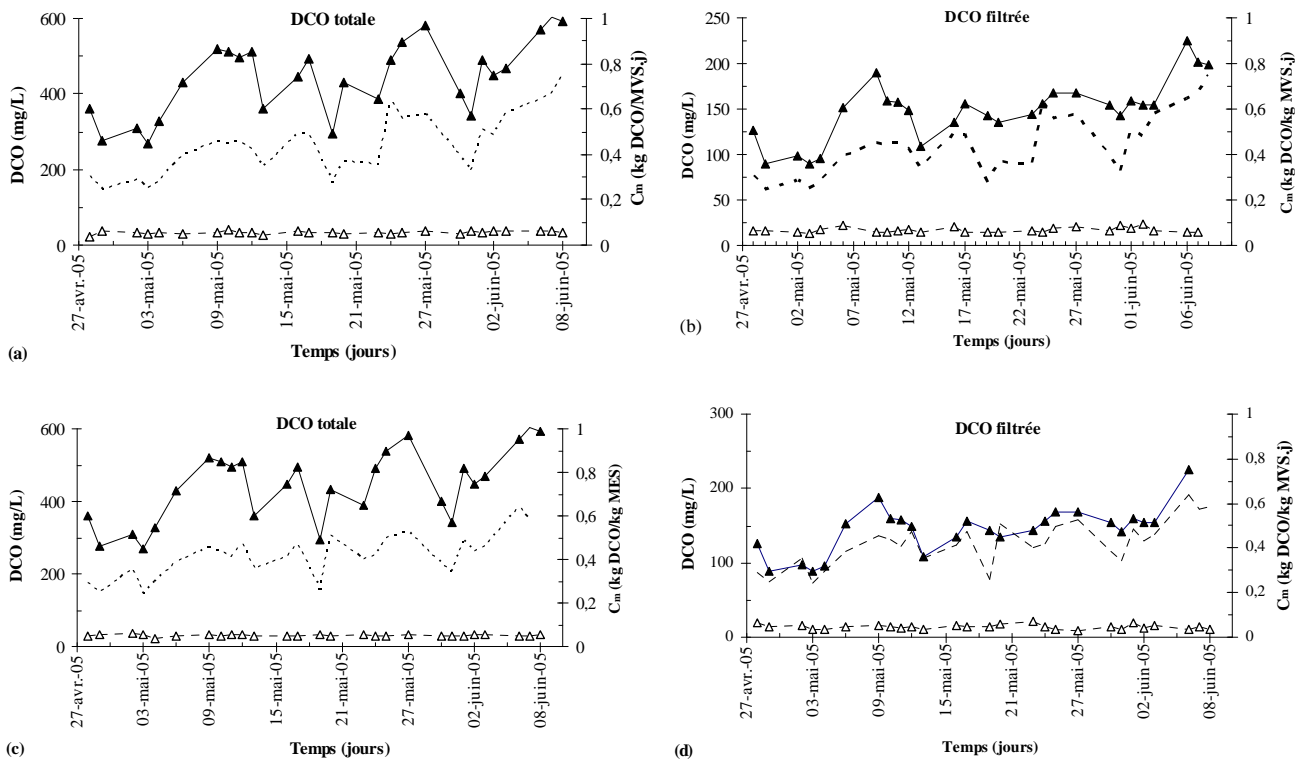


Figure III.33: Evolution des concentrations de la DCO totale et filtrée en entrée (▲) et sortie (Δ) du RPABH (a, b) et RCBH (c, d) et la charge massique (---) lors de la phase 2 en fonction du temps

Les valeurs des MES en entrée et sortie des réacteurs RPABH et RCBH sont présentées sur la figure III.34. Les rendements d'élimination des MES lors de cette phase sont de 92 et 95% pour le RPABH et RCBH par rapport à 92 et 94% respectivement dans le RPA et RC et ceci malgré l'augmentation des concentrations moyennes en MES en entrée (de 159 à 204 mg.L⁻¹).

La performance du réacteur à écoulement cascade, et particulièrement dans le cas du système hybride, est meilleure que le réacteur à écoulement parfaitement agité, ce qui montre l'effet positif et conjugué de l'hydrodynamique et du réacteur à biomasse hybride.

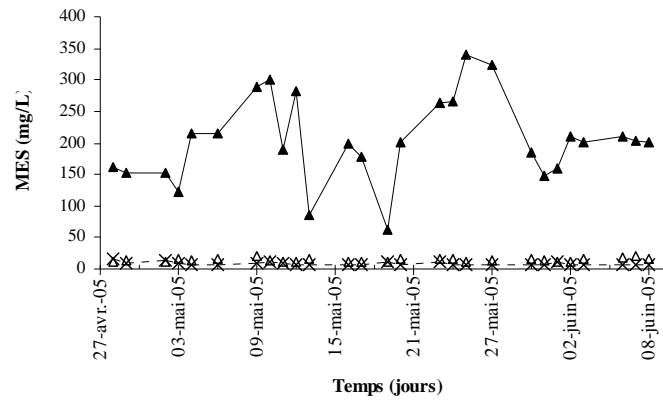


Figure III.34: Évolution de la MES dans l’effluent brut (▲), la sortie du RPABH (△) et la sortie du RCBH (×) lors de la phase 2

Le rendement de l’élimination de la DCO durant la phase 2 sont présentées sur la figure III.35. Cette valeur dans le premier compartiment est de 69%.

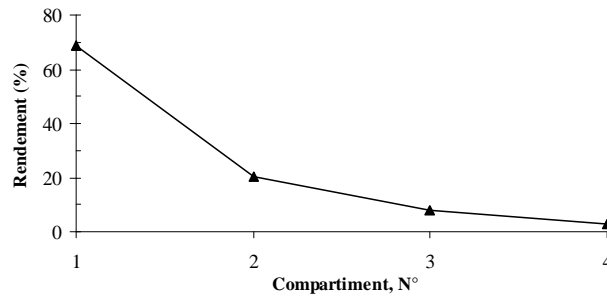


Figure III.35: Rendement d’élimination en DCO (filtrée) au long du RCBH lors de la phase 2

III.3.2.3 Etude de l'effet conjugué de l'écoulement hydraulique et de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire (de la RP3 à la RP7)

La phase 3 à la 7 ont pour objet la comparaison du fonctionnement d'un système à boue activée classique (RPA) et d'un système cascade à biomasse hybride (RCBH), avec différents charges massiques (en diminuant le temps de séjour hydraulique).

III.3.2.3.1 Effet de diminution du TRH

La diminution du TRH de 10 à 3 h, pour un âge de boue constant de 13 jours, a provoqué une augmentation de la charge carbonée et azotée dans les réacteurs RPA et RCBH.

La variation de la charge massique durant cette phase en fonction du TRH est présentée sur la figure III.36. La charge massique moyenne varie de 0,44 kg DCO. (kg MVS.j)⁻¹, (TRH =10 h) à 1,88 kg DCO. (kg MVS.j)⁻¹, (TRH=3 h).

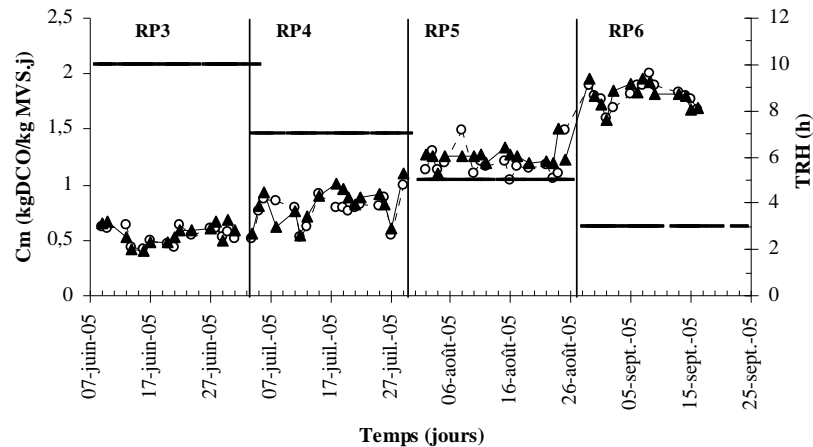


Figure III.36: Variation de la charge massique et du temps de séjour hydraulique (TRH) dans le RPA (○) et RCBH (▲) en fonction du temps

Les résultats expérimentaux durant de la RP3 à la RP6 sont présentés sur le tableau III.15. Au passage de RP3 à RP6, la diminution de TRH (de 10 à 3 h) par l'augmentation de la charge carbonée (de 0,56 à 1,71 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹) a entraîné des modifications des concentrations de la DCO (totale et filtrée) en sortie du RPA. La concentration moyenne en sortie en DCO totale a augmenté de 38 à 143 mg.L⁻¹. Le rendement moyen de l'élimination de la DCO dans le RPA a diminué de 93 à 74% (presque 30%) avec le passage du TRH de 10 h à 3 h. En revanche dans le RCBH, la diminution du TRH et l'augmentation de la charge massique (de 0,58 à 1,83 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹), a entraîné une faible diminution de 96 à 89% du rendement moyen de l'élimination de la DCO.

On remarque donc que le procédé hybride est plus stable en cas de surcharge volumique. Avec une augmentation de la charge carbonée de plus de trois fois, le rendement d'élimination de la DCO du procédé hybride a diminué de 7% par rapport à 30% dans le système à boue activée classique (RPA).

La concentration en DBO₅ dans les réacteurs est influencée par les charges en carbone (tableau III.15). Avec une même augmentation de la charge carbonée, la concentration moyenne en DBO₅ dans le RPA a augmenté de 25 (TRH= 10h) à 92 (TRH= 3h) mg.L⁻¹ et le rendement de l'élimination de la DBO₅ a diminué de 90 à 67%. Cependant, pour une augmentation presque identique de la charge carbonée, la concentration moyenne en DBO₅

dans le RCBH a augmentée de 10 à 41 mg.L⁻¹ et le rendement de l'élimination de la DBO₅ a diminué de 96 à 90%.

La concentration en DCO soluble dans les réacteurs est influencée par les charges carbonées. Pour une concentration initiale en DCO filtrée de 201 à 241 mg.L⁻¹, la concentration en DCO filtrée en sortie du RPA a augmenté de 15 (TRH=10 h) à 58 mg.L⁻¹ (TRH=3 h). En conséquence, le rendement de l'élimination de la DCO soluble a diminué de 93 (TRH=10 h) à 70% (TRH=3 h). Cependant, pour une même augmentation de la charge organique, la concentration en DCO filtrée en sortie du RCBH a augmentée de 12 (TRH= 10 h) à 28 mg.L⁻¹ (TRH=3 h). L'efficacité de l'élimination de la DCO du RCBH a diminué de 94 (TRH=10 h) à 85% (TRH=3 h).

Le rendement moyen de l'élimination de la DCO soluble durant la phase 3 avec la charge massique de 0,55 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹ (RP3) est presque identique pour les deux réacteurs (93% dans le RPA et 94% dans le RCBH), alors que pour une charge massique de 1,71 kgDCO.(kgMVS.j)⁻¹ (RP6) une forte différence est observée (70% dans le RPA et 85% dans le RCBH). Ce résultat montre qu'avec une charge organique 3 fois plus élevée, le rendement de l'élimination de la DCO a diminué de 23%, alors que celle du RCBH a diminué de 9%. Ce résultat valide que le RCBH est plus stable et efficace pour la dégradation de la DCO soluble. La même observation est faite concernant l'élimination de la DBO₅.

La concentration en MES dans les réacteurs est aussi influencée par les charges en carbone. Avec l'augmentation de la charge carbonée, la concentration moyenne en MES à la sortie du RPA a augmenté de 18 à 85 mg.L⁻¹ et pour des conditions comparables de 8 à 32 mg .L⁻¹ pour le RCBH. Ces résultats valident la stabilité du système hybride par rapport à RPA pour le traitement de la pollution carbonée.

Tableau III.15: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO₅ et MES aux différents charges massiques dans le RPA et RCBH

	DCO totale		DCO filtrée		DBO ₅		MES	
	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _T él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _S él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DBO ₅ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%MESél.
RPA								
RP3	38±4	93±1	15±3	93±2	25	90	18±3	91±4
RP4	60±8	89±2	20±5	90±2	29	91	34±4	86±3
RP5	87±6	86±1	38±6	84±1	42	86	54±6	78±5
RP6	143±20	74±6	58±9	70±9	92	67	85±14	59±5
RCBH								
RP3	24±4	96±1	12±2	94±2	10	96	8±2	96±2
RP4	41±5	93±2	14±2	93±2	16	95	12±2	95±1
RP5	52±4	91±1	21±4	91±2	18	94	22±3	91±2
RP6	63±5	89±1	28±3	85±5	41	92	32±5	85±3

Les influences du TRH sur la concentration en DCO (totale et soluble) et en MES dans les réacteurs sont présentées sur la figure III.37. La concentration en DCO totale est presque stable malgré une augmentation de 3 fois de la charge carbonée dans le RCBH, alors qu'on constate une dérive importante de cette DCO résiduelle au sein du RPA au passage du TRH de 5 h à TRH de 3.

La diminution du TRH a une influence remarquable sur la concentration en MES en sortie du RPA notamment au passage du TRH de 7 h à 5 h et également de 5 h à 3 h. Cette influence dans le RCBH est moins visible, mais nous constatons que la concentration en MES en sortie du RCBH a augmenté légèrement, notamment au passage du TRH de 7 h à 5 h et du 5h à 3 h.

Selon la figure III.37, les rendements d'élimination de la DCO totale sont de 93, 89, 86 et 74 % respectivement pour TRH de 10, 7, 5 et 3 h dans le RPA. Dans cet ordre d'idée, les rendements d'élimination de la DCO totale sont de 96, 93, 91 et 89 % pour le RCBH.

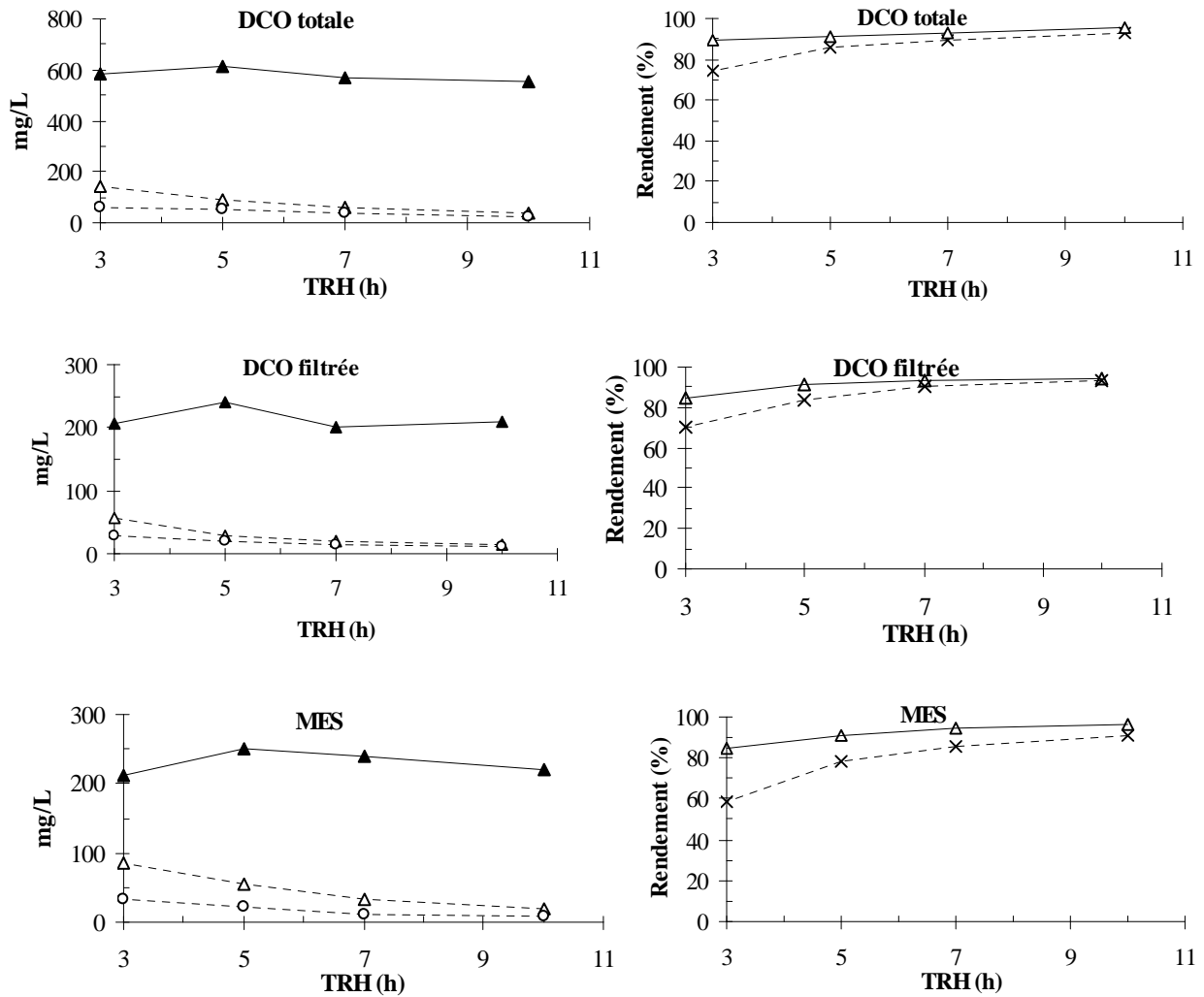


Figure III.37: Concentration en DCO et MES dans l'eau brute (▲), le RPA (△) et le RCBH (○) en fonction du temps de séjour hydraulique (TRH)

Ganesan *et al.*, (2007) ont reporté une amélioration de la performance d'un réacteur à boue activée en ajoutant du charbon actif en poudre comme support bactérien dans le bassin d'aération. Ils ont montré que la présence des granules aérobies peut augmenter l'efficacité de traitement d'un système à boue activée. A une charge de $32,8 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$ et un TRH de 0,78 h, le rendement de l'élimination de la DCO dans ce réacteur hybride est de 96%. La concentration de la DCO en sortie du réacteur est restée inférieure de $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ au passage de charge carbonée de 32,8 (TRH=0,78 h) à $46,7 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$ (TRH=0,272 h).

Al-Sharekh *et al.*, (2000) ont évalué le fonctionnement d'un réacteur compartimenté à biomasse hybride nommé HASFF (pour Hybrid Aerated Submerged Fixed-Film reactor) pour le traitement d'un effluent domestique prétraité. Ils ont travaillé avec des TRH de 8, 6, 4 et 2 h. Les auteurs ont constaté un rendement de l'élimination de la DBO₅ supérieur à 94% même pour un TRH de 2 h et avec une charge carbonée allant jusqu'à 0,7 g DBO₅.(gMVS.j)⁻¹. L'élimination de la DCO observée est de 65,7 à 76%. Ils ont montré que le rendement de l'élimination de la pollution carbonée dans un procédé hybride est stable, même avec une surcharge hydraulique multipliée par quatre.

L'évolution en fonction du temps de séjour hydraulique des concentrations en DCO soluble et des rendements au long du réacteur RCBH sont présentées sur figure III.38. Les rendements moyens de l'élimination de la DCO dans le premier compartiment sont de 81, 79, 55 et 47% pour TRH de 10, 7, 5 et 3h respectivement. Nous constatons qu'avec l'augmentation de la charge carbonée (diminution du temps), le rendement de l'élimination de la DCO dans le premier compartiment a diminué. Dans le même ordre d'idée, les rendements moyens de la pollution carbonée dans le deuxième compartiment sont de 9, 15, 25 et 14 %. Nous pouvons voir qu'avec la diminution du TRH de 10 à 5 h, le rendement d'élimination de la DCO filtrée dans le deuxième compartiment augmente mais avec la diminution du TRH de 5 à 3 h cette valeur a diminué.

Le rendement moyen d'élimination de la DCO soluble dans le troisième compartiment est peu modifié par le passage de 10 à 5 h mais diminue avec la baisse du TRH de 5 à 3 h. Dans le quatrième compartiment, les rendements sont comparables pour un TRH de 10 ou de 5 h, alors que pour un TRH de 3 h le rendement de l'élimination de la DCO est de 20%.

On déduit de ces résultats que le temps de séjour hydraulique a une influence remarquable sur l'élimination du carbone dans chaque compartiment. Au-delà d'un certain temps de séjour, qui peut être considéré comme égal à 5 h, il faut au moins 4 étages dans le réacteur cascade pour un traitement de la pollution carbonée supérieure à 80%.

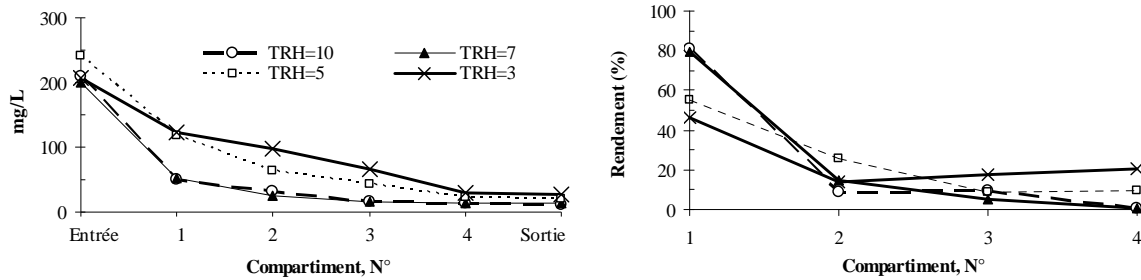


Figure III.38: Évolution des concentrations et des rendements de la DCO soluble en fonction des compartiments pour différents temps de séjour hydraulique (TRH)

III.3.2.3.2 Effet de la diminution de l'âge de boue

Lors de la RP7, la diminution de l'âge des boues de 13 à 9 jours, sans augmentation de la charge carbonée, a été étudiée. En suivant les performances des réacteurs RPA et RCBH à un âge de boues de 9 jours et à un TRH constant de 10 h. La concentration en DCO dans les réacteurs n'est pas influencée par la diminution de l'âge de boues de 13 à 9 jours (tableau III.16). La concentration de la DCO totale n'est pas stable à la sortie des réacteurs par rapport à un âge de boues de 13 jours, mais la différence est considérée comme négligeable ($< 8 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$).

Les rendements d'élimination de la DCO total sont de 92 et 95% respectivement pour les RPA et RCBH pour un âge de boues de 9 jours. De plus, les rendements d'élimination de la DCO sont de 93 et 96 % pour des âges de boues de 13 et 9 jours. La DCO soluble éliminée dans cette expérience est presque identique pour les réacteurs RPA et RCBH ($15 \text{ et } 12 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ dans le RPA à âge de boues de 13 jours, et $18 \text{ et } 13 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ pour un âge de boues de 9 jours dans le RPA et RCBH respectivement). Les réacteurs RPA et RCBH ont des rendements équivalents à âges de boues de 13 et 9 jours.

On pourrait déduire de ces résultats que la diminution de l'âge de boues, dans nos conditions d'expérimentation, n'a pas une influence remarquable sur l'élimination de la pollution carbonée. L'évolution des MES dans les effluents bruts et à la sortie des réacteurs RPA et RCBH à âge de boues de 9 jours est présentée sur le tableau III.16. La diminution de

l'âge de boues a une influence sur la concentration en MES dans le RPA mais négligeable sur celle du RCBH.

Les concentrations en MES à la sortie sont respectivement de 27 et 13 mg.L⁻¹ pour un âge de boues de 9 jours, alors que ces valeurs sont de 18 et 8 mg.L⁻¹ pour un âge de boues de 13 jours et pour un effluent presque identique.

Les rendements d'élimination des MES sont de 88 et 95% respectivement pour RPA et RCBH à âge de boues de 9 jours. Dans cet ordre, les rendements d'élimination de la MES sont de 93 et 96 % à âge de boues de 13 jours. Nous constatons aussi, que les valeurs obtenues pour un âge de boues de 9 jours sont en général légèrement supérieures à celles obtenues pour un âge de boues de 13 jours.

Ng *et al.*, (2005) ont reporté que la performance épuratoire de la pollution carbonée dans un réacteur hybride n'est pas influencé de la diminution d'âge de boues. Kargi *et al.*, (2002), ont reporté qu'avec une diminution de l'âge de boues de 15 à 10 jours, le rendement de l'élimination de la DCO dans un réacteur à boue activée ne diminue pas de manière significative (de 95 à 94%). Cela est principalement lié à présence de bactéries fixées sur des supports, en divisant un âge de boue réel beaucoup plus larg.

Tableau III.16: Concentration et l'abattement moyen de la DCO (totale et filtrée), DBO₅ et MES dans le RPA et RCBH à âge de boue de 9 jours

	DCO totale		DCO filtrée		DBO ₅		MES	
	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _T él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO _S él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DBO ₅ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%MESél.
RPA	46±8	92 ±2	18±4	89±3	14	94	27±3	88±3
RCBH	33±4	95±1	13±3	92±2	8	96	13±2	95±4

Le rendement moyen d'élimination de la DCO dans les différents compartiments est de 49, 31, 6 et 2% respectivement pour les quatre compartiments (figure 3.39). Nous constatons qu'avec la diminution de l'âge de boue, le rendement de l'élimination de la DCO dans le premier compartiment a diminué légèrement (de 79 % pour un âge de boue de 13 jours à 71% pour un âge de boue de 9 jours).

Nous constatons également qu'avec la diminution de l'âge de boue de 13 à 9 jours, le rendement de l'élimination de la DCO filtrée dans le deuxième compartiment a diminué aussi très légèrement de 15% à 12%.

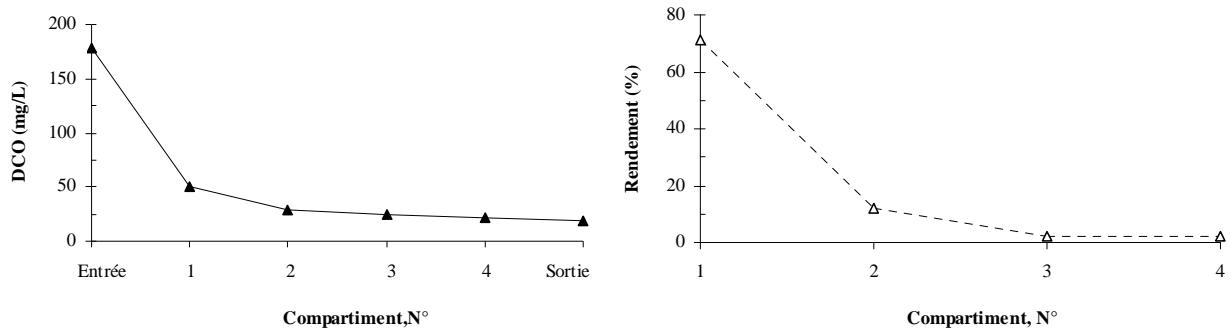


Figure III.39 : Évolution de la concentration et du rendement de la DCO soluble à âge de boue de 9 jours au long du RCBH

III.3.2.4 Etude de l'effet de l'ajout du biofilm sur la performance épuratoire du réacteur cascade (RP8)

Lors de la phase 8 (RP8), des cloisons en plexiglas ont été introduites dans le RPA, afin d'étudier spécifiquement la performance des réacteurs à écoulement cascade (le RC et le RCBH). En régime stabilisé, les valeurs présentées dans le tableau III.17 ont été appliquées.

Pour un âge de boue de 13 jours et une charge massique moyenne de $0,45 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$, un TRH de 10 h, une élimination de 95% de la DCO est obtenue dans le RCBH (concentrations moyennes de sortie en DCO et DBO_5 inférieures à 23 et 10 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ respectivement). Les valeurs moyennes de la DCO et DBO_5 en sortie du RC sont de 39 et 28 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ dans le RC. Les rendements d'élimination de la pollution carbonée, DCO, DBO_5 et MES, dans le RC sont respectivement de 92, 89 et 91%. En comparaison, les valeurs des mêmes paramètres sont de 95, 96 et 93% dans le RCBH.

Cette différence s'explique par la disparition d'une partie de la DCO facilement dégradable par le biofilm existant dans le réacteur hybride. Les valeurs des concentrations en DCO dans les deux réacteurs, atteignent les valeurs plus stables. Cette évolution s'explique par l'application des conditions plus favorables pour la dégradation de la charge carbonée (charge carbonée moyenne, temps de séjour hydraulique suffisamment grand et âge des boues favorable).

Tableau III.17: Concentration et abattement moyen de la DCO (totale et soluble), DBO₅ et MES dans le RC et RCBH

	DCO totale		DCO filtrée		DBO ₅		MES	
	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO ₇ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DCO ₅ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%DBO ₅ él.	Moyenne (mg.L ⁻¹)	%MESél.
RC	39±5	92 ±2	18±4	90±3	28	89	14±3	88±3
RCBH	23±4	95±1	12±2	93±2	10	96	11±3	95±4

Les rendements moyens de l'élimination de la DCO dans les deux premiers compartiments (C1 et C2) sont de 58 et 20% respectivement dans le RC et dans le même ordre de 78 et 6% dans le RCBH. Environ 80% de la pollution carbonée est éliminée dans les deux premiers compartiments (figure III.40).

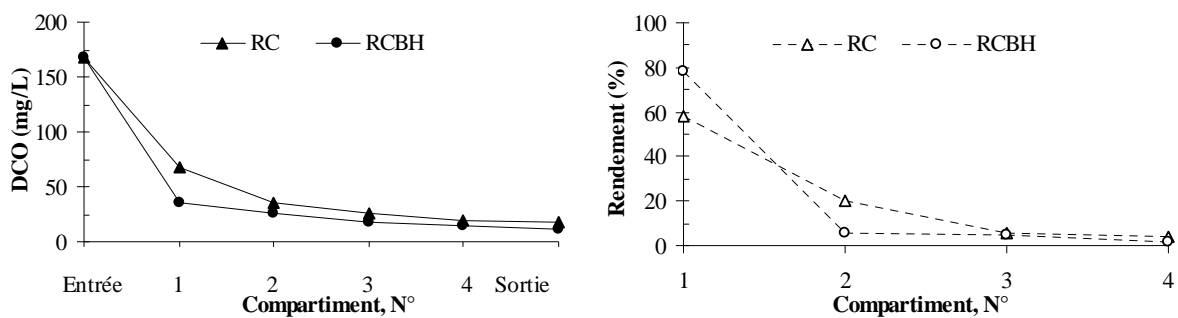


Figure III.40. Évolution de la concentration et du rendement de la DCO soluble lors de la RP8

III.3.2.5 Conclusion

Pour un âge de boue de 13 jours et pour une charge massique de $0,40 \pm 0,03$ kg DCO.(kgMVS.j)⁻¹ les rendements de l'élimination de la DCO totale dans les réacteurs RPA, RPBH, RC et RCBH sont respectivement de 89, 92, 91 et 93%. Pour la DCO soluble, ces rendements prennent dans le même ordre que précédemment des valeurs de 86, 88, 86 et 90%. Des résultats très proches sont obtenus avec la DCO totale ou la DCO filtrée et dans tous les cas les rendements obtenus avec les réacteurs hybrides sont meilleurs que ceux observés avec les réacteurs classiques.

À titre de comparaison, les rendements de l'élimination de la DCO totale sur les réacteurs RCBH et RPA avec un temps de rétention hydraulique de 3 h (soit une charge carbonée moyenne de $1,72$ kg DCO.(kg MVS.j)⁻¹) sont respectivement de 89 et 75%. Ils sont de 85 et 71% pour la DCO soluble. Ces résultats montrent que l'introduction d'une biomasse fixée dans des systèmes classiques à boues activées, peut améliorer la réponse du système à des surcharges hydrauliques.

III.3.3 Décantabilité et production de boues

Pour les mêmes conditions épuratoires les résultats de l'évolution de l'indice de Mohlman dans les différents réacteurs sont rapportés dans le tableau III.18. D'après les résultats obtenus, l'effet de l'écoulement piston conjugué à une biomasse fixée dans le réacteur à boues activées, est assimilable à une diminution potentielle de presque 60% du volume de décanteur secondaire.

Tableau III.18: Valeurs de l'indice de Mohlman (IM) dans les différents réacteurs étudiés

Réacteur	IM (mL.g ⁻¹)	Augmentation du rendement de décantation (%)	Production des boues (g MVS/g DCO _{éliminée})	Diminution de taux de production des boues (%)
RPA	174±31	0	0,41	0
RC	126±30	28	0,34	17
RPABH	83±15	52	0,3	27
RCBH	72±12	59	0,28	32

La production moyenne de boues pour une charge carbonée de 0,4 DCO.(kgMVS.j)⁻¹, un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, respectivement dans les RPA, RC, RPABH et RCBH, sont de 0,41, 0,34, 0,3 et 0,28 g MVS/g DCO_{éliminée}. Ainsi, le système hybride mis en place, comparé à un système à boue activée classique, permet de réduire de près de 32% le volume de boues produites. A titre de comparaison entre un réacteur classique et un réacteur hybride, dans le cas d'une charge hydraulique 3 fois supérieure à celle normalement admise dans des boues activées (TRH de 3 h), la production moyenne de boues dans les RPA et RCBH est de 0,8 et 0,45 g MVS.par g DCO_{éliminée}. Le système hybride expérimenté permet de diminuer de 43% la production de boues avec une forte charge carbonée de 0,43 kg DCO.(kg MVS.j)⁻¹.

III.3.4 Elimination aérobie de la charge azotée (RP1 et RP2)

III.3.4.1.1 Influence du support bactérien sur l'élimination de l'ammonium

L'étude a été réalisée dans les mêmes conditions pour les phases 1 et 2 (mise en place du support bactérien) : un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours. Les évolutions des concentrations en ammonium dans les réacteurs RPA et RC sont présentées sur la figure

III.41. Même si les processus de nitrification étaient présents avant l'ajout du biofilm, ceux ont très largement augmentés lors de l'ajout du garnissage avec un rendement moyen d'élimination de l'azote ammoniacal en régime stabilisé passant de 21 à 88% et de 30 à 89% respectivement dans les réacteurs RPA et RC.

Le premier mois, après l'ajout du support bactérien, les valeurs des concentrations en ammonium ont diminuées (de 21-26 à 13-15 mgN.L⁻¹) avant d'atteindre une valeur plus stable dans les deux réacteurs. A partir du deuxième mois l'amplitude de la concentration en ammonium en sortie des réacteurs a été faible dans les deux réacteurs et le rendement d'élimination de l'azote ammoniacal est resté relativement constant. Les résultats moyens obtenus lors des RP1 et RP2, sont rassemblés dans le tableau III.19. Les rendements de l'élimination de l'azote ammoniacal sont de 87 et 89% respectivement dans les RPABH et RCBH (pour des charges appliquées presque identiques et un TRH de 10 h). Ces valeurs sont de 20 et 29% respectivement pour le RPA et le RC, alors que la charge en azote est sensiblement la même.

Les rendements d'élimination de l'azote total sont de 42 et 53 % respectivement pour RPA et RC. Cette valeur est de 87 et 88% dans les RPABH et RCBH. Le rendement pour le RCBH est donc légèrement supérieur à celle dans le RPABH (Tableau III.19).

À titre de comparaison, le procédé à biomasse hybride proposé par Wanner *et al.* (1988), utilisant des garnissages en plastique flottant dans le bassin d'aération d'un réacteur parfaitement agité, a permis d'obtenir 37% de nitrification à des charges de 133 mg N.(L.j)⁻¹ avec un temps de rétention hydraulique de 24 h et un âge de boue de 5 jours.

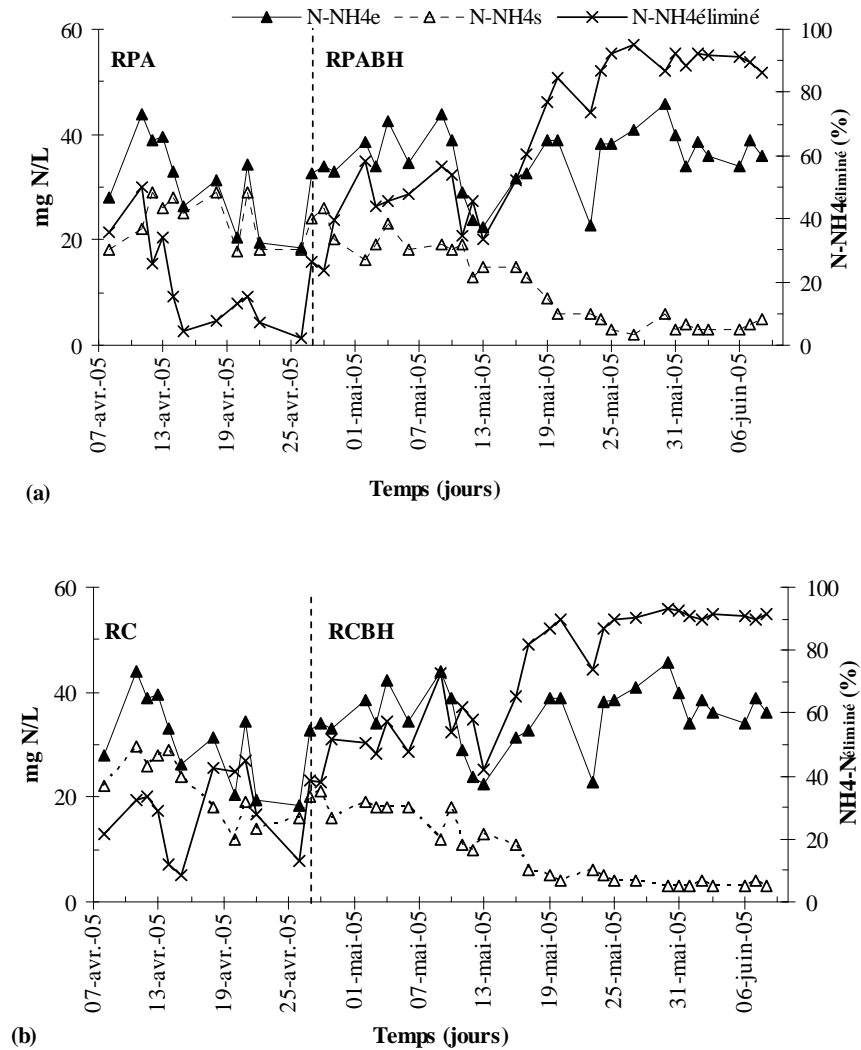


Figure III.41: Evolution de la concentration en ammonium et rendement d'élimination dans le RPA (a) et RC (b) lors des phases RP1 et RP2 (absence et présence d'une biomasse fixée)

En outre, Bohdziewicz *et al.*, (2006) ont obtenu un abattement d'azote total de 81,4% en appliquant une charge massique de $0,14 \text{ g DCO.}(\text{gMES.j})^{-1}$ et pour une concentration moyenne de 154 g N.L^{-1} avec un réacteur hybride parfaitement agité .

Tableau III.19: Résultats relatifs à l'élimination de l'azote dans les réacteurs parfaitement agités ou cascade en présence ou non d'une biomasse fixée

	Concentration (mg N.L ⁻¹)		Elimination (%)	
	RPA	RC	RPA	RC
N-NH ₄	24±5	21±6	20±15	29±5
NTK	25±4	23±6	42±11	53±10
N-NO ₃	7±2	8±2	-	
	RPABH	RCBH	RPABH	RCBH
N-NH ₄	4±1	4±1	87±5	89±12
NTK	7±1	6±1	88±3	88±2
N-NO ₃	26±4	28±5	-	

III.3.4.1.2 Influence de la charge hydraulique sur la nitrification dans le RCBH

Pour un âge de boue de 13 jours, la performance de nitrification du RCBH a été étudiée pour différents temps de rétention hydraulique (TRH) figure III.42. La charge azotée moyenne a augmenté de 138 à 490 mg N.(L.j)⁻¹ lors du passage du TRH de 10 à 3 h.

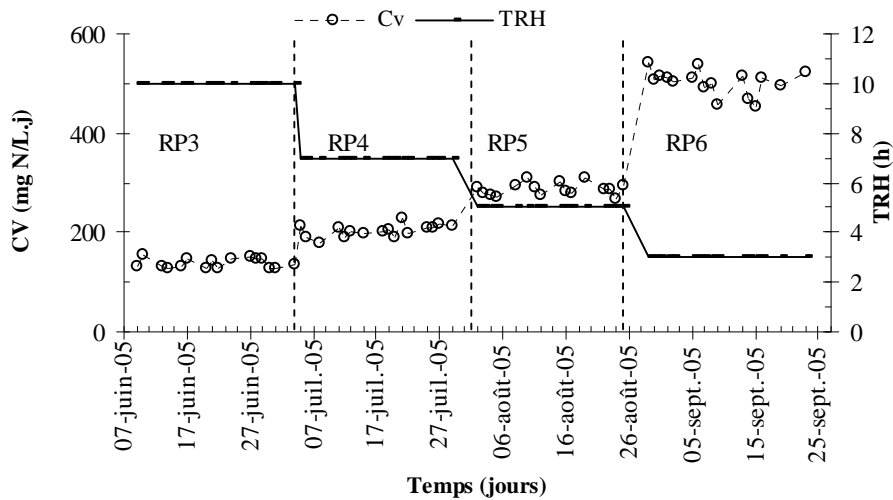


Figure III.42: Evolution de la charge azotée pour différents TRH

L'évolution d'élimination de l'azote ammoniacal dans le RCBH est présentée sur la figure III.43. Durant la RP3 (TRH de 10h), les concentrations en ammonium ont été inférieures à 5 mg N.L^{-1} . Au passage du TRH de 10 à 7h, on constate une augmentation importante de la concentration en ammonium qui atteint des valeurs variant de 16 et 22 mgN.L^{-1} . Cette évolution s'explique par l'augmentation de la charge azotée qui passe de 137 à $199 \text{ mgN.(L.j)}^{-1}$. La diminution du TRH à une valeur de 5 h (de RP4 à RP5) entraîne une nouvelle augmentation de la concentration en azote ammoniacal en sortie du réacteur RCBH ($29\text{-}34 \text{ mg N.L}^{-1}$) accompagnée d'une augmentation de la charge azotée de 199 à $286 \text{ mgN.(L.j)}^{-1}$. Dans la même logique, avec un temps de rétention hydraulique de 3 h, la concentration en ammonium du réacteur RCBH a augmenté jusqu'à 40 mg N.L^{-1} et la charge azotée de $490 \text{ mgN.(L.j)}^{-1}$.

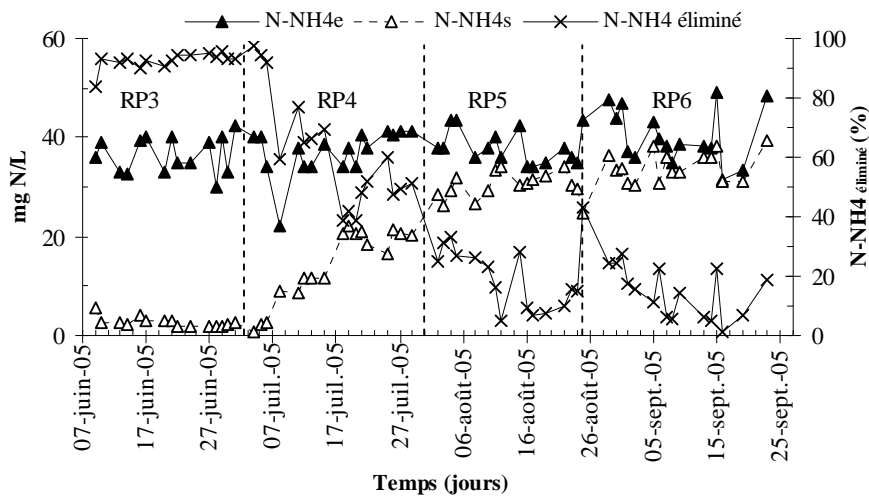


Figure III.43: Evolution de l'azote ammoniacal dans le RCBH lors d'une diminution du TRH (RP3 = 10h, RP4 = 7h, RP5 = 5h, RP6 = 3h)

L'évolution du rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal en fonction de la charge carbonée est présentée sur la figure III.44. Les rendements d'élimination de l'azote ammoniacal sont de 92, 61, 18 et 21% respectivement pour des TRH de 10, 7, 5 et 3 h. La valeur de rendement à TRH de 3 h est légèrement supérieure à celle de TRH de 5 h. La quantité d'ammonium éliminé lors du passage d'un TRH de 10h à 7h diminue de presque 30% avec une augmentation de 42% de la charge carbonée. Elle diminue ensuite de presque 40% au passage à un TRH de 7h avec une augmentation de 47% de la charge carbonée. La quantité d'ammonium éliminée dans les deux dernières expériences (TRH de 5 et 3h) est presque identique, alors que la concentration initiale en DCO est 1,5 fois plus élevée pour un TRH de 3h.

On déduit de ces résultats que la charge organique n'a pratiquement plus d'influence sur l'élimination de l'azote au-delà d'une certaine charge volumique, considérée comme égale à $2,69 \text{ kgDCO} \cdot (\text{m}^3 \cdot \text{j})^{-1}$. Les résultats relatifs à l'élimination de l'azote Kjeldahl et des concentrations en nitrate dans le RCBH en fonction de la charge azotée sont présentés sur le tableau III.20. Nous constatons que le rendement d'élimination de l'azote Kjeldahl pour une charge volumique en azote de $138 \text{ mg N} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$ est de 91% mais avec la diminution du temps de rétention hydraulique (TRH) de 10 à 7 h, cette valeur tombe à 69%. Pour les temps de

rétenion hydraulique de 5 et 3 h, les rendements de l'élimination de l'azote Kjeldahl sont presque identiques malgré l'augmentation de la charge azotée (1,5 fois plus élevée). La concentration en nitrate dans le RCBH a diminué avec la diminution du TRH et donc l'augmentation de la charge azotée. Pour un temps de rétenion de 3 h (charge azotée de 490 mg N.(L.j)⁻¹) le taux de nitrification est trop faible avec une concentration moyenne en nitrate de 7 mg.L⁻¹.

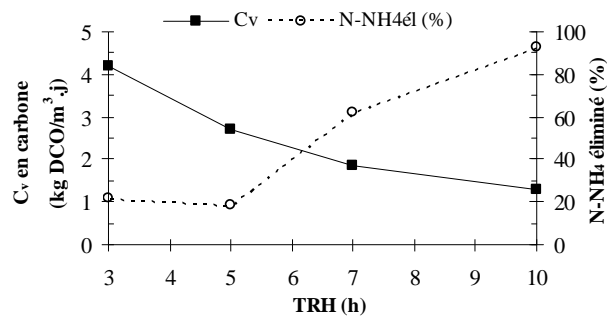


Figure III.44: Evolution du rendement de l'élimination de NH₄⁺ et de la charge volumique carbonée appliquée au RCBH en fonction du temps de rétenion hydraulique (TRH).

Andreottola *et al.*, (2003) ont utilisé un support fluidisé en plastique pour l'amélioration de la performance d'une petite station d'épuration des eaux usées urbaines en Italie. Une performance de nitrification de 90% est observée avec une surcharge hydraulique de 60% entraînant un TRH de 5,5-7 h.

Tableau III.20: Rendements d'élimination de l'azote en fonction de la charge volumique en azote suite à la variation du temps de rétenion hydraulique de 10 à 3h.

	C _v = 138 mg N.L ⁻¹	C _v = 199 mg N.L ⁻¹	C _v = 286 mg N.L ⁻¹	C _v = 490 mg N.L ⁻¹
	Moyenne Elimination (%) (mg.L ⁻¹)	Moyenne Elimination (%) (mg.L ⁻¹)	Moyenne Elimination (%) (mg.L ⁻¹)	Moyenne Elimination (%) (mg.L ⁻¹)
NTK	5±1 91±2	16±8 69±15	34±3 33±7	39±4 27±10
N-NO₃⁻	35±7	19±8	10±3	7±4

III.3.4.1.3 Effet de la diminution de l'âge des boues à charge azotée constante

La diminution de l'âge des boues de 13 à 9 jours (RP6 à RP7) pour une charge azotée de $126 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$ a été expérimentée à un TRH de 10 h. La performance d'élimination de l'azote ammoniacal est présentée sur la figure III.45. La performance d'élimination d'ammonium est presque identique (figure III.41), à condition stabilisée, car dans un système hybride la majorité des bactéries nitrifiantes est fixée sur les supports bactériens et non dans la liqueur mixte (Wanner *et al.*, 1988). Au cours de l'expérience RP7, une valeur minimale de $2 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ d'oxygène dissous est nécessaire pour maintenir la nitrification. Si celle-ci n'est pas respectée, le traitement de l'azote se dégrade rapidement. Un impact identique de la concentration en oxygène dissous a été mis en évidence par Wang *et al.*, (2007) pour une nitrification presque complète.

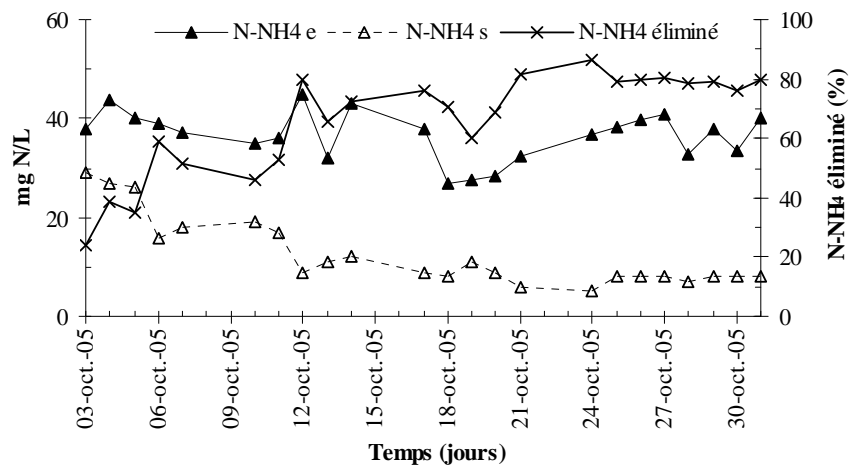


Figure III.45: Evolution de l'azote ammoniacal à âge de boue de 9 jours

III.3.4.2 Conclusion

Pour une charge carbonée de $0,43 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$, une charge azotée de $126 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, les rendements de l'élimination de l'azote ammoniacal dans les RPA, RC, RPABH et RCBH sont de 20, 29, 88 et 89% respectivement. On constate que le rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal dans les réacteurs hybrides a augmenté quel que soit la nature de l'écoulement dans le réacteur.

III.3.5 Évolution de la performance épuratoire du RCBH en présence de zones anoxies

III.3.5.1 Élimination aérobie-anoxie de la charge azotée

Dans cette partie du travail, une combinaison de zones anoxies et aérées a été expérimentée : les deux premiers compartiments (C1 et C2) sont maintenus en anoxie, suivies par deux compartiments aérobies (C3 et C4). Un recyclage interne avec un taux de $1,5Q_{\text{entrée}}$ est effectué du quatrième vers le premier compartiment pour le traitement des nitrates.

Une brosse en plastique avec une surface de $0,13 \text{ m}^2$ a été introduite dans chaque compartiment. Ce support a une surface totale de $0,53 \text{ m}^2$ soit $19,3 \text{ m}^2$ de support par m^3 de réacteur.

Les performances du RCBH ont été étudiées dans les conditions suivantes : un TRH de 10 h, un âge de boue de 13 jours, une charge massique de $0,42 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$ et une charge volumique en azote de $98 \text{ mg N} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$.

Les étapes importantes de l'expérimentation sont présentées dans le tableau III.21. Après la phase d'adaptation et de formation du biofilm, la performance du procédé pour la

nitrification et dénitrification a été étudiée en augmentant par deux la quantité du support bactérien. Suite à cette phase du travail, la performance du réacteur à boue activée classique a été évaluée en supprimant le support bactérien ainsi que le recyclage interne et en assurant l'aération de tous les compartiments.

Tableau III.21: Etapes de l'expérimentation lors de la partie 2

Etape 1	Démarrage de l'installation pilote (phase d'adaptation)
Etape 2	Formation du biofilm (confirmé par les résultats de la nitrification)
Etape 3	Arrêt de l'aération dans les C1 et C2 et recyclage de la liqueur mixte du C4 au C1 afin d'améliorer de la performance de la dénitrification
Etape 4	Augmentation de la quantité du support bactérien dans le réacteur
Etape 5	Vidange de la liqueur mixte du réacteur pour vérifier la performance du système et remplissage du réacteur avec une liqueur mixte du bassin d'aération de la STEP de Limoges
Etape 6	Enlèvement du support bactérien du réacteur (fonctionnement du RC classique)

III.3.5.1.1 Performance en nitrification

L'évolution de la concentration en azote ammoniacal dans le réacteur RCBH est présentée sur la figure III.46. On constate que durant les deux premiers mois (au démarrage de l'installation pilote), la concentration de la quantité d'azote en sortie du réacteur est très variable (de 11 à 36-29 mgN.L⁻¹) pour ensuite se stabiliser. Cette évolution s'explique par l'insuffisance de biofilm sur les supports pour la nitrification. La phase de formation du biofilm a été d'environ 6-8 semaines. A partir de ce temps, après la formation du biofilm, la concentration en oxygène dissous a diminué dans les deux premiers compartiments de 4 - 6 à 0,5 - 0,8 mg.L⁻¹ lorsque l'aération a été coupée. Nous constatons que la concentration en azote ammoniacal en sortie du réacteur de 17 avril au 10 mai varie entre 4 et 8 mgN.L⁻¹. Le rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal varie de 71 à 84%.

Dans l'étape suivante (étape 4), la quantité de support bactérien est doublée 0,53 m² à 1.06 m² soit 38,6 m² par m³ de réacteur. L'augmentation de la quantité de support bactérien

améliore la performance de l'élimination de l'azote ammoniacal. La concentration moyenne en azote ammoniacal en sortie du réacteur diminue de 6 à 2 mgN.L⁻¹ et le rendement moyen de l'élimination passe de 69 à 79%. Cette augmentation de rendement peut être attribuée à l'accroissement de la population de bactéries nitrifiantes sur les garnissages.

Pour la 5^{ème} étape (du 5 juin 2006), la totalité de la liqueur mixte du réacteur a été éliminée, et remplacée par la liqueur mixte du bassin d'aération de la STEP de Limoges. On peut voir que cette opération a une influence négative sur la performance de l'élimination de l'azote ammoniacal. La concentration moyenne en ion ammonium en sortie du réacteur a augmenté de 2 à 10 mgN.L⁻¹. Ces résultats laissent supposer que la plupart des bactéries nitrifiantes est attachée aux supports bactériens. Le rendement moyen de l'élimination en azote ammoniacal a diminué de 97 à 73%.

Pour la dernière étape, le support bactérien est supprimé. On observe alors que la concentration en azote ammoniacal augmente rapidement. La concentration moyenne en ion ammonium en sortie passe de 10 à 19 mgN.L⁻¹ et le rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal passe de 73 à 25%. Ce résultat montre l'importance de la biomasse fixée dans la mise œuvre de la nitrification.

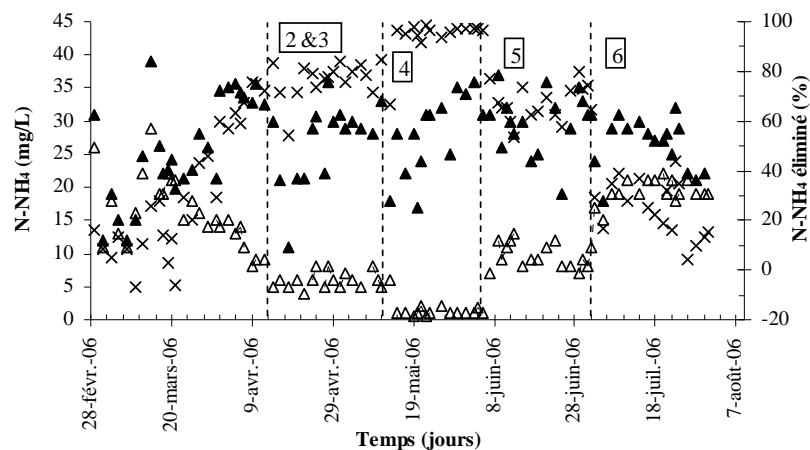


Figure III.46: Concentration en N-NH₄ en entrée (▲), en sortie (Δ) et rendement d'élimination de l'azote ammoniacal (×) dans le RCBH pour les 6 étapes décrites dans le tableau III.21

Plusieurs recherches confirment ces résultats (Hem *et al.*, (1994) ; Schlegel *et al.*, (2007) ; HO *et al.*, (1994) ; Downing *et al.*, (2007)).

III.3.5.1.2 Performance de la dénitrification

L'évolution de la concentration en ions nitrate durant les différentes étapes est présentée sur la figure III.47. Lors de la phase d'adaptation et de formation du biofilm, la concentration en nitrate a augmenté de 2 à 16-22 mg N.L⁻¹ à la sortie du réacteur.

Durant la sous - période 2 à partir de la mi-avril, après la mise en place des zones anoxies (C1 et C2) et la recirculation des nitrates produits dans la zone aérobie, la concentration moyenne en nitrate a diminuée rapidement de 22 à 6 mgN.L⁻¹.

Nous constatons que l'augmentation de la quantité de support (deux fois plus élevé) a une influence négative sur la performance de dénitrification avec une concentration en nitrate augmentant de 6 à 8 mg N.L⁻¹. La population microbienne dénitrifiante n'est pas ou peu présente dans la biomasse fixée sur le support bactérien. Cette hypothèse est vérifiée, car après le changement de la liqueur mixte (étape 5) la dénitrification est arrêtée et la concentration en nitrate augmente très rapidement de 8 à 18-21 mgN.L⁻¹. La concentration en nitrate diminue ensuite progressivement de 21 à 14-15 mg.L⁻¹. Cette amélioration s'explique par l'augmentation de la population dénitrifiante dans les zones anoxies. On peut conclure de ces résultats que seule la biomasse libre a une influence positive sur la dénitrification et le support bactérien présente un apport pour le traitement de l'azote plus particulièrement seulement dans les zones aérobies.

Dans la dernière sous-période (6), la concentration en nitrate diminue rapidement après l'enlèvement des supports bactériens et la mise en place du système classique à boue activée. La diminution de la nitrification dans le réacteur et en particulier la disparition des zones aérobies dans le biofilm entraîne une diminution rapide de la concentration en nitrate de 14 à 6-8 mgN.L⁻¹.

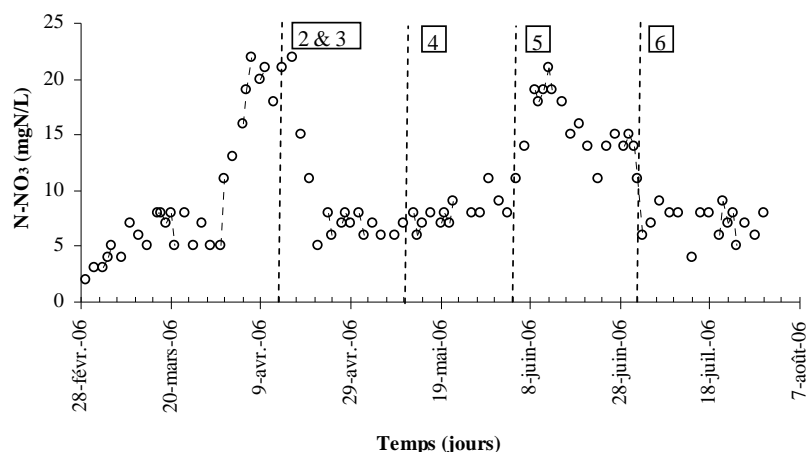


Figure III.47: Evolution de la concentration des ions nitrates durant les 6 étapes décrites dans le tableau III.21

III.3.5.1.3 Evolution de l'azote Kjeldahl (NTK)

L'évolution de l'azote Kjeldahl à la sortie du réacteur est présentée sur figure III.48. La concentration en NTK en entrée a varié entre 16-58 mg N.L⁻¹ lors de l'expérimentation. Comme pour la concentration en azote ammoniacal lors des deux premiers mois (sous-période 1), la concentration du NTK en sortie du réacteur suit des variations importantes (de 29 à 12-13 mgN.L⁻¹) avant d'atteindre des valeurs plus stables. Cette évolution s'explique aussi par l'absence du biofilm sur les supports pour la nitrification. On constate qu'à partir de début avril, la concentration en NTK à la sortie a diminué (1 mois après le démarrage de l'installation pilote). Suite à la seconde étape, la concentration moyenne en NTK a diminué jusqu'à 9 mg N.L⁻¹ après la mise en place des zones anoxies et le recyclage interne du nitrate. Le rendement de l'élimination du NTK est passé de 20 à 68-78%.

L'augmentation de la quantité du support bactérien durant la sous-période 4, a amélioré la performance épuratoire du réacteur et la concentration en NTK à la sortie a diminué de 9 à 4 mg N.L⁻¹. Le rendement moyen de l'élimination du NTK a augmenté de 71 à 77%.

La vidange de la liqueur mixte (étape 5) n'a pas une influence remarquable sur l'élimination du NTK dans le réacteur hybride. La concentration du NTK à la sortie du réacteur a augmenté de 4 à 11-14 mg N.L⁻¹. Suite à la dernière phase,, la concentration en NTK à la sortie du réacteur a augmenté très rapidement de 11 à 23-30 mg N.L⁻¹ et le rendement moyen d'élimination a diminué de 73 à 38%.

D'après ces résultats, 90% de la pollution azotée exprimée en azote Kjeldahl est éliminé dans un système hybride avec des zones anoxies-aérobies. Cette valeur est de 38% pour un système classique dans les mêmes conditions opératoires. La configuration du bassin d'aération en forme cascade, facilite la mise en place des zones anoxies-aérobies dans le réacteur.

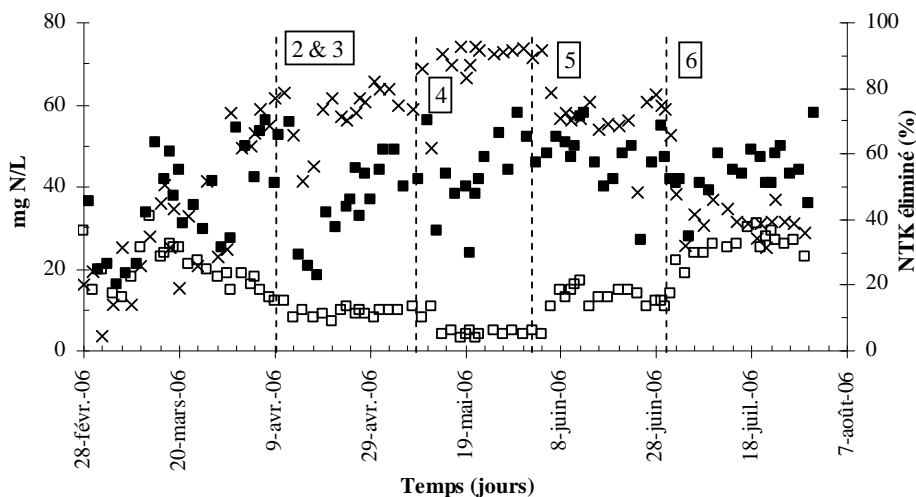


Figure III.48: Evolution de la concentration en azote kjeldahl (NTK) en entrée (■), en sortie (□) et rendement d'élimination de l'azote kjeldahl (×) pour les 6 étapes décrites dans le tableau 3.21

Vaiopoulou *et al.*, ont reporté un rendement d'élimination de 97% avec un temps de séjour hydraulique de 11,8 h et une charge massique comprise entre de 0,09 et 0,17 kg DBO₅.(kg MVS.j)⁻¹ dans des réacteurs en cascade avec une biomasse hybride et des secteurs anoxies et aérobies placés après un réacteur anaérobie. Le rendement d'élimination de l'azote ammoniacal est de 99% avec les mêmes conditions opératoires.

III.3.5.1.4 Distribution de la concentration en oxygène dissous dans les différentes zones du RCBH

La concentration en oxygène dissous dans les différentes zones du réacteur et fonction des étapes de l'étude est présentée sur la figure III.49. Nous constatons que cette dernière est toujours supérieure à 4 mg.L^{-1} dans les compartiments aérobies (C3 et C4) au cours de l'expérimentation. Dans une configuration classique (boues activées), la concentration en oxygène dissous dans les compartiments trois et quatre est toujours supérieure à celle des premier et deuxième compartiments en relation avec une consommation d'oxygène dissous liée à la dégradation des matières organiques dans les premiers compartiments. La concentration en oxygène dissous dans les compartiments anoxies est toujours inférieure à $0,9 \text{ mg.L}^{-1}$.

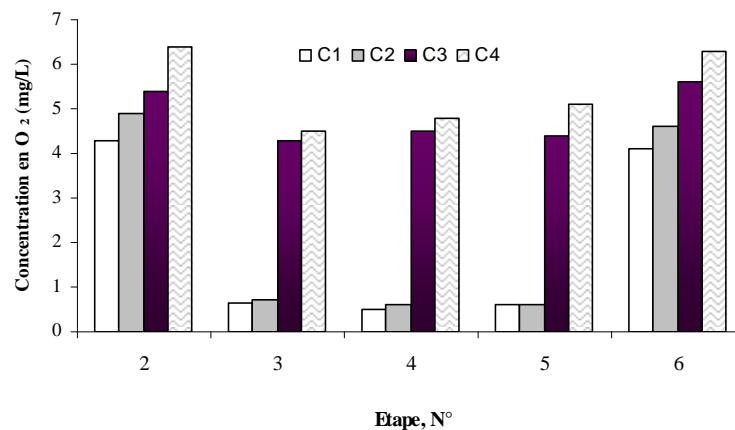


Figure III.49: Evolution de la concentration en oxygène dissous dans les différents compartiments du RCBH pour les 6 étapes décrites dans le tableau 3.21

III.3.5.1.5 Evolution de l'azote ammoniacal et du nitrate au long du RCBH

L'évolution des ions ammoniums et des nitrates dans différents compartiments durant les phases de 2 à 5 est présentée sur la figure III.50.

Durant les sous-périodes 2 et 3, le réacteur RCBH a fonctionné avec une surface totale de 0,53 m² de garnissage. La concentration en azote ammoniacal dans les compartiments anoxies (C1 et C2) n'a pas diminuée. Dans le premier compartiment aérobie la concentration moyenne des ions ammoniums est réduite de 23 à 11 mg N.L⁻¹ (70% du rendement total de l'élimination de l'azote ammoniacal du réacteur) et la concentration moyenne en azote ammoniacal de 11 à 8 mg N.L⁻¹.

En revanche, la concentration des ions nitrates a diminué rapidement dans les premiers compartiments anoxies : de 21 à 13 mg N.L⁻¹ dans le C1 et de 13 à 9 mg N.L⁻¹ dans le C2.

Lors de la deuxième sous-période d'expérimentation du 10 mai au 4 juin (augmentation de la quantité du garnissage), le rendement total d'élimination de l'azote ammoniacal a augmenté de 77 à 92%. La concentration en azote ammoniacal est passée de 24 à 8 mg N.L⁻¹ dans le C3 et de 8 à 3 mg N.L⁻¹ dans le C4. Le rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal a été de 73% dans le C3. Nous constatons que l'augmentation du taux du garnissage, n'a aucune influence sur la dénitrification mais que la biomasse en suspension est également utile pour le traitement.

Durant la sous-période 5 (du 4 juin jusqu'au 1 juillet), avec la vidange de la liqueur mixte du réacteur, le rendement de l'élimination d'azote ammoniacal a diminué de 92 à 70% et la concentration en azote ammoniacal de 26 à 16 mg N.L⁻¹ dans le C3 et de 16 à 11 mg N.L⁻¹ dans le C4. Le rendement de l'élimination d'azote ammoniacal est de 47% dans le C3.

Dans le même temps, la concentration moyenne en nitrate en sortie du réacteur a augmenté de 8 à 16 mg N.L⁻¹. Chudoba *et al.*, (2000) ont aussi rapporté de l'effet positif des supports bactériens sur la performance de la nitrification. Ils ont proposé de mettre des supports bactériens seulement dans les zones aérobies d'un réacteur à biomasse hybride.

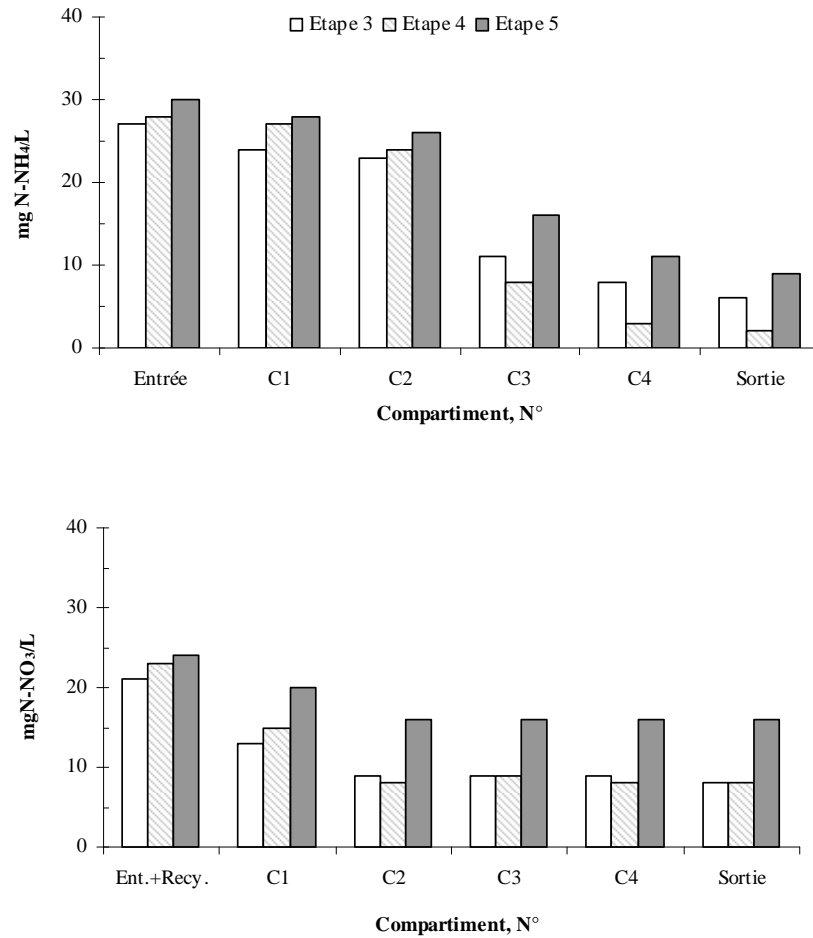


Figure III.50: Evolution de l'azote ammoniacal et du nitrate au long du réacteur RCBH avec des zones anoxies

III.3.5.2 Performance d'élimination de la charge carbonée, décantabilité et production des boues

Les autres résultats de la performance du système sont présentés au tableau III.22. Nous constatons qu'avec un temps de séjour hydraulique de 10 h, à un âge de boue de 13 jours, une charge massique moyenne de $0,42 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$ et une charge volumique

en azote de $98 \text{ mg N.}(\text{L.j})^{-1}$, les meilleurs rendements sont obtenus dans le réacteur RCBH avec une surface totale de support de $1,06 \text{ m}^2$. Dans ce cas, la qualité de la décantation des boues dans le RCBH est la meilleure selon le tableau III.22. L'indice de Mohlman dans les réacteurs hybrides est toujours inférieur au procédé classique, sauf lors de la phase 5. L'indice de Molhman de la liqueur mixte de la STEP de Limoges est de 250 mL.g^{-1} au moment du prélèvement, mais avec les nouvelles conditions opératoires dans le RCBH, il passe à une valeur de 122 mL.g^{-1} aux derniers jours de la sous-période 5.

L'influence de la mise en place des zones anoxies- aérobies sur l'élimination de la pollution carbonée n'est pas remarquable, car le temps de séjour hydraulique dans le réacteur est suffisamment long pour le traitement des eaux usées urbaines pour une charge massique moyenne.

Tableau III.22 : Résultats de la performance du réacteur RCBH

Etape	DCO totale éliminée (%)	DCO filtrée éliminée (%)	DBO ₅ éliminée (%)	IM (mL.g-1)	Production de boues (kg MVS.(kg DCO.j) ⁻¹)
Etape 1	85	87	92	97	0,24
Etape 2 & 3	86	85	91	87	0,22
Etape 4	93	91	93	82	0,21
Etape 5	91	89	92	145	0,26
Etape 6	90	90	83	134	0,43

Le taux de production de boues hétérotrophes est minimum dans le réacteur hybride contenant 1.06 m^2 de support bactérien. La production de boue dans ce système est presque la moitié de celle observée dans un système à boue activée classique (tableau III.22). Nous constatons que la présence des zones anoxies influence peu la production de boues dans le système hybride.

III.3.6 Conclusion

Pour un âge de boue de 13 jours et pour une charge massique de $0,40 \pm 0,03 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$ les rendements de l'élimination de la DCO totale dans les réacteurs RPA, RPABH, RC et RCBH sont respectivement de 89, 92, 91 et 93%. Pour la DCO soluble, ces rendements prennent dans le même ordre que précédemment des valeurs de 86, 88, 87 et 90%. Des résultats très proches sont obtenus avec la DCO totale ou la DCO filtrée et dans tous les cas les rendements obtenus avec les réacteurs hybrides sont meilleurs que ceux observés avec les réacteurs classiques. À titre de comparaison, les rendements d'élimination de la DCO totale sur les réacteurs RCBH et RPA avec un temps de rétention hydraulique de 3 h (soit une charge carbonée moyenne de $1,72 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$) sont respectivement de 89 et 75%. Ils sont de 85 et 71% pour la DCO soluble. Ces résultats montrent que l'introduction d'une biomasse fixée dans des systèmes classiques à boues activées, peut améliorer la réponse du système à des surcharges hydrauliques.

L'effet de l'écoulement piston conjugué à une biomasse fixée dans le réacteur à boues activées, est assimilable à une diminution potentielle de presque 60% du volume de décanteur secondaire par la diminution de l'indice de Mohlman.

La production moyenne de boues pour une charge carbonée de $0,4 \text{ DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$, un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, respectivement dans les RPA, RC, RPABH et RCBH, sont de 0,41, 0,34, 0,3 et 0,28 g MVS/g DCO éliminée. Ainsi, le système hybride mis en place, comparé à un système à boue activée classique, permet de diminuer de près de 32% le volume de boues produites. À titre de comparaison entre un réacteur classique et un réacteur hybride, dans le cas d'une charge hydraulique 3 fois supérieure à celle normalement admise dans des boues activées (TRH de 3 h), la production moyenne de boues dans les RPA et RCBH est de 0,8 et 0,45 g MVS.par g DCO_{éliminée}. Le système hybride expérimenté permet de diminuer de 43% la production de boues avec une forte charge carbonée de $0,43 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$.

Pour une charge carbonée de $0,43 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$, une charge azotée de $126 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, les rendements de l'élimination de l'azote ammoniacal dans les RPA, RC, RPABH et RCBH sont de 20, 29, 88 et 89%

respectivement. On constate que le rendement de l'élimination de l'azote ammoniacal dans les réacteurs hybrides a augmenté quelque soit la nature de l'écoulement dans le réacteur.

La configuration du réacteur cascade avec des zones anoxies est efficace pour le traitement de la pollution azotée. Selon les résultats, 90% de la pollution azotée en azote Kjeldahl est éliminée dans un système hybride avec des zones anoxies-aérobies. Cette valeur est de 38% pour un système classique selon les mêmes conditions opératoires.

Avec une augmentation de la surface totale du support bactérien le rendement de la nitrification a augmenté de 69 à 79%, amélioration pouvant s'expliquer par l'effet positif d'ajout de la biomasse fixée. L'effet de la biomasse en suspension sur la performance de nitrification est faible par rapport à biomasse fixée.

Il apparaît que l'augmentation de la quantité du support bactérien (double) n'a pas une influence positive sur la performance de la dénitrification. La population microbienne dénitrifiante ne semble pas être associée directement au biofilm car la concentration en nitrate a augmentée très rapidement de 8 à 18-21 mgN.L⁻¹ et la dénitrification est arrêtée après la vidange de la liqueur mixte du réacteur.

Ainsi, l'introduction d'un support bactérien seulement dans les zones aérobies du réacteur favorise les germes autotrophes nitrifiants, tandis que les organismes hétérotrophes dénitrifiants sont plutôt présents dans la biomasse libre.

IV. CONCLUSION GENERALE

L'étude présentée a pour objectif final de proposer les moyens du développement et d'amélioration de la performance épuratoire d'un procédé hybride (RCBH), notamment pour des stations d'épuration des eaux usées domestiques qui travaillent avec une surcharge organique ou hydraulique. La combinaison d'un système à culture libre et d'un système à culture fixée, comme c'est le cas dans les réacteurs hybrides, est une alternative aux procédés à boue activée afin d'améliorer la productivité d'une station d'épuration et la qualité des eaux rejetées. Cette configuration doit permettre, d'associer au sein d'un même bassin, grâce au garnissage, des métabolismes biologiques nitrifiant et dénitrifiant, tout en maintenant un temps de séjour hydraulique assez court et des vitesses de métabolisation du carbone organique rapide.

Un tel procédé présente plusieurs avantages; il permet entre autre de satisfaire aux normes de rejets de manière constante, quelles que soient a priori la composition et la nature de l'effluent. Dans ce contexte, nous avons focalisé notre travail sur la compréhension de l'action des paramètres de configuration et sur le rôle de la typologie de la biomasse.

Pour améliorer l'analyse des facteurs agissant sur la performance épuratoire des réacteurs biologiques (hydrodynamique du bassin d'aération, charge massique, âge des boues, charge volumique en azote, temps de séjour hydraulique) et sur la maîtrise des processus de nitrification et de dénitrification, une démarche expérimentale a été menée. Trois séries d'expérimentations de longue durée ont été effectuées sur les installations pilotes afin d'obtenir la mise en place d'une succession de régimes stabilisés.

Conclusions d'ordre méthodologique

Dans un premier temps, l'hydrodynamique de réacteurs parfaitement agités (RPA) et de réacteurs compartimentés (sans et avec garnissage) a été étudiée.

Les distributions des temps de séjour (DTS) dans chaque compartiment du réacteur cascade et dans le RPA montrent que le garnissage ne modifie pas de manière significative l'allure des courbes de DTS théoriques, notamment la position du pic et la traînée. La faible

différence entre les courbes obtenues sans garnissage et avec garnissage est reliée à la faiblesse du volume de garnissage par rapport au volume total des réacteurs.

A l'aide de ces résultats, on peut affirmer que le réacteur compartimenté avec une biomasse hybride (RCBH) est assimilable à une cascade des RPA sans court circuit ni volume mort. Le nombre de réacteurs en cascade obtenu expérimentalement est respectivement de 3,6 et 3,9 pour le réacteur compartimenté sans et avec garnissage.

Dans un seconde temps, nous avons cherché à appliquer et à valider des techniques d'évaluation des activités pour discriminer les différents types métaboliques (activités hétérotrophiques et autotrophiques). Les méthodes respirométriques sont des techniques rapides, non intensives et automatisables. Le protocole de respirométrie mis en place permet, après optimisation du débit d'oxygène et de la quantité de substrat à injecter, d'évaluer l'activité épuratoire globale des microorganismes. Les concentrations théoriques de la biomasse au sein du biofilm sont estimées par la mesure de la respiration exogène, correspondant dans un premier temps à la dégradation d'une source de carbone organique (OUR_{exoH}), et dans un second temps, à la dégradation de l'azote ammoniacal (OUR_{exoA}).

Les tests respirométriques réalisés montrent la présence d'une concentration en biomasse plus importante dans le réacteur hybride composée d'une proportion de bactéries autotrophes élevée contrairement au réacteur à culture libre. Les résultats ont révélé la présence d'une biomasse plus importante dans le premier compartiment avec la présence de 550 mg.L^{-1} de bactéries hétérotrophes et de 200 mg.L^{-1} de bactéries autotrophes. Les autres compartiments présentent une concentration moindre en biomasse en raison d'une croissance limitée par la quantité de substrat. De plus, la présence de cloison ne permet pas d'accroître la concentration en biomasse mais augmente les performances épuratoires.

Performances des procédés hybrides

La partie expérimentale a été conduite en comparant une biomasse hybride à celle d'une culture libre. La première partie des expérimentations a été menée sur un effluent synthétique dans l'objectif d'étudier l'impact des différents facteurs sur la performance des

réacteurs, pour des conditions biologiques maîtrisées. Des conditions opératoires adéquates pour le traitement d'une eau domestique modèle ont été proposées.

La seconde partie de l'étude s'est déroulée en alimentant le réacteur avec des eaux usées domestiques pour valider les performances observées.

Elimination de la pollution carbonée

En alimentant avec un effluent synthétique, pour un âge de boue de 13 jours et pour une charge massique de $0,29 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$, le rendement d'élimination de la DCO dans le réacteur RCBH est de $98 \pm 1\%$. Cette valeur est de $94 \pm 1\%$ pour le RPA et de $96 \pm 2\%$ pour le réacteur cascade (RC).

Lors d'une alimentation avec un effluent urbain, pour un âge de boue de 13 jours et pour une charge massique de $0,40 \pm 0,03 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$, les rendements de l'élimination de la DCO totale dans les réacteurs RPA, RPABH, RC et RCBH sont respectivement de 89, 92, 91 et 93%. Dans le même ordre, ces valeurs sont respectivement de 86, 88, 87 et 90% pour la DCO filtrée. On remarque que la modification de l'hydrodynamique par la création d'une composante piston sur l'écoulement ou la création d'une biomasse hybride, provoque une évolution favorable à l'élimination de la pollution carbonée.

Elimination de la pollution azotée

Pour le système à biomasse hybride (RCBH) avec aération des compartiments, alimenté avec un effluent synthétique et pour un âge de boue de 13 jours, une augmentation très nette de l'élimination de l'azote ammoniacal a été observée avec une amélioration de 60% de l'élimination en comparaison à un système RPA avec une biomasse libre (système à boue activée classique).

Avec une charge carbonée de $0,43 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kg MVS} \cdot \text{j})^{-1}$, une charge azotée de $126 \text{ mgN} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, les rendements de l'élimination de

l'azote ammoniacal dans les RPA, RC, RPABH et RCBH sont respectivement de 20, 29, 88 et 89%. Ainsi, le rendement d'élimination de l'azote ammoniacal dans les réacteurs hybrides a augmenté quelque soit l'hydrodynamique du réacteur. Cette dernière, n'influence pas de manière significative l'élimination de l'azote ammoniacal.

Avec un temps de séjour hydraulique de 10 h, un âge de boue de 13 jours, une charge massique moyenne de $0,42 \text{ kg DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$ et une charge volumique en azote de $98 \text{ mg N} \cdot (\text{L} \cdot \text{j})^{-1}$, les meilleurs rendements sont obtenus dans le réacteur RCBH avec une surface totale de support bactérien égale à $1,06 \text{ m}^2$. Ainsi, 90% de la pollution azotée (azote total kjeldahl) est éliminé dans un système hybride avec des zones anoxies-aérobies dans le même réacteur. Dans les mêmes conditions expérimentales, cette valeur est de 38% pour un système classique. La configuration compartimentée du bassin d'aération facilite la mise en place des zones anoxies-aérobies dans le réacteur.

Durant toute la durée d'expérimentation dans le réacteur cascade, le rendement de l'élimination de la pollution carbonée et azotée dans le premier compartiment est de 50 à 75% de la pollution totale et inférieure de 20% dans le dernier compartiment. Ce résultat est en accord avec le nombre de compartiments choisi (4 compartiments). De plus, la configuration du réacteur cascade permet la mise en place de la nitrification/dénitrification dans le même réacteur, ce qui est un gros avantage pour un système biologique de l'élimination de l'azote.

Décantabilité et production des boues

En alimentant avec un effluent synthétique, on remarque que le changement de configuration du bassin d'aération et l'introduction du biofilm permettent d'améliorer la qualité de la décantation des boues activées. Le volume du décanteur secondaire d'un système classique (réacteur agité de boues activées) peut-être diminué de 36% en changeant la configuration interne du bassin d'aération. Cette valeur est de 55% avec l'effet conjugué de l'hydrodynamique et d'une biomasse hybride.

En alimentant avec des eaux usées urbaines, la production moyenne de boues avec une charge carbonée de $0,4 \text{ DCO} \cdot (\text{kgMVS} \cdot \text{j})^{-1}$ un TRH de 10 h et un âge de boue de 13 jours, dans

les RPA, RC, RPABH et RCBH sont respectivement de 0,41, 0,34, 0,3 et 0,28 g MVS/g DCO éliminée. Ainsi, un système hybride, comparé à un système à boue activée classique, peut diminuer de près de 32% le volume de boues hétérotrophes. Le taux de production de boues hétérotrophes est diminué par l'introduction des supports bactériens et par le changement de l'hydrodynamique du bassin d'aération.

Limite de charge massique applicable aux installations pilotes

Le réacteur RCBH alimentée par des ERU est capable de traiter le carbone de façon poussée avec des charges massiques presque quatre fois supérieures à la valeur conventionnelle. La valeur de la charge massique maximale permettant de garantir un rendement de l'élimination de la DCO totale de 90% à une charge massique de 1,71 kg DCO.(kgMVS.j)⁻¹ en maintenant une bonne décantation des boues et un taux de production de boues acceptable.

Perspectives

Ce travail a montré que la performance de la dégradation de la pollution carbonée et azotée dépendait très largement des conditions hydrodynamique et de la nature des biomasses mises en oeuvre. Les recherches doivent être poursuivies en travaillant sur un RCBH avec des zones aérobie et anoxie et en développant des modèles pour une meilleure compréhension des mécanismes de transformation du carbone et de l'azote. Pour ce faire, il sera nécessaire de confronter les données expérimentales aux paramètres de modèles, intégrer les fluctuations dans la composition de l'effluent (concentrations, ratios DCO/NTK, fractionnement de la matière organique) et différencier les limites annoncées en fonction de la nature de l'effluent (ratios DCO/DBO₅ et DCO/MES).

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

AHPA (1995). Standard methods for the examination of water and wastewater, 19th Edition, AWWA.

Alves M.M., Pereira M.A., Novais J.M., Polanco F. F. & Mota M. (1999). A new device to select microcarriers for biomass immobilization: application to an anaerobic consortium. *Water Environ. Res.*, 71(2), 209-217.

Andreottola G., Foladori P., Gatti G., Nardelli P., Pettena M. & Ragazzi M. (2003). Upgrading of a small overloaded activated sludge plant using a MBBR system. *Journal Environm. Sci. Health*, 38 (10), 2317-2328.

Annachhatre A. P. & Bhamidimarri S. M. R. (1992). Microbial attachment and growth in fixed-film reactors: Process start up considerations. *Biotechnol. Advances* 10 (1), 69-91.

Apilanez I., Gutidérrez A. & Diaz M., (1998). Effect of surface materials on initial biofilm development. *Bioresource Technol.*, 66, 225-230.

Azimi A.A., & Zamanzadeh M. (2006). The effect selectors and reactor configuration on filamentous sludge bulking control in activated sludge. *Pakistan J. Biologi. Sci.* 9(3), 345-349.

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. *Water Sci. Technol.*, 40 (4-5), 451-458.

Belkhadir R. (1986). Etude fondamentale des biomasses fixées : description et modélisation des films biologiques anaérobies. Thèse de doctorant, INSA Toulouse.

Berg U. T. & Nyholm N. (1996). Biodegradability simulation studies in semicontinuous activated sludge reactors with low ($\mu\text{g/L}$ range) and standard (ppm range) chemical concentrations. *Chemosphere*, 33(4), 711-735.

Brito A., Rodrigues A.C., & Melo L. F. (1997). Feasibility of a pulsed sequencing batch reactor with anaerobic aggregated biomass for the treatment of low strength wastewater. *Water Sci. Technol.*, 35(1), 193-198.

Buffière P., Steyer J.P., Fonade C. & Moletta R., (1995). Comprehensive modeling of methanogenic biofilms in fluidized bed systems. *Biotechnol. Bioeng.*, 48 (6) 725-736.

Buffière P. (1995). Contribution à l'étude des interactions entre la cinétique biologique, les transferts et l'hydrodynamique dans les procédés intensifs de traitement des eaux usées. Approches génériques et applications. Dossier de candidature en vue de l'obtention du Diplôme d'Habilitation à Diriger des Recherches, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement, INRA Narbonne.

Burica O., Strazar M. & Mahne I. (1996). Nitrogen removal from wastewater in a pilot plant operated in the recirculation anoxic-oxic activated sludge mode. *Water Sci. Technol.*, 33 (12), 255-258.

Casellas M., Dagot C., Baudu M., (2006). Set up and assessment of a control strategy in a SBR in order to enhance nitrogen and phosphorus removal. *Process Biochem.* 41 (9), 1994-2001.

Christensson M. & Welander T. (2004). Treatment of municipal wastewater in a hybrid process using a new suspended carrier with large surface area. *Water Sci. Technol.*, 49(11-12), 207-214.

Chuang H. P., Ohashi A., Imachi H., Tandukar M. & Harada H. (2006). Effective partial nitrification to nitrite by down-flow hanging sponge reactor under limited oxygen condition. *Water Res.*, 41(2), 295-302.

Chudoba P. & Pujol R. (2000). Technical solutions for upgrading high rate and medium loaded activated sludge plants for nutrient removal. *Water Sci. Technol.*, 41(9), 131-138.

Chui P.C., Terashima Y., Tay J.H., & Ozaki H. (2001). Wastewater treatment and nitrogen removal using submerged filter systems. *Water Sci. Technol.* 43(1), 225-232.

Carrera J., Jubany I., Carvallo L., Chamy R., Lafuente J., (2003). Kinetic models for nitrification inhibition by ammonium and nitrite in a suspended and an immobilised biomass systems. *Process Biochem.*, 39, 1159-1165.

Cui R., Chung W.J., Jahng D. (2005). A rapid and simple respirometric biosensor with immobilized cells of *Nitrosomonas europaea* for detecting inhibitors of ammonia oxidation. *Biosensors Bioelectr.*, 20 1788-1795.

Diehl S. & Jeppsson U. (1998). A model of the settler coupled to the biological reactor. *Water Res.*, 32(2), 331-342

Dockhorn T., Dichtland N. & Kayser R. (2001). Comparative investigations on COD-removal in sequencing batch reactors and continuous flow plants. *Water Sci. Technol.*, 43(3), 45-52.

Downing L.S. & Nerenberg R. (2007). Performance and microbial ecology of the hybrid membrane biofilm process for concurrent nitrification and denitrification of wastewater. *Water Sci. Technol.*, 55 (8-9), 355-362.

Eberl H. J., Picioreanu C., Heijnen J.J. & van Loosdrecht M.C.M. (2000). A threedimensional numerical study on the correlation of spatial structure, hydrodynamic conditions, and mass transfer and conversion in biofilms. *Chem. Eng. Sci.*, 55, 6209-6222.

Eckenfelder W.W. & Grau. (1992). Activated sludge process design and control: Theory and Practice. *Water Quality Management Library*, edited by W.W. Eckenfelder, J.F.J. Malina and J.W. Patterson, 1. 8 vols. Technomic Publication, Lancaster, Pennsylvania (USA).

Eiroa M., Kennes C. & Veiga M.C. (2005). Simultaneous nitrification and formaldehyde biodegradation in an activated sludge unit. *Bioresource Technol.* 96, 1914-1918.

Eker S., Kargi F. (2006). Biological treatment of para-chlorophenol containing synthetic wastewater using rotating brush biofilm reactor. *Hazardous Materials*, B135, 365-371.

Elmaleh S., Defrance M. B., Ghommidh C. & Navarro J. M. (1996). Acidogenic effluents treatment in a yeast reactor. *Water Res.*, 30(10), 2526-2529.

Elmaleh S., Defrance M. B. & Ghommidh C. (1999). Organic acids oxidation by *Candida utilis*: application to industrial waste water treatment. *Process Biochem.*, 35, 441-449.

Elmaleh S., Defrance M. B., & Ghommidh C. (1999). Organic acids oxidation by *Candida utilis*: application to industrial waste water treatment. *Process Biochem.*, 35(5), 441-449.

Fdez-Polanco F., Real F.J. & Gaecia P.A. (1994). Behaviour of an anaerobic/aerobic pilot-scale fluidized bed for the simultaneous removal of carbon and nitrogen. *Water Sci. Technol.*, 29 (10-11), 339-346.

FNDAE, Ministère de l'Agriculture de la Pêche et de l'Alimentation (1998). Filières d'épuration adaptées aux petites collectivités, 1^{ère} éd., n°22, CEMAGREF Éditions, Paris, France.

FNDAE, Ministère de l'Agriculture de la Pêche et de l'Alimentation (2002). Traitement de l'azote dans les stations d'épuration biologique des petites collectivités. n°25, CEMAGREF Éditions, Paris, France.

Fouad M. & Bhargava R. (2005). A simplified model for the steady-state biofilm-activated sludge reactor, *Journal of Environmental Management.* 74 (3), 245-253.

Frijters C.T.M.J., Eikelboom D.H., Mulder A. & Mulder R. (1997). Treatment of municipal wastewater in a Circox Airlift reactor with integrated denitrification. *Water Sci. Technol.*, 36 (1), 173-181.

Fuerhacker M., Bauer H., Ellinger R., Sree U., Schmid H., Zibuschka F., & Puxbaum H. (2000). Approach for a novel control strategy for simultaneous nitrification/denitrification in activated sludge reactors. *Water Res.*, 34 (9), 2499-2506.

Fux C., Bohler M., Huber P., Brunner I., & Siegrist H. (2002). Biological treatment of ammonium-rich wastewater by partial nitrification and subsequent anaerobic ammonium oxidation (anammox) in a pilot plant. *Journal Biotechnol.*, 99 (3), 295-306.

Ganesan M.V., Saravanan, V., Sreekrishnan, T.R. (2007). Formation and hydrodynamic of aerobic granules in an activated sludge system. *Environmental technol.* 28(2), 217-224.

Gebara F. (1999). Activated sludge biofilm wastewater treatment system *Water Res.*, 33 (1), 230-238.

Germain E., Bancroft L., Dawson A., Hinrichs C., Fricker L. & Pearce P. (2007). Evaluation of hybrid processes for nitrification by comparing MBBR/AS and IFAS configurations. *Water Sci. Technol.*, 55 (8-9), 43-49.

Gjaltema A., van der Marel N., van Loosdrecht M.C.M., Heijnen J.J. (1997). Adhesion and biofilm development on suspended carriers in airlift reactors: hydrodynamic conditions versus surface characteristics. *Biotechnol. Bioeng.*, 55(6), 880-889.

Golla P.S. & Lin J.N. (1991). Cold temperature nitrification using the Captorprocess. *Proceedings of the 46th Industrial Waste Conference*, Lewis Publishers, 631-640.

Hamoda M. F., Bin-Fahad R. A. (2006). Upgrading secondary biological treatment of wastewater using anoxic/aerobic attached growth systems for effluent quality improvement. *Int. J. Environm. Technol. Management*, 6 (5), 434-447.

Hamoda M.F. & Al-Ghusani I.A. (1998). Analysis of organic removal rates in the aerated submerged fixed film process. *Water Sci. Technol.*, 38 (8-9), 213-221.

Hamoda M.F., Zeidan M.O. & Al-Haddad A.A. (1996). Biological nitrification kinetics in a fixed-film reactor. *Bioresource Technol.*, 58, 41-48.

Hamoda M.F. & Al-Sharekh, H.A. (2000). Performance of a combined biofilm-suspended growth system for waste water treatment. *Wat. Sci. Technol.*, 41, 167-175.

Hao X., Doddema H.J., & van Groenestijn J.W. (1995). Fibrous carriers as packing materials to enhance denitrification in biological wastewater treatment. *European Water Pollution Control*, 5(2), 28-33.

Hashimoto N. & Sumino T. (1998). Wastewater treatment using activated sludge entrapped in polyethylene glycol prepolymer. *Journal of Fermentation and Bioengineering*, 86(4), 424-426.

Hem L.J., Rusten, B. & Odegaard H. (1994). Nitrification in a moving bed reactor. *Water Res.*, 28(6), 1425-1433.

Henze M., Grady C.P.L.Jr. W., Marais G.V.R., Matuso T., (1986). Activated sludge model n°1. IAWPRC. Scientific and technical reports No.1.

Heijnen J.J., Mulder A., Enger W., Hoeks F. (1989). Review on the application of anaerobic fluidized bed reactors in wastewater treatment. *Chem. Eng. Journal*, 41, 37-50.

Hibiya K., Nagai J., Tsuneda S., Hirata A. (2003). Simple prediction of oxygen penetration depth in biofilms for wastewater treatment. *Journal Biochem. Eng.*, 95 (2), 170-178.

Ho K. M., Greenfield P. F., Blackall L. L., Bell P. R.F. & Krol A. (1994). A comparison of biological nutrient removal in intermittent cyclic and continuous activated sludge systems. *Resources, Conservation and Recycling*, 11, 149-159.

Hu Z., Ferraina Richard A., Ericson Jon F., MacKay Allison A., Smets Barth F. (2005). Biomass characteristics in three sequencing batch reactors treating a wastewater containing synthetic organic chemicals. *Water Res.*, 39, 710-720.

IFEN (2003). Les comptes économiques de l'environnement en 2001, Rapport de la commission des comptes et de l'environnement. Orléans, 168 p.

Jianlong W., Hangchang S., Yi Q. (2000). Wastewater treatment in a hybrid biological reactor (HBR): effect of organic rates. *Process Biochem.* 36, 279-303.

Kapdan I. K. & Alparslan S. (2005). Application of anaerobic-aerobic sequential treatment system to real textile wastewater for colour and COD removal. *Enzyme and Microbial Technol.*, 36(2-3), 273-279.

Karnchanawong S. & Polprasert C. (1990). Organic carbon and nitrogen removal in attached-growth circulating reactor (AGCR). *Water Sci. Technol.*, 22(3-4), 179-186.

Kargi F. & Eker, S. (2005). Removal of 2, 4-dichlorophenol and toxicity from synthetic wastewater in a rotating perforated tube biofilm reactor. *Process Biochem.*, 40, 2105-2111

Kawaharasaki M., Tanaka H., Kanagawa T. & Nakamura K. (1999). In situ identification of polyphosphate-accumulating bacteria in activated sludge by dual staining with rRNA-

targeted oligonucleotide probes and 4', 6-diamidino-2-phenylindol (DAPI) at a polyphosphate-probing concentration. *Water Res.*, 33(1), 257-265.

Kim H., Randall C.W. & Oh S. (1999). Biological nutrient removal using a submerged moving media intermittent aeration reactor (SMMIAR). *Advanced in Environmental Res.*, 3(2), 215-225.

Kishino H., Ishida, H., Iwabu, H. & Nakano, I. (1996). Domestic wastewater reuses using a submerged membrane bioreactor. *Desalination*, 106(1-3), 115-119.

Klapwijk A., Brouwer, H., Vrolijk, E., & Kujawa, K., (1998). Control of intermittently aerated nitrogen removal plants by detection endpoints of nitrification and denitrification using respirometry only. *Water Res.*, 32(5), 1700-1703.

Kondo M., Hozo, S. & Inamori Y. (1992). Simultaneous removal of BOD and nitrogen with anoxic/oxic porous biomass support system. *Water Sci. Tech.*, 26(9-11), 2003-2006.

Kuba T. Loosdrecht M. C. M. V., Murnleitner E. & Heijnen J. J. (1997). Kinetics and stoichiometry in the biological phosphorus removal process with short cycle times. *Water Res.*, 31(4), 918-928.

Kurbiel J., Zeglin K. & Rybicki S. M. (1996). Implementation of the Cracow municipal wastewater reclamation system for industrial water reuse. *Desalination*, 106(1-3), 183-193.

Lazarova V., Manem J. (1995). Biofilm characterization and activity analysis in water and wastewater treatment. *Water Res.*, 29(10), 2227-2245.

Lazarova V., Manem J. (1995). Biofilm characterization and activity analysis in water and wastewater treatment. *Water Res.*, 29 (10), 2227-2245.

Le Bonté S. (2003). Méthodes multivariées pour la caractérisation des eaux usées. Thèse de doctorat, INPL, Nancy.

Leclerc J.P., Detrez C., Bernard A. & Schweich (1995). DTS un logiciel d'aide à l'élaboration de modèles d'écoulement dans les réacteurs, *Revue de l'institut français du pétrole*, 50(5) 641-656.

Lee C.Y. (1992). Model for biological reactors having suspended and attached growths. *Environ. Eng., ASCE*, 118, 982-987.

Lee H. S., Park S. J., & Yoon, T. I. (2002). Wastewater treatment in a hybrid biological reactor using powdered minerals: effects of organic loading rates on COD removal and nitrification. *Process Biochemistry*, 38(1), 81-88.

Lee T. T. F., Wang Y. & Newell R. B. (1999). Dynamic modelling and simulation of activated sludge process using orthogonal collocation approach. *Water Res.*, 33, (1), 73-86.

Liu H. (1996). Utilization of Captor sponges to maintain nitrification and denitrification in BNR activated sludge at low aerobic MCRTs. MS Thesis, Virginia Tech and Blacksburg.

Liu J.X., van Groenestijn, J.W., Doddema, H.J., & Wang, B.Z. (1996). Removal of nitrogen and phosphorus using a new biofilm-activated sludge system". *Water Sci. Technol.*, 34(1-2). 315-322.

Low E. W. & Chase H. A. (1999). The effect of maintenance energy requirements on biomass production during wastewater treatment. *Water Res.*, 33(3), 847-853.

Lubbcke S., Vogelpohl A. & Dewjanin W. (1994). Wastewater treatment in a biological high-performance system with high biomass concentration. *Water Res.* 20 (3), 793-802

Majumder P. S. & Gupta S. K. (2003). Hybrid reactor for priority pollutant nitrobenzene removal. *Water Res.*, 37(18), 4331-4336.

Martienssen M. & Schöps, R. (1997). Biological treatment of leachate from solid waste landfill sites-Alterations in the bacterial community during the denitrification process. *Water Res.*, 31(5), 1164-1170.

Martin M., Serra J., Ros E., Balaguer M. D. & Rigola M. (2004). Carbonaceous adsorbents from sewage sludge and their application in a combined activated sludge-powdered activated carbon (AS-PAC) treatment. *Carbon*. 42(7), 1389-1394.

Menoret C. (2001). Traitement d'effluents concentrés par cultures fixées sur gravier ou pouzzolane. Thèse de doctorat, Université Montpellier.

Metcalf & Eddy Inc. (2003). Wastewater engineering. Mc Graw-Hill international edition.

Nachaiyasit S. & Stuckey D.C. (1997). The effect of shock loads on the performance of an anaerobic baffled reactor (ABR). 1. Step changes in feed concentration at constant retention time. *Water Res.*, 31(11), 2737-2746.

Nicolella C., van Loosdrecht M.C.M., Heijnen J.J. (2000). Wastewater treatment with particulate biofilm reactors. *Journal of biotechnology*, 80, 1-33.

Nicolella C., Di Felice R. & Rovatti M. (1996). An experimental model of biofilm detachment in liquid fluidized bed biological reactors. *Biotechnol. Bioeng.*, 51, 713-719.

Ning Z., G.Patry G. & Spanjers H. (2000). Identification and quantification of nitrogen nutrient deficiency in the activated sludge process using respirometry. *Water Res.*, 34 (13), 3345-3354.

Noutsopoulos C., Mamais D. & Andreadakis A.D. (2002). The effect of reactor configuration and operational mode on *Microthrix parvicella* bulking and foaming in nutrient removal activated sludge systems. *Water Sci. Technol.*, 46 (1-2), 61- 64.

Ochoa J.C., Colprim J., Palacios B., Chatellier P., (2002). Active heterotrophic and autotrophic biomass distribution between fixed and suspended systems in a hybrid biological reactor. *Water Sci. Tech.*, 46(1-2), 397-404.

Parker D.S., Stone R.W. & Stenquist R.J. (1975). Process design manual for nitrogen removal. U.S. Environmental Protection Agency, Technology transfer.

Pai T. Y., Tsai Y. P., Chou Y. J., Chang H. Y., Leu H. G & Ouyang C. F. (2004). Microbial kinetic analysis of three different types of EBNR process. *Chemosphere*, 55(1), 109-118

Pai T. Y., Ouyang C. F., Su J. L. & Leu H. G. (2001). Modelling the steady-state effluent characteristics of the TNCU process under different return mixed liquid. *Applied Mathematical Modelling*, 25(12), 1025-1038.

Raj D. S. S. & Anjaneyulu Y. (2005). Evaluation of biokinetic parameters for pharmaceutical wastewaters using aerobic oxidation integrated with chemical treatment *Process Biochemistry*, 40(1), 165-175

Revsbech N.P. (1989). An oxygen microsensor with a guard cathode. *Limnol. Oceanogr.*, 34, 474-478.

Roche N. (1989). Influence de l'hydrodynamique des bassins d'aérations sur la décantabilité des boues activées. Thèse de doctorat, INPL, France.

Rodgers M., Zhan X.M. & Gallagher B. (2003). A pilot plant study using a vertically biofilm process to treatment municipal wastewater. *Bioresource Tech.*, 89, 139-143.

Rosenberger S., Krüger U., R. Witzig R., Manz W., Szewzyk U. & Kraume M. (2002). Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal waste water. *Water Res.*, 36(2), 413-420.

Russell D. V. (2006). Practical wastewater treatment. John Wiley & Sons Inc.

Salem S., Berends D. H. J. G., Heijnen J. J. & Loosdrecht M. C. M. V. (2003). Bio-augmentation by nitrification with return sludge. *Water Res.*, 37(8), 1794-1804.

Salvado H., Gracia M. P. & Amigo J. M. (1995). Capability of ciliated protozoa as indicators of effluent quality in activated sludge plants. *Water Res.*, 29, 1041-1050.

Schlegel S. & Koeser H. (2007). Wastewater treatment with submerged fixed bed biofilm reactor systems-design rules, operating experiences and ongoing developments *Water Sci. Technol.*, 55(8-9), 83–89.

Shayegan J., Pazouki M. & Afshari A. (2005). Continuous decolorization of anaerobically digested distillery wastewater. *Process Biochem.*, 40 (3-4), 1323-1329.

Show K. Y. & Tay J. H. (1999). Influence of support media on biomass growth and retention in anaerobic filters. *Water Res.*, 33 (6), 1471-1481.

Sözen S., Artan N., Orhon D. & Avcioglu E. (2002). Assessment of the denitrification potential for biological nutrient removal processes using OUR/NUR measurements *Water Sci. Technol.*, 46 (9) 237-246.

Spanjers H., Vanrollegem P. (1995). Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Sci. Technol.*, 31, 105-114.

Sponza D.T. (2003). Investigation of extracellular polymer substances (EPS) and physicochemical properties of different activated sludge flocs under steady-state conditions. *Enzyme Microb. Technol.*, 32(3-4), 375-385.

Sriwiriyarat T. & Randall C.W. (2005). Performance of IFAS wastewater treatment processes for biological phosphorus removal. *Water Res.*, 39 (16), 3873-3884.

Stasinakis A. S., Thomaidis N. S., Mamais D. & Lekkas T. D. (2004). Investigation of Cr (VI) reduction in continuous-flow activated sludge systems. *Chemosphere*, 57(9), 1069-1077

Strotmann U.J., Windecker G., (1997). Kinetics of ammonium removal with suspended and immobilized nitrifying bacteria in different reactor systems. *Chemosphere*, 35 (12), 2939-2952.

Su J.L., & Ouyang C.F (1996). Nutrient removal using a combined process with activated sludge and fixed biofilm. *Water Sci. Tech.*, 34(1-2), 477-486

Takizawa S., Aravinthan, V., & Fujita, K. (1996). Nitrogen removal from domestic wastewater using immobilized bacteria. *Water Sci. Tech.*, 34(1-2), 431-440.

Tawfik A., Klapwijk B., El-Gohary F. & Lettinga G. (2002). Treatment of anaerobically pre-treated domestic sewage by a rotating biological contactor. *Water Res*, 36(1), 147-155.

Trulear M.G., Characklis W.G. (1982). Dynamics of biofilm Processes. *Journal of Water Pollution Control Federation*, 54(9), 1288-1301.

Tsang Y.F., Chua H., Sin S.N. & Tam C.Y. (2006). A novel technology for bulking control in biological wastewater treatment plant for pulp and paper making industry. *Biochemical Engineering Journal*, 32, 127-134.

Vaiopoulou E., Melidis P. & Aivasidis A. (2007). An activated sludge treatment plant for integrated removal of carbon, nitrogen and phosphorus. *Desalination*, 211 (1-3), 192-199.

Vidal G., Nieto J., Cooman K, Gajardo M. & Bornhardt C. (2004). Unhearing effluents treated by an activated sludge system. *Journal of Hazardous Materials*, 112 (1-2), 143-149.

Van Loosdrecht M.C.M. & Heijnen J.J. (1996). Biofilm processes in immobilised living cell systems, R.G. Willaert, G.V. Baron and L. De Backer Eds, Wiley, 255-271.

Wang X. C., Yuan H. L., Liu Y. J. & Jin P.K. (2007). Fluidised pellet bed bioreactor: a promising technology for onsite wastewater treatment and reuse. *Water Sci. Technol.*, 55 (1-2), 59-67.

Wanner J, Kucman K & Grau P. (1988). Activated sludge process combined with biofilm cultivation, *Water Res.*, 22(2) 207-215

Widjaja T., Miyata T., Nakano Y., Nishijima W. & Okada M. (2004). Adsorption capacity of powdered activated carbon for 3, 5-dichlorophenol in activated sludge

Wisniewski C. & Grasmick A. (1998). Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 138(2-3), 403-411.

Xing C. H., Tardieu E., Qian Y., & Wen, X. H. (2000). Ultrafiltration membrane bioreactor for urban wastewater reclamation. *Journal of Membrane Science*, 177(1-2), 73-82.

Yang Q., Yang M., Zhang S. & Lu W. (2005). Treatment of wastewater from a monosodium glutamate manufacturing plant using successive yeast and activated sludge systems. *Process Biochem.*, 40, 2483-2488.

Zhang T.C. & Bishop P.L. (1994). Structure, activity and composition of biofilms. *Water Sci. Tech.*, 29(7), 335-344.

Zhang Z., Zhou J., Wang J., Guo H. & Tong J. (2006). Integration of nitrification and denitrifying dephosphatation in airlift loop sequencing batch biofilm reactor. *Process biochem.*, 41, 599-608.