



Fractionnement de la matière organique des effluents liquides (eaux résiduaires, lisiers)

J.M. Choubert, Sylvie Gillot, Fabrice Béline, C. Druilhe, Jean-Marc Perret

► To cite this version:

J.M. Choubert, Sylvie Gillot, Fabrice Béline, C. Druilhe, Jean-Marc Perret. Fractionnement de la matière organique des effluents liquides (eaux résiduaires, lisiers). 2008, pp.4. hal-02594984

HAL Id: hal-02594984

<https://hal.inrae.fr/hal-02594984>

Submitted on 15 May 2020

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

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

Fractionnement de la matière organique des effluents liquides (eaux résiduaires, lisiers)

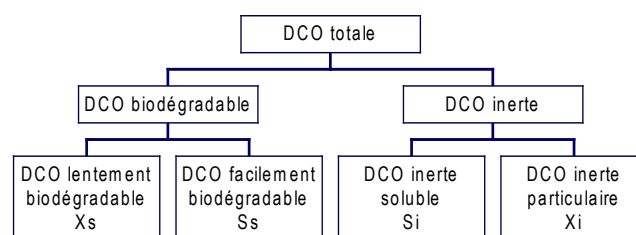
→ Un concept qui découle de la modélisation des procédés

L'évaluation des performances et l'optimisation des procédés biologiques s'appuient très largement sur une caractérisation globale de la matière organique à traiter à l'aide de paramètres communs, tels que la demande chimique en oxygène (DCO), la demande biologique en oxygène en 5 jours (DBO5), le carbone organique total et dissous (COT, COD), les acides gras volatils (AGV). Plus rarement sont utilisées des fractions intermédiaires définies à partir de propriétés physico-chimiques tels que les formes particulaire, soluble, coagulable, décantable, non dégradables (talon réfractaire).

Or, les outils de modélisation des procédés biologiques conçus il y a une vingtaine d'années dans un but de recherche, et aujourd'hui utilisés pour le dimensionnement et l'optimisation du fonctionnement des stations d'épuration, nécessitent une caractérisation en lien avec la réactivité biologique de la matière organique. Cette caractérisation permet ainsi de décrire plus précisément les processus microbiologiques se déroulant dans les bioprocédés de dépollution.

Pour la modélisation d'une station d'épuration de type « boues activées », la matière organique a été « divisée » en quatre compartiments : deux sont dégradables par voie biologique et se distinguent par leur aptitude à être plus ou moins vite dégradés (Ss, compartiment rapidement biodégradable ou Xs,

compartiment nécessitant une hydrolyse préalable à la dégradation). Les deux autres compartiments sont inertes au traitement et se distinguent par leur devenir au sein du système (Xi, compartiment inerte particulaire évacué par les boues en excès et Si, soluble inerte évacué avec l'effluent clarifié).



Compartiments caractérisant la matière organique dans le modèle ASM1 (activated sludge model)

→ Les différentes méthodes de fractionnement

Il s'agit de tests biologiques en réacteur soumettant l'effluent liquide à caractériser à des conditions oxydantes (aérobie ou anoxie) ou en anaérobie pendant des durées plus ou moins longues. Ces tests sont souvent couplés à des techniques de séparation des phases solubles et particulaires. De la boue activée est systématiquement utilisée mais à des concentrations différentes selon les méthodologies (de quelques millilitres/L (inoculum) à une concentration équivalente à celle des bassins d'épuration), ce qui induit des observations différentes selon le rapport

Substrat sur Biomasse appliqué. Une aération passive ou forcée, alternée ou non, est appliquée selon ce ratio. Des inhibiteurs de nitrification (Allylthiourée) permettent de privilégier les réactions de dégradation du carbone.

Lorsque l'on étudie la matière organique mobilisable au cours d'un **traitement aérobie** (continu ou alterné), le fractionnement s'obtient en mesurant :

- la consommation de la **pollution (DCO, COT)** dans un réacteur aéré en continu (Servais et al., 1995 ; Stricker, 2000), avec des analyses sur les phases dissoute et particulaire à différents instants, pendant une trentaine de jours, procédure qui s'apparente à un test de mesure de la DCO réfractaire. Pour distinguer les compartiments rapidement et lentement dégradables, des méthodes de séparation de phase sont utilisées : filtration sur membrane (ex. porosité de 0.45, 0.22 ou 0.10 μm), avec ou sans coagulation/floculation préalable (ex. au FeCl_3), Centrifugation ;
- la consommation des **accepteurs d'électrons (oxygène, ou nitrates/nitrites)** (Roeleveld et van Loosdrecht, 2002 ; Tusseau-Vuillemin et al., 2002 ; Boursier et al., 2004, 2005 ; Lagarde et al., 2005 ; Hauduc, 2006). On analyse les évolutions de ces paramètres à partir d'équations simples faisant intervenir les formes rapidement et lentement dégradables de la matière organique. Pour ces méthodes, on distingue les techniques de courtes durées (72 h) nécessitant une aération forcée sous différentes conditions substrat sur biomasse (respirométrie), des techniques plus longues (env. 10 jours) impliquant une aération passive (DBO ultime) et un fort ratio substrat sur biomasse.

Lorsqu'il s'agit de fractionner la matière organique mobilisable **en condition anaérobie**, des techniques de mesure de la production de substrats par fermentation peuvent être utilisées : production d'acides gras volatils par acidogénèse en 15 jours (Martin-Ruel et al., 2003 ; Bourdon, 2005), production de méthane et de CO_2 (Vedrenne, 2007).

AÉROBIE / ANOXIE

Mesure de la disparition de la matière organique (DCO, COT)



Réacteur aéré (30j)

Accepteur d'électrons consomme (O_2 , NO_3^- , NO_2^-)



DBO-ultime (10j)



Respirométrie liquide (72h)

ANAÉROBIE

Production d'acides gras volatils ou méthane + CO_2 formes



Test de fermentation à 20°C pendant 15 jours (eau usée), ou à 30°C pendant 150 jours (lisiers)

Séparation de phase par techniques physico-chimiques (soluble et particulaire)



Filtration



Coagulation-floculation



Centrifugation (lisiers)

Les problèmes posés

Pour obtenir les différentes fractions (S_s , S_i , X_s , X_i) par les tests biologiques, les données acquises demandent le plus souvent une analyse numérique à l'aide de modèles simplifiés (cas de la respirométrie) et de paramètres judicieusement choisis. Des hypothèses inadaptées conduisent à une répartition erronée de la matière organique dans les différents compartiments, pouvant induire des problèmes lors de l'étape de calage des modèles, et réduire le domaine de validité du modèle calibré.

L'utilisation exclusive de tests de caractérisation physicochimiques est source d'erreur, pouvant mener à des résultats biaisés de la modélisation : mauvaise estimation de la production de boue, calage inadéquat des paramètres et donc possibles erreurs entraînant des prévisions erronées des performances de nitrification, de dénitrification, ou de déphosphatation biologique.

Rares sont les références précisant les conditions opératoires des méthodes de fractionnement. Les pratiques sont hétérogènes (taux et nature du liquide de dilution, rapport substrat / biomasse appliqué, température, inoculum, dosage inhibiteurs) et l'influence sur les résultats des fractions est insuffisamment connue.

Retour d'expérience

Les éléments suivants ont été dégagés de la pratique du Cemagref des méthodes de fractionnement de la matière organique (eaux résiduaires urbaines et lisiers).

Principaux résultats

• Valeurs «standards» des fractions de la DCO

Les données de fractionnement générées au cours des différents travaux de modélisation réalisés au Cemagref convergent vers un fractionnement «type» :

- Pour les eaux résiduaires urbaines, les caractéristiques moyennes des 26 échantillons examinés sont les suivantes : $S_s = 20.6 \pm 16.1 \%$, $X_s = 53.5 \pm 20.6 \%$ (Part sous forme de biomasse : $X_{bh} = 2.9 \pm 4.9 \%$). Parts inertes : $S_i = 3.9 \pm 2.3 \%$, $X_i = 15.3 \pm 6.0 \%$.
- Pour les lisiers de porcs (5 échantillons), $S_s = 6.3 \pm 4.5 \%$ et $X_s = 35.4 \pm 20.4 \%$. Parts inertes : $S_i = 8.1 \pm 3.6 \%$ et $X_i = 50.3 \pm 21.2 \%$.

La biodégradabilité moyenne du lisier de porc a été estimée à 42 % alors que celle des lisiers de bovins a été estimée à 25 %.

• Comparaison des techniques biologiques

La quantité totale biodégradable de matière organique ($S_s + X_s$) est obtenue de façon équivalente par respirométrie et par DBO ultime ; des valeurs plus importantes sont systématiquement obtenues par le test de biodégradation en réacteur aéré probablement en raison de la durée plus importante de ce test (30 jours), induisant de faibles valeurs de X_i . Pour les eaux résiduaires urbaines, la fraction rapidement biodégradable (S_s) est systématiquement plus faible par la méthode respirométrique que par la méthode physico-chimique combinant une étape préalable de coagulation/floculation avant la filtration.

Pour des effluents plus lentement dégradables (lixiviat, compost), il est préférable d'appliquer des méthodes longues du type DBO ultime (> 10 jours) ou biodégradation en réacteur (30 jours) en raison de la présence d'une fraction très lentement biodégradable, et de la trop courte durée des tests respirométriques (durée du test de 2 jours).

Les conditions d'oxydoréduction appliquées sont influentes. Pour des eaux résiduaires placées en anoxie pendant 30 jours, la quantité de matière organique dégradée est 20 à 25 % plus faible que celle dégradée en aérobie pendant la même durée. Pour les lisiers, la biodégradabilité aérobie est assez proche de la biodégradabilité anaérobie avec des valeurs en moyenne 15% supérieures en condition anaérobie, probablement en raison d'une plus longue durée du test anaérobie.

• Influence du seuil de séparation soluble/particulaire

La DCO d'une eau usée obtenue après filtration à $0.45 \mu m$ est 15 à 20 % supérieure à celle obtenue

lorsqu'une étape de coagulation/floculation (ex. $FeCl_3$) préalable à la filtration est appliquée. Cette étape permet de piéger de petites molécules lentement dégradables par voie biologique (acides aminées, sucres). L'utilisation d'une filtration simple à $0.1 \mu m$ n'arrête pas ces petites molécules, et la DCO filtrée obtenue reste 10 à 15 % supérieure à celle obtenue avec la coagulation/floculation.

• Conditions opératoires

Bien que les résultats obtenus par des respiromètres avec réacteurs ouverts ou fermés au gaz soient assez proches, il est préférable d'utiliser les réacteurs fermés afin de s'affranchir des interférences liées à l'aération de surface. L'influence de l'agitation sur le résultat obtenu est d'autant plus importante que le milieu de mesure est concentré (cas des lisiers), aspect qu'il est nécessaire de surveiller pour garantir la qualité et la répétabilité des mesures.

Le choix de la boue biologique utilisée pour le test respirométrique a une influence faible (< 15 %) sur la détermination de la matière organique biodégradable totale ($S_s + X_s$). Par contre, des différences significatives allant jusqu'à 50 % ont été observées sur la répartition entre S_s et X_s . Ces différences sont probablement liées aux conditions opératoires et aux différents processus mis en jeu (stockage intracellulaire par exemple) et il apparaît donc préférable d'utiliser une boue adaptée au substrat et représentative du procédé à modéliser.

Les techniques d'identification permettant d'aller plus loin...

Des méthodes de caractérisation biochimiques peuvent être appliquées pour définir la composition de la matière organique (glucides, lipides, protéines), mais ces méthodes ne caractérisent pas plus de 60 % de la matière organique des effluents liquides, en raison des substances humiques présentes. Pour aller au-delà, il est nécessaire d'appliquer des caractérisations moléculaires (aromaticité, poids, hydrophobie, spectrofluorimétrie) obtenues par protocoles spécifiques d'analyses (spectrofluorimétrie, spectroscopie UV-Visible + chromatographie d'exclusion de taille, RMN, Isotopie). Certaines sont pour l'instant semi-quantitatives, et toutes sont exclusivement applicables au compartiment soluble des effluents comportant des particules.

Ces techniques qui permettent d'évaluer la réactivité des molécules en lien avec leur nature s'appliquent après filtration, avec ou sans préparation poussée préalable tels qu'un passage après acidification sur membrane XAD_4 pour capter la fraction hydrophobe, et XAD_8 pour capter la fraction intermédiaire (située entre hydrophobe et hydrophile).

→ Références bibliographiques

- Aubry G., Béline F., Lessard P. (2006). Pig slurry organic matter fractionation using respirometry and modelling. IWA World Water Congress, 10-14 Septembre 2006, Beijing (Chine), 6 p.
- Béline F., Druilhe C., Gillot S., Helmer J.M., Vigneron V., Saint-Cast P., Vedrenne F., Berthe L., Bons S., Miegé C., Gourlay C., Choubert J.M. (2006). Determination of the organic matter biodegradability using physico-chemical and biological fractionation. 12 th RAMIRAN International. 11-13 September 2006, Aarhus, Denmark.
- Béline F., Boursier H., Paul E. (2005). Piggery wastewater characterisation for biological nitrogen removal design. International workshop on green pork production, Paris, 25-27 May 2005. 2 p.
- Bourdon C. (2005). Vers une validation du test BAP comme outil de prédiction du rendement de déphosphatation biologique. Créteil (France, 94), Doctorat Sciences de l'environnement, Engref Paris, Ecole polytechnique de Montréal (CAN). 213 p. et annexes.
- Boursier H. (2003). Etude et modélisation des processus biologiques au cours du traitement aérobie du lisier de porcs en vue d'une optimisation du procédé. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse. 190 p. et annexes.
- Boursier H., Béline F., Paul E. (2004). Activated Sludge Model No. 1 calibration for piggery wastewater treatment using respirometry, *Water Science and Technology* 49 (5-6), 389-396.
- Boursier H., Béline F., Paul E. (2005). Piggery wastewater characterisation for biological nitrogen removal process design. *Bioresource Technology* 96, 351-358.
- Choubert J.M., Granger D., Héduit A. (2008). Application of the biochemical acidogenic potential test to hourly and daily average composite samples of municipal wastewater. IWA Vienne (Autriche). 8-12 septembre 2008. 8 p.
- Hauduc H. (2006). Fractionnement de la Matière Organique des Eaux Résiduelles Urbaines. Rapport de stage Cemagref Antony/ INA-PG. 20p. et annexes.
- Lagarde F., Tusseau-Vuillemin M.H., Lessard P., Héduit A., Dutrop F., Mouchel J.M. (2005). Variability estimation of urban wastewater biodegradable fractions by respirometry. *Water research*, 39(19), 4768 - 4778.
- Leclerc H (2003). Analyse de dégradabilité d'une eau résiduaire urbaine pour favoriser la déphosphatation biologique. Rapport de stage DEA. Cemagref Antony/ Université Paris XII / ENGREF. 62 p. et annexes.
- Martin-Ruel S., Comeau Y., Ginestet P., Héduit A. (2002). Modeling acidogenic and sulfate-reducing processes for the determination of fermentable fractions in wastewater. *Biotechnology and Bioengineering*, 80(5), 525-536.
- Stricker A.E. (2000). Application de la modélisation à l'étude du traitement de l'azote par boues activées en aération prolongée : comparaison des performances en temps sec et en temps de pluie. Thèse de doctorat, Université Strasbourg I. 270 p. et annexes.
- Trémier A., de Guardia A., Massiani C., Paul E., Martel J.L. (2005). A respirometric method for characterizing the organic composition and biodegradation kinetics and the temperature influence on the biodegradation kinetics, for a mixture of sludge and bulking agent to be co-composted. *Bioresource Technology* 98, 169 - 180.
- Tusseau-Vuillemin M.H., Lagarde F., Chauvière C., Héduit, A. (2002). Hydrogen peroxide (H₂O₂) as a source of dissolved oxygen in COD-degradation respirometric experiments. *Water Research* 36 (3), 793-798.
- Vedrenne F. (2007). Etude des processus de dégradation anaérobie et de production de méthane au cours du stockage des lisiers. Thèse de doctorat. Ecole nationale supérieure d'agronomie de Rennes. 211 p.