



HAL
open science

Étude du procédé hybride à lit mobile IFAS dans le cas d'une configuration mono-réacteur pour le traitement du carbone et de l'azote

Claire Froger

► **To cite this version:**

Claire Froger. Étude du procédé hybride à lit mobile IFAS dans le cas d'une configuration mono-réacteur pour le traitement du carbone et de l'azote. Sciences de l'environnement. 2015. hal-02601730

HAL Id: hal-02601730

<https://hal.inrae.fr/hal-02601730>

Submitted on 16 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.



Lyon - Villeurbanne



Étude du procédé hybride à lit mobile IFAS dans le cas d'une configuration monoréacteur pour le traitement du carbone et de l'azote

Mémoire de fin d'études ingénieur

Option Génie de l'Environnement

Claire FROGER

*Tuteur entreprise :
Jean-Pierre Canler*

01/09/2015

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Jean-Pierre Canler, mon tuteur entreprise pour m'avoir permis d'effectuer ce stage formateur au sein de l'Irstea, pour sa patience et sa volonté de me faire élargir mes connaissances. Ses précieuses explications ont fait de mon projet une expérience très enrichissante.

Dans un second temps je remercie Jean-Marc Perret, qui m'a énormément aidée tout au long du stage, sur la partie expérimentale mais aussi théorique et m'a dispensé ses judicieux conseils. Sa bonne humeur et sa disponibilité ont rendu mon séjour d'autant plus agréable.

Je remercie également Didier Coupet, toujours présent pour m'aider lors des difficultés de gestion du pilote dans le hall expérimental. J'adresse aussi mes remerciements à Vincent Bourgeois et sa maîtrise de l'automate qui m'a bien aidé durant ce stage.

Je remercie également à toutes les personnes du laboratoire LAMA pour leur sympathie et leur gentillesse. Merci donc à Matthieu, Loïc, Sébastien, Myriam et Corinne.

Je remercie aussi Jérémy Aubert, Clément Crétollier et Olivier Garcia pour leur aide technique sur le pilote. Enfin je remercie tous les collègues de l'équipe, ainsi que les autres stagiaires qui ont rendu mon passage à l'Irstea plein de bonne humeur et très enrichissant personnellement.

Abstract

During the past thirty years, environmental issues have become some of the major target for governments which are trying to reduce the impacts of the population. Waste water treatment plants (WWTP) were not efficient and lead to eutrophication and degradation of the aquatic environment due to the presence of high concentrations of organic carbon and nitrogen in the effluents. In order to reduce the pollution caused by WWTP, legislation has become more drastic and forced waste water treatment industries to develop new processes.

In France, more than 20000 waste water treatment plants are present and treat the water from 80% of the residences. Thus, the legislation concerns all the cities and in 2012 a new plan of rehabilitation of WWTP began. Action plans were defined to reduce pollution from WWTP which were over rejection limits for carbon first, then nitrogen and phosphorus. Concerning the technique used to treat the waste water, the majority of WWTP installations include aerated activated sludge mainly to eliminate carbon from the influent. To find solution for the nitrogen treatment and a higher elimination of the carbon, without building new pools, industrial companies developed a new process, more compact, allowing to treat higher concentration of carbon and getting rid of nitrogen.

This new process is called IFAS, Integrated Fixed-Film Activated Sludge and consists into an addition of plastic cylinders known as biomedias in the activated sludge. The purpose of this addition is to develop more biomass in the pool, without enlarging it. Thus it permits to treat more pollution, especially carbon pollution. It could add nitrogen removal as the biofilm is staying longer in the pool and allows the development of bacteria treating nitrogen which need a higher Sludge Retention Time.

Previous to my internship project, a thesis was done at the research institute IRSTEA, on IFAS technology with an experimental trial in industrial conditions to define dimensioning basis for the process and its efficiency for nitrogen removal. The experimental installation was a pool of 3 cubic meters, divided in three compartments with only the third containing biomedias, to treat first the carbon and then the nitrogen. The technology was evaluated under different conditions to conclude about the efficiency of carbon and nitrogen removal. A modeling tool was developed to represent the different mechanisms in place during the treatment.

The conclusions concerning the efficiency of the Integrated Fixed-Film Activated Sludge were very encouraging. The idea was then to try the technique in a one step, with a single reactor including biomedias to treat at the same time carbon and nitrogen. The goal is to define if the IFAS could be used to rehabilitate waste water treatment plants with activated sludge which are overloaded and does not have nitrogen removal. Indeed, my internship project is to study the process efficiency for a single reactor with biomedias following carbon and nitrogen treatment.

Two steps were necessary to evaluate the technology in the starting conditions we wanted. First there was a stabilizing period without biomedias in the activated sludge, initiating the development of carbon treatment and reducing nitrogen removal. During this time, the aeration was discontinuous as we needed denitrification to eliminate the nitrates formed. Then the addition of the plastic support started the real evaluation of the process, with the observation of the reappearance of nitrogen removal and nitrification. The goal was to development mainly the autotrophic bacteria consuming nitrogen in the biofilm. Finally it would allow the comparison between the performances of the three compartments disposition and the single reactor.

The installation for my project trial is a three cubic meters reactor with activated sludge. Then a degassing container follows before two clarifiers. The water coming into the reactor is directly collected from the Waste Water Treatment Plant after being pre-treated (oil-freeing, degritting) and injected at a maximum flow of 600 liters per hour into the pool. The experience is thus closer to real conditions. In the reactor, there are two aeration tubes specific for the process as they blow big bubbles of air, permitting a movement of the biomedias called Spiral Flow. Two blade agitators are present to stir the sludge during the period without aeration. To follow the sludge state and the nitrogen removal, different sensors are used: two oxygen probes (LDO Luminescent Dissolved Oxygen), one for the Suspension Matter (concentration of the sludge), one for the oxidation-reduction measure and one for the measure of the ammonium and nitrate measurement. To evaluate the performances, analysis of carbon parameters (Biological Oxygen Demand, Chemical Oxygen Demand) and nitrogen in the influent and effluent, collected during 24 hours, are done by a laboratory. The comparison of the results gives us the efficiency of the process. To assess the nitrogen removal and the presence of autotrophic bacteria, batch tests are done to measure the maximum nitrification rate, with analysis of the ammonium and nitrites/nitrates concentration every 30 minutes during the two hours test. The presence of nitrifying bacteria is thus highlighted by the

formation of oxidized nitrogen and we can calculate the maximum nitrification rate depending on the suspended matter concentration in the sludge.

The evaluation of the results is divided in two parts following the two steps of the process. First the carbon treatment only with simple activated sludge and the reduction of nitrification induced by the leaching of autotrophic bacteria. The second part corresponds to the addition of biomedias followed by the start of nitrogen removal and nitrification.

To begin, the results for the first step showed a long period of stabilization with high variations of Suspended Matter in the Activated Sludge, and a lot of sludge lost in the clarifiers due to the presence of denitrification in the clarifiers. Thus the results of the output stream were influenced by these settling difficulties. However, the study of the dissolved carbon removal showed that carbon treatment is working, but with variations of the efficiency caused by the stabilization period. At the end of May, the process improved a lot, with less sludge loss in the clarifiers, a diminution of the nitrification and a high performance of carbon removal. The month of June confirmed the end of the stabilization step. Finally, a batch test for the maximum nitrification rate was done late June to see if the nitrifying bacteria were not present in the sludge, as we did not see any nitrification in the reactor. This test showed that few bacteria were present but as the maximum nitrification rate was very low, we decided to begin the second step and added the biomedias.

The second step started with continuous aeration, as we did not have nitrification in the reactor and we needed to stir the biomedias. During this period we observed a transition with no nitrification, but a real performance concerning carbon treatment that we can assume was enhanced by the non-stop aeration. At the end of July the batch-test for the nitrification showed the return of autotrophic bacteria and nitrification. We observed a significant increase of the nitrification during the month of August. However, the slow development of the biofilm on the support lead to a maximum nitrification rate of the biofilm lower than the one observed during the thesis on IFAS in three reactors. Nevertheless, the maximum nitrification rate for the activated sludge without the biofilm (or Mixed Liquor) was close to the thesis results, which significates that the major part of the nitrifying bacteria is present in the activated sludge. On the mean time the carbon treatment was very efficient with a performance of more than 90% removal of Biological Oxygen Demand.

The comparison with the thesis results about the performances need to wait the real establishment of the biofilm and the nitrogen removal. At the end it will lead to the advantages and drawback of the use of each configuration in one or three reactors concerning carbon and nitrogen removal.

Sommaire

Introduction.....	1
A. Contexte de l'étude	2
1. Présentation de la structure d'accueil	2
1.1. Irstea.....	2
1.2. Equipe EPURE.....	3
2. Contexte du sujet.....	4
2.1. Etat du traitement des eaux usées en France	4
2.2. Objectif du stage.....	5
3. Principes du traitement des eaux usées (C et N).....	5
3.1. Procédés classiques	5
3.1.1. La matière organique	6
3.1.2. L'azote	7
3.1.3. Les paramètres importants	9
3.2. Procédés mixtes.....	11
3.2.1. Historique.....	11
3.2.2. Principe des procédés mixtes : MBBR et IFAS.....	12
3.2.3. Application.....	12
3.2.4. Configuration du procédé IFAS et objectif du stage	13
B. Matériel et méthode	14
1. Installations	14
1.1. Le pilote.....	14
1.1.1. Le réacteur	14
1.1.2. Configuration des clarificateurs	15
1.1.3. Recirculation et extraction	16
1.2. Equipements d'échantillonnage et de mesures.....	17
1.2.1. Les sondes.....	17

1.2.2.	Les échantillons	18
2.	Méthodes et mise en place de l'étude	19
2.1.	Déroulement de l'étude	19
2.1.1.	Étape 1 : lessivage des bactéries autotrophes du réacteur.....	19
2.1.2.	Étape 2 : ensemencement avec les biomédias et développement d'un biofilm autotrophe	20
2.2.	Les analyses.....	21
2.2.2.	Sur place.....	21
2.2.3.	En laboratoire (LAMA)	23
C.	Résultats et discussion	24
1.	Gestion du pilote et ajustements	24
1.1.	Pertes des boues des clarificateurs	24
1.2.	Difficultés de gestion rencontrés	25
2.	Suivi de la phase 1 : traitement du carbone à moyenne charge	25
2.1.	Paramètres du pilote	25
2.1.1.	MES et Indice de Boues.....	25
2.1.2.	Charge massique et Age de Boues.....	27
2.1.3.	Oxygène, potentiel d'oxydo-réduction et température	29
2.2.	Efficacité et objectifs de traitement.....	32
2.2.1.	Élimination du carbone	32
2.2.2.	Diminution de la nitrification.....	37
3.	Suivi de la phase 2 : mise en place du procédé IFAS	40
3.1.	Traitement du carbone.....	40
3.1.1.	MES et Charge massique	40
3.1.2.	Rendements d'élimination	41
3.2.	Évolution de la nitrification.....	42

3.2.1. Bilans de nitrification.....	42
3.2.2. Vitesses maximales de nitrification	43
3.2.3. Développement du biofilm	45
3.3. Les paramètres de conduite	45
4. Perspectives et limites du projet	46
4.1. Perspectives.....	46
4.2. Limites du projet et difficultés	46
5. Intérêt du stage.....	47
Conclusion	48
Bibliographie.....	49
Annexe 1 : Dimensionnement des clarificateurs	51
Annexe 2 : Protocoles des mesures de MES, Indice de Boues et Oxitop.....	52
Annexe 3 : Protocole de mesure de la vitesse de nitrification	54
Annexe 4 : Protocole de mesure de l'épaisseur du biofilm	55
Annexe 5 : Calcul de la SRT limite	56
Annexe 6 : Valeurs brutes des résultats	57

Table des illustrations

Figure 1 : Répartition des types d'assainissement (source : ONEMA).....	5
Figure 2 : Schéma d'une filière "classique" de traitement par boues activées (source : FNDAE n°34) 6	
Figure 3 : Biomédia (Warden Biomedia, source : enviropro.co.uk).....	11
Figure 4 : Schéma du procédé IFAS en deux réacteurs (source : bioprocessH2O).....	12
Figure 5 : Schéma du système d'aération.....	14
Figure 6 : Schéma des installations du pilote (copie d'écran du moniteur de contrôle)	15
Figure 7 : MES et Indice de Boues au cours du temps	26
Figure 8 : Charge massique et DBO5 au cours du temps	27
Figure 9 : Charge massique et âge de boues au cours du temps	28
Figure 10 : Age de boue limite des autotrophes en fonction de la température et de l'aération	29
Figure 11 : Comparaison de la concentration moyenne en oxygène des semaines de la phase 1	30
Figure 12 : Potentiel d'oxydoréduction moyen par semaine au cours de la phase 1	31
Figure 13 : Évolution de la température du bassin	32
Figure 14 : Evolution des caractéristiques de l'effluent d'entrée	33
Figure 15 : Résultats des mesures pour les eaux de sortie au cours de la phase 1.....	34
Figure 16 : Bilans entrée/sortie du carbone durant la phase 1	36
Figure 17 : Résultats des mesures d'azote en entrée et sortie du procédé.....	38
Figure 18 : Bilan de l'azote au cours de la phase 1	38
Figure 19 : Résultats de la vitesse de nitrification en fin de phase 1	39
Figure 20 : Evolution des MES et Cm.....	40
Figure 21 : Bilan journalier de DBO5.....	41
Figure 22 : Azote en entrée et sortie de réacteur (bilans journaliers)	43
Figure 24 : Evolution des vitesses maximales de nitrification	43
Figure 25 : Suivi de l'épaisseur du biofilm	45

Liste des tableaux

Tableau 1 : Niveaux de rejets pour le carbone.....	7
Tableau 2 : Taux de croissance à 20°C des bactéries nitritantes, nitratantes et hétérotrophes	8
Tableau 3 : Récapitulatif des sondes utilisées.....	17
Tableau 4 : Fréquence d'étalonnage des sondes.....	18
Tableau 5 : Comparaison des valeurs brutes et filtrée des eaux de sortie.....	34
Tableau 8 : Résultats des calculs de la DCO réfractaire.....	35
Tableau 6: Rendement d'élimination du carbone durant la phase 1	36
Tableau 9 : Rendements d'élimination du carbone et biodégradabilité de l'effluent	42
Tableau 10 : Données de la vitesse de nitrification maximale.....	44

SIGLES ET NOTATIONS :

C_m : charge massique (kgDBO₅/kgMVS/j)

DBO₅ : Demande Biologique en Oxygène sous 5 jours (mgO₂/L)

DCO : Demande Chimique en Oxygène (mgO₂/L)

IB : Indice de Boues (mL/gMES)

$K_{O,A}$: constante de demi-saturation des autotrophes pour l'oxygène (mgO₂/L)

$K_{O,H}$: constante de demi-saturation des hétérotrophes pour l'oxygène (mgO₂/L)

MES : Matières en Suspension (g/L)

MVS : Matières Volatiles en Suspension (g/L ou %)

SRT : Sludge Réention Time soit Age de Boues (j)

V_a : Vitesse ascensionnelle (m³/m².h)

V_c : Volume corrigé (mL/L)

Q_a : Débit admissible (m³/h)

Introduction

Au sein de notre société actuelle, la gestion des rejets et des ressources devient un sujet de premier plan. L'augmentation de la population, l'urbanisation croissante et la consommation humaine engendrent une pression sur l'environnement dont la résilience ne peut compenser son altération continue. La pollution aquatique notamment est un problème récurrent affectant non seulement les milieux mais également les ressources en eau nécessaires à la consommation humaine.

Ainsi, la gestion du traitement des eaux résiduaires est centrale dans la prévention et la réduction des pollutions aquatiques. Au vu des nombreuses stations d'épurations non conformes en termes de rejets et d'efficacité de traitement, le gouvernement a mis en place un plan de réhabilitation et de remise aux normes des stations. C'est dans ce contexte d'amélioration des performances épuratoires des stations urbaines que l'institut de recherche IRSTEA a décidé d'étudier un procédé de traitement innovant l'Integrated Fixed-Film Activated Sludge (IFAS). Cette technique consiste à ajouter au sein d'un réacteur de boue activée, procédé utilisé par la majorité des stations, des supports plastiques, appelés biomédias, spécialement conçus pour favoriser le développement de la biomasse. Le biofilm ainsi créé permettrait de traiter des charges plus importantes et d'améliorer les performances des stations. Cette technologie a également l'avantage d'être compacte et d'éviter l'agrandissement des installations à réhabiliter ainsi que de minimiser l'emprise au sol pour les nouvelles stations intégrant ce procédé. Cet aspect est non négligeable dans un contexte où la pression foncière est très importante.

La thèse menée par Paul Moretti, antérieure à mon projet de stage, a étudié l'efficacité du procédé pour le traitement de l'azote, et l'influence de différents paramètres sur les performances du procédé. Il a testé une configuration en trois réacteurs, dont seulement un seul contenait des biomédias avec un traitement tout d'abord du carbone, puis de l'azote. En continuité de cette thèse, mon projet de fin d'études s'est mis en place afin d'évaluer l'efficacité du procédé en un seul réacteur pour le traitement simultané du carbone et de l'azote.

Le contexte global va tout d'abord être présenté afin de poser les enjeux ainsi que les bases du traitement de l'eau et du procédé étudié. La méthodologie d'étude ainsi que les installations et le matériel vont ensuite être exposés. Enfin les résultats et leur interprétation ainsi que les conclusions sur le projet vont clôturer le mémoire.

A. Contexte de l'étude

1. Présentation de la structure d'accueil

1.1. Irstea

L'Institut National de Recherche en Sciences et Technologies pour l'environnement et l'agriculture est un établissement public à caractère scientifique et technique (EPST) divisé en trois départements de recherche qui sont : Eaux, Ecotechnologies et Territoires. L'Irstea se compose de 9 centres situés en France métropolitaine, avec un total de 18 unités de recherches et 5 unités mixtes de recherche. Elle accueille également en plus des chercheurs, des doctorants, post-doctorants, contractuels, des ingénieurs ainsi que des techniciens et du personnel administratif.

Le travail de l'Institut concerne les enjeux majeurs de l'agriculture et de l'aménagement du territoire, ainsi que la gestion des impacts environnementaux, thématiques devenant de plus en plus cruciales. Au départ créée principalement pour le développement agricole, le Centre National du Machinisme Agricole, du Génie Rural et de la Forêt (CEMAGREF) est né en 1981 de la fusion du Centre technique du Génie Rural des Eaux et Forêt (CTGREF) et du Centre National d'Études et d'Expérimentations du Machinisme Agricole (CNEEMA). L'évolution scientifique s'orientant vers les agro-écosystèmes, la gestion des risques, des ressources et l'environnement, il est devenu l'Irstea.

La finalité du centre est de produire des solutions concrètes à des problématiques liées aux décisions publiques en agriculture et environnement. Les missions de l'Irstea sont alors diverses et incluent l'expertise technique et conseil aux services publics, la participation à des projets internationaux, les partenariats et projets avec des entreprises et du développement industriel (dépôts de brevets, développement de logiciels). Le budget annuel est de plus de 110 millions d'euros dont 27% correspondent à des ressources propres (Irstea, 2014).

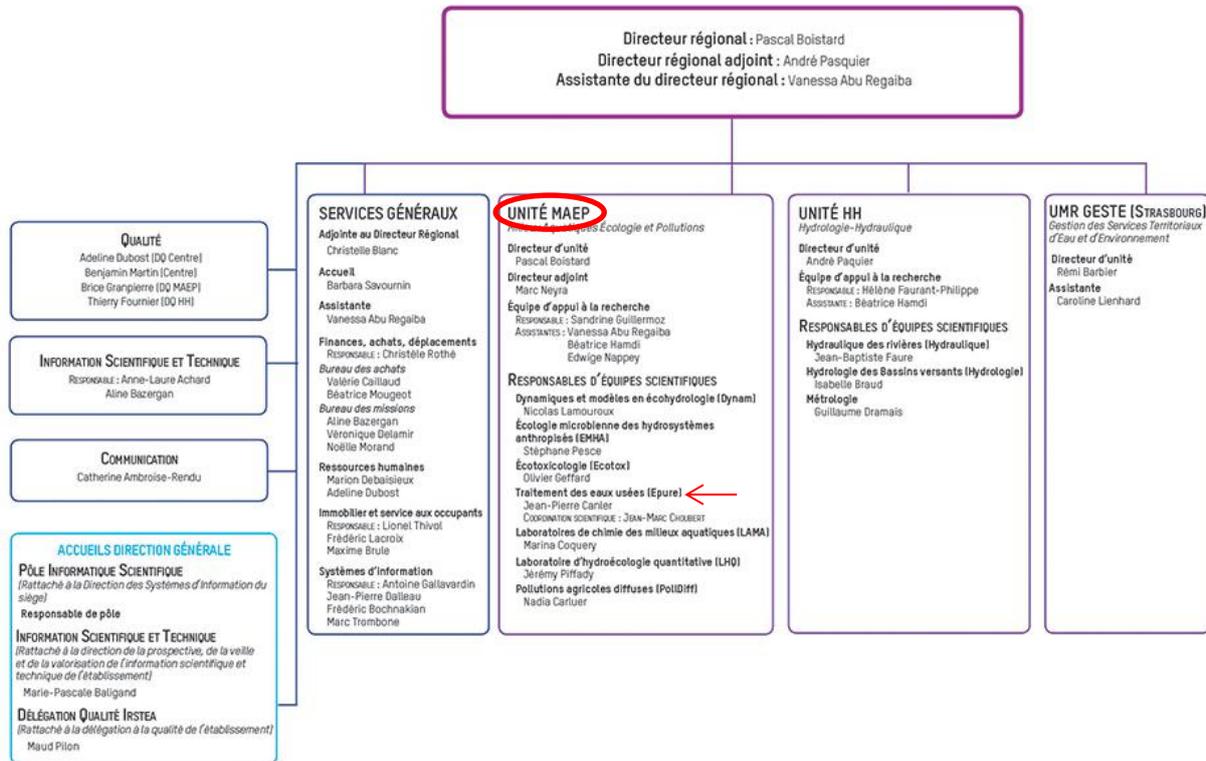
Mon stage s'est effectué dans le département Ecotechnologies, au centre de Lyon Villeurbanne, à l'Unité de Recherche MALY (ou MAEP), Milieux Aquatiques, Écologie et Pollutions. Cette unité de recherche se penche sur l'étude des diagnostics de pollutions à différentes échelles, avec des missions d'appui technique et d'expertise dans le domaine de l'amélioration de la qualité des eaux et de la réduction des rejets anthropiques. Les sujets de recherche incluent le transfert des pesticides vers la ressource en eau, les pollutions en zone urbaine et l'amélioration du traitement des eaux usées. Le laboratoire de chimie LAMA appuie les différents projets et participe aux recherches.

L'organigramme suivant détaille l'organisation du centre de Lyon-Villeurbanne :



Avril 2015

ORGANIGRAMME DIRECTION RÉGIONALE LYON-VILLEURBANNE



L'Irstea s'organise également en Thèmes de Recherche regroupant des unités de différents centres autour d'une même thématique. Mon stage s'intègre ainsi au Thème de Recherche Technologies et procédés pour l'Eau et les Déchets (TED), plus précisément au sein du collectif scientifique TED-E consacré à l'épuration des eaux usées.

1.2. Equipe EPURE

L'équipe EPURE travaille sur le thème de recherche lié à l'épuration des eaux usées dont l'objectif est d'améliorer l'efficacité de traitement des stations d'épurations des petites et grandes collectivités. Les travaux de recherche appliquée entrepris par l'équipe ont pour but d'étudier les performances des procédés d'épuration existants, d'améliorer le dimensionnement, de résoudre les

dysfonctionnements. L'étude de l'application de procédés extensifs à des petites collectivités fait également partie du travail de l'équipe.

L'équipe est dirigée par Jean-Pierre CANLER, qui est également mon responsable de stage. Je travaille en étroite collaboration avec Jean-Marc Perret ainsi qu'avec le Laboratoire de Chimie des Milieux Aquatiques (LAMA) en particulier pour les analyses liées au fonctionnement du pilote. J'ai également des contacts avec Paul Moretti, ayant effectué la thèse sur le procédé IFAS en trois réacteurs, précédant mon stage.

2. Contexte du sujet

2.1. Etat du traitement des eaux usées en France

L'assainissement en France s'est développé depuis de nombreuses années, que ce soit au niveau de l'implantation des stations qu'au niveau de la technologie en elle-même. Ainsi Plus de 80% des logements sont actuellement raccordés au réseau d'assainissement collectif avec plus de 20000 stations (Eaufrance, 2012)

Suite à cette extension liée à l'urbanisation importante et l'augmentation de la population, la qualité des eaux de rejet s'est avérée être une problématique cruciale compte tenu des effets constatés sur les écosystèmes aquatiques. Ainsi, des plans d'actions ont été définis avec pour objectif la mise aux normes des stations tout d'abord concernant l'élimination du carbone, puis celle du phosphore et l'azote, vecteurs des impacts sur les écosystèmes naturels (plan d'action 2012-2018). Ces plans prévoient de plus la réduction des flux rejetés ainsi que l'anticipation de l'augmentation de charge en prévision d'une continuelle augmentation de la population et de la concentration en milieu urbain (Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable, des Transports et du Logement, 2015).

Concernant le parc français des stations d'épuration, 60% des stations sont de type boues activées, technologie la plus développée et privilégiée pour la majorité des collectivités (ONEMA, 2011). De plus, la grande majorité de la pollution est traitée par les stations avec une capacité supérieure à 10 000 EH (Golla et al., 2010), comme le montre la Figure 1 : Répartition des types d'assainissement (source : ONEMA). Enfin, l'assainissement collectif représente un enjeu financier très important puisque chaque année 10 000 milliards d'euros y sont dépensés.

Répartition des stations de traitement des eaux usées selon leur capacité et le type de filière de traitement en 2008

Source : BDERU (Ministère chargé de l'écologie) - Services de police de l'eau - décembre 2008

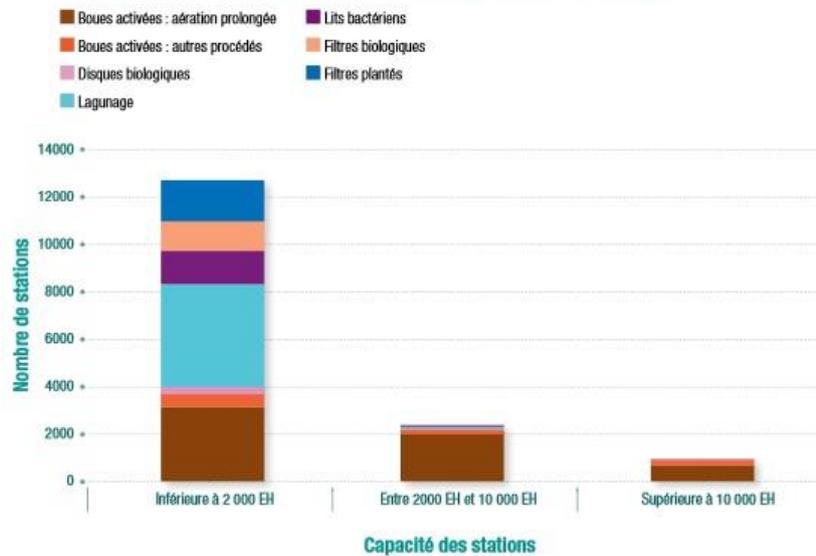


Figure 1 : Répartition des types d'assainissement (source : ONEMA)

En lien avec la problématique du traitement des eaux urbaines et l'augmentation de la pression foncière ainsi que de la pollution à traiter, les procédés mixtes se sont développés pour répondre à des exigences d'efficacité de traitement ainsi que de compacité.

2.2. Objectif du stage

Le but de mon stage est d'évaluer l'efficacité d'un procédé innovant de traitement des eaux usées en configuration monoréacteur. Ma mission va donc être, pour définir les performances réelles du système, le suivi des différents paramètres caractérisant le procédé, en particulier la qualité de l'eau en entrée, en sortie et les boues du bassin d'aération. Des analyses régulières et l'observation de la réponse du procédé en termes d'efficacité de traitement va permettre de détecter ses limites. Tout au long du stage, les résultats obtenus vont être un moyen d'ajuster la conduite du pilote afin d'avoir la meilleure des réponses possible.

3. Principes du traitement des eaux usées (C et N)

3.1. Procédés classiques

Une majorité des stations d'épuration pour les grandes collectivités ont pour but d'éliminer la matière organique ainsi que l'azote des effluents qu'elles reçoivent. La technique la plus employée

en traitement biologique aérobie en culture libre est celle des bassins à boue activée, où l'effluent d'entrée prétraité (dégrillé, dessablé et déshuilé) va être en contact avec des micro-organismes organisés en floccs. Les nutriments (carbone, azote et phosphore) permettent la croissance des bactéries présentes en condition aérobie. Les micro-organismes sont ensuite séparés de l'effluent de sortie par sédimentation dans le clarificateur. Le séquençage de l'aération du bassin permet d'avoir des épisodes d'anoxie dans le bassin, nécessaires à la dénitrification. Le but de la dénitrification dans le bassin est d'éliminer l'azote et d'éviter le rejet trop important de nitrates dans le milieu et également prévenir une remontée de boues au sein du clarificateur due à une dénitrification sauvage (Canler et al., 2007).

La Figure 2 : Schéma d'une filière "classique" de traitement par boues activées (source : FNDAE n°34) ci-dessous présente une filière dite « classique » de traitement des eaux par boues activées :

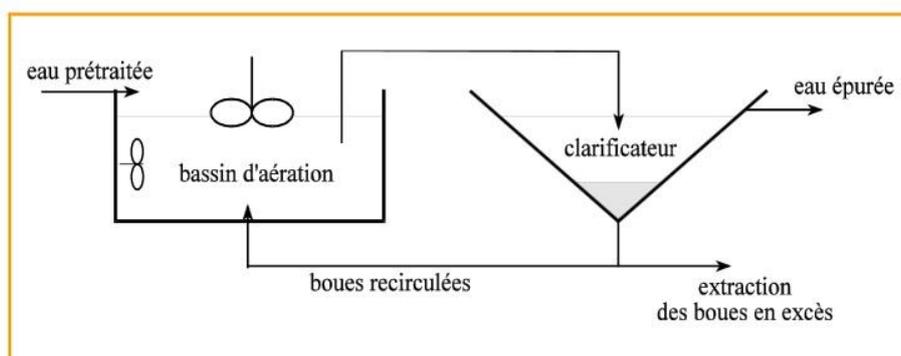


Figure 2 : Schéma d'une filière "classique" de traitement par boues activées (source : FNDAE n°34)

3.1.1. La matière organique

Le carbone organique est le principal élément que l'on veut éliminer puisqu'au-delà d'une teneur limite, son rejet dans les milieux aquatiques consomme de l'oxygène qui n'est alors plus disponible pour les organismes et entraîne l'asphyxie du milieu. Le carbone organique peut être présent sous forme dissoute ou particulaire.

La teneur en matière organique de l'effluent d'entrée correspond à la mesure de DBO_5 ou de la DCO. La Demande Biologique en Oxygène sous 5 jours permet de quantifier la matière organique consommable par la biomasse en 5 jours et s'exprime en $mgO_2.L^{-1}$. On la compare souvent à la Demande Chimique en Oxygène (DCO) qui correspond la matière organique totale, biodégradable ou non, présente dans l'effluent. Sa mesure consiste en une oxydation chimique complète de la matière et est mesurée en mgO_2/L . La qualité du traitement du carbone est évaluée par rapport aux

concentrations des eaux de sortie pour la DCO, la DBO₅ et les Matières en Suspension, ainsi que le rendement d'élimination associé. Le Tableau 1 : Niveaux de rejets pour le carbone présente les limites de rejets pour les composés carbonés.

Tableau 1 : Niveaux de rejets pour le carbone

DBO ₅ (mgO ₂ /L)	DCO (mgO ₂ /L)	MES (mg/L)
25	125	35

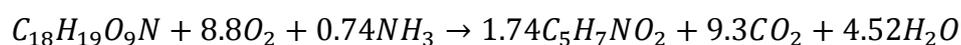
Le traitement du carbone se fait grâce aux bactéries hétérotrophes des boues activées, qui utilisent le carbone organique pour leur propre croissance. Ces bactéries peuvent se développer en milieu aérobie ou anoxique. En absence d'oxygène elles peuvent alors dégrader les nitrates-nitrites en azote atmosphérique. Cette seconde réaction fait partie du traitement de l'azote. Le traitement du carbone et de l'azote sont donc liés.

3.1.2. L'azote

L'azote est le second polluant important qu'il est nécessaire de traiter puisque le rejet sous forme d'ammonium ou de nitrates engendre une toxicité dans les milieux aquatiques.

Assimilation

La majorité de l'azote à traiter est sous forme ammoniacale NH₃/NH₄⁺, le traitement de cet azote va être effectué par deux voies. On a tout d'abord l'assimilation directe de l'ammonium par les bactéries hétérotrophes au cours de leur croissance puisque l'azote représente environ 10% de la biomasse. Cette assimilation peut être décrite par la réaction biologique suivante (Choubert, 2002):

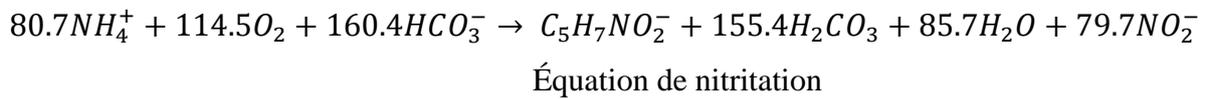


On considère en général que l'assimilation de N-NH₄ équivaut à 5% de la DBO₅ éliminée.

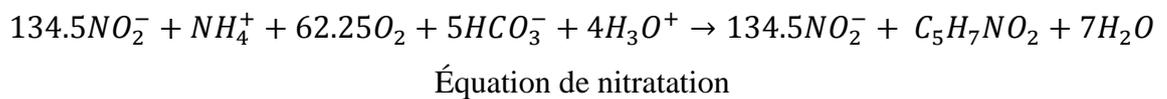
Nitrification

L'azote ammoniacal qui n'est pas assimilé va être traité par nitrification et dénitrification. La nitrification tout d'abord, correspond à l'oxydation biologique de l'azote ammoniacal en nitrates. Elle est effectuée par des bactéries autotrophes qui vont, en milieu oxygéné, utiliser l'azote ammoniacal et les ions HCO₃⁻ comme sources d'énergie. La nitrification s'effectue en deux étapes successives.

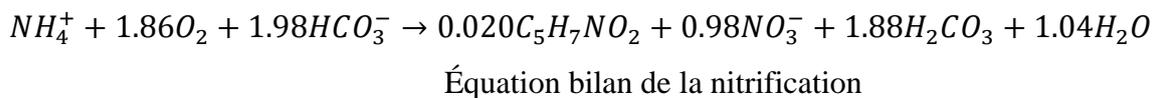
Premièrement la **nitritation**, effectuée par les bactéries type *Nitrosomonas*, *Nitrosococcus* et *Nitrospira* (AOB), transforme le NH_4^+ en NO_2^- . L'équation biologique ci-dessous exprime l'oxydation biologique du NH_4^+ . Cette réaction engendre une production théorique de biomasse de 0.1 gMVS/gN- NH_4 ainsi qu'une acidification du milieu liée à la consommation de carbonates(Choubert, 2002).



Dans un second temps, les bactéries type *Nitrobacter* (NOB) vont oxyder les nitrites (NO_2^-) et former des nitrates (NO_3^-) lors de la nitratisation. L'équation ci-dessous présente la réaction biologique de nitratisation. La production de biomasse est cette fois de 0.06 gMVS/gN- NO_2^- .



La réaction globale de nitrification peut alors s'écrire de la manière suivante :



Le rendement énergétique de la réaction de nitrification est nettement supérieur à son rendement de synthèse qui est seulement de 0.17gMVS/gN_{nitrifié}. Dans ces conditions, la production d'énergie et donc de nitrates à partir d'azote ammoniacal va être plus importante que la production de biomasse. Cela qui explique que l'on va majoritairement retrouver l'ammoniac nitrifié sous forme NO_3^- dans le milieu plutôt que sous forme de biomasse (Choubert, 2002). De plus, le taux de croissance des bactéries autotrophes est bien plus faible que celui des hétérotrophes, leur implantation est donc plus longue au sein des installations de traitement. Le Tableau 2 : Taux de croissance à 20°C des bactéries nitritantes, nitratantes et hétérotrophes présente les ordres de grandeur pour les taux de croissance des bactéries nitrifiantes (nitritantes et nitratantes) et des bactéries hétérotrophes (Deronzier et al., 2002) :

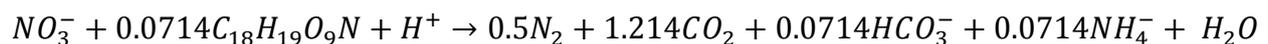
Tableau 2 : Taux de croissance à 20°C des bactéries nitritantes, nitratantes et hétérotrophes

	μ_{max}
Bactéries hétérotrophes	2 h^{-1}
Bactéries nitritantes	0.7 j^{-1}
Bactéries nitratantes	1 j^{-1}

Ainsi, le temps de doublement des autotrophes va de 7 à 24h pour *Nitrosomonas* et de 10 à 140h pour *Nitrobacter* contre 20 à 40 minutes pour les hétérotrophes. Les bactéries hétérotrophes se multiplient donc jusqu'à 50 fois plus vite que les autotrophes (Choubert, 2002). Pour obtenir les deux types de biomasse dans le réacteur il faut donc maîtriser les bactéries hétérotrophes et favoriser les autotrophes plus sensibles.

Dénitrification

La dénitrification consiste en une réduction des nitrates en diazote gazeux. Elle est effectuée par des bactéries hétérotrophes du genre *Pseudomonas* dans des conditions anoxiques et présence de nitrates. Dans ce cas, les nitrates sont alors utilisés comme accepteurs d'électrons à la place de l'oxygène et la matière organique est la source de carbone de ces bactéries. L'équation suivante résume la réaction biologique de dénitrification (Choubert, 2002):



Équation de dénitrification

La dénitrification est parfois difficile à maîtriser dans certaines stations, il est alors nécessaire de rajouter en tête de filière biologique un bassin anoxie pour terminer l'élimination des nitrates qui sont apportés via la recirculation des eaux en sortie de clarificateur et des boues du bassin. Cette filière est néanmoins plus coûteuse à mettre en place qu'une filière classique avec des bassins d'aération avec séquençage de l'aération (Deronzier et al., 2002).

3.1.3. Les paramètres importants

Paramètres de dimensionnement

Différents paramètres vont être essentiels dans la gestion de l'élimination des pollutions azotées et carbonées des effluents entrants. Tout d'abord, à partir des flux à traiter, le paramètre de dimensionnement clé est la concentration en Matières En Suspension, autrement dit la concentration en biomasse du bassin nécessaire pour traiter ce flux. Avec la pollution carbonée entrante, ils déterminent la Charge Massique notée C_m qui s'exprime en kgDBO5/kgMVS/j et correspond au flux de matière carbonée rapportée à la biomasse présente dans le bassin. Pour la calculer la charge massique on considère la Matière Volatile en Suspension (MVS) qui correspond généralement à 70 - 80% de la Matière En Suspension du bassin dans le cas d'une aération prolongée. Plus cette valeur de C_m est élevée (entre 0.3 et 0.4) plus la station est chargée, conditionnant ainsi l'efficacité du traitement du carbone par les bactéries présentes.

Le second paramètre important est l'âge des boues. Il correspond au temps moyen de séjour des bactéries dans le bassin. Il se calcule en faisant l'hypothèse préalable que l'on reste en concentration de biomasse constante dans le bassin, et que l'âge de boues est lié au remplacement des bactéries par la nouvelle biomasse créée à partir de la source de carbone apportée par l'effluent d'entrée. Ce qui nous donne :

$$\text{Age de Boues} = \frac{\text{MES}_{\text{bassin}} \times \text{Volume}_{\text{bassin}}}{\text{Taux}_{\text{croissance}} \times \text{DBO}_5 \text{ effluent} \times Q_{\text{entrée}}} \text{ avec } \text{Taux}_{\text{croissance}} (\mu) \text{ en kgMES/kgDBO}_5$$

L'âge des boues va alors conditionner la présence d'autotrophes (bactéries nitrifiantes notamment) dans le bassin. En effet, elles ont une croissance plus lente et un âge de boues faible va ainsi diminuer leur implantation dans le bassin. Il est donc essentiel de contrôler ce paramètre au maximum et de trouver l'équilibre entre l'âge de boues et la charge massique pour assurer un traitement optimal.

Paramètres physico-chimiques

Outre ces paramètres liés au dimensionnement de l'installation, d'autres conditions de fonctionnement sont très importantes pour le traitement du carbone et de l'azote. L'aération est en effet indispensable dans le procédé, en particulier pour l'élimination du carbone par les hétérotrophes ainsi que la nitrification de l'ammonium par les bactéries autotrophes nitrifiantes. De plus, les bactéries autotrophes ayant une affinité moindre pour l'oxygène en comparaison avec les hétérotrophes ($K_{O,H}=0.2 \text{ mg/L}$ et $K_{O,A}= 0.4\text{mg/L}$), si l'oxygénation est insuffisante, la compétition entre les deux types de bactéries risque d'engendrer une disparition des autotrophes (Choubert, 2002).

Ensuite, la physico-chimie du bassin entre en compte, avec le pH et l'alcalinité (carbone minéral) qui conditionnent le bon établissement de la biomasse et la nitrification, consommatrice d'ions HCO_3^- . L'acidification naturelle résultant de cette réaction nécessite parfois un chaulage des eaux en entrée, en effet, le bilan global nitrification/dénitrification consomme du substrat carboné.

Enfin, la température est un grand facteur dans le traitement des eaux puisqu'elle joue sur la biomasse, notamment sur son taux de croissance et donc l'âge des boues optimum dans le bassin. Au-delà de 30 degrés c'est un inhibiteur de certaines bactéries, tandis qu'en période hivernale la faible température ralenti fortement le développement de la biomasse et leur efficacité. Plus l'on se rapproche des 25 degrés plus la croissance des bactéries va être importante.

L'adaptation des paramètres de contrôle du traitement des eaux usées par voie biologique est donc indispensable pour garantir l'efficacité du traitement. L'exploitation des installations est dépendante des conditions environnementales, des spécificités intrinsèques à la biologie ainsi qu'à l'effluent à traiter et sont évidemment liées à l'objectif de traitement fixé.

C'est dans une optique d'amélioration du traitement du carbone et de l'azote des stations d'épurations en surcharge que les procédés mixtes, impliquant l'utilisation de la biomasse fixée et libre, se sont développés.

3.2. Procédés mixtes

3.2.1. Historique

La technique hybride à lit fixé/fluidisé a été développée pour optimiser l'épuration des eaux usées des grandes stations collectives. Le principe consiste à ajouter, au sein du réacteur à boues activées ou dans un réacteur supplémentaire, un support appelé biomédia, permettant à la biomasse de s'y fixer et former un biofilm améliorant ainsi l'efficacité épuratoire de la station (Figure 3 : Biomédia (Warden Biomedia, source : enviropro.co.uk)). En effet, l'accroissement de la biomasse au sein du réacteur a pour conséquence un traitement plus important de la pollution reçue, principalement le carbone et l'azote. La mise en mouvement des biomédias est réalisée par l'aération du réacteur, cette fluidisation est essentielle au traitement puisqu'elle conditionne le contact entre la biomasse et le substrat.



Figure 3 : Biomédia (Warden Biomedia, source : enviropro.co.uk)

L'intérêt du support est d'avoir un âge de boue élevé favorable aux autotrophes malgré un âge de boue faible pour la culture libre.

L'utilisation de ce type de technologie hybride a débuté avant 1940 avec Hays et Griffith et l'implantation du procédé avec des biomédias fixés/immergés dans plus de 60 stations des camps de l'armée américaine (Water Environment Federation, 2010). Néanmoins, le procédé fut arrêté dans les années 60 à cause du surcoût important dû à l'aération ainsi qu'une efficacité limitée. Dans le même temps, le procédé a été repris au Japon par Kato et Sekikawa en 1967, au départ pour le traitement d'effluents industriels. Le développement de différents types de biomédias a entraîné une mise en place du procédé dans plusieurs stations, essentiellement dans des bassins aérobies à boues activées pour augmenter le traitement du carbone, puis en Allemagne et aux Etats-Unis pour le traitement de l'azote.

3.2.2. Principe des procédés mixtes : MBBR et IFAS

Deux types de procédés mixtes ont été développés depuis 1970 : l'IFAS soit Integrated Fixed-Film Activated Sludge et le MBBR, Moving Bed Biofilm Reactor dont le principe est similaire à l'IFAS à l'exception qu'il ne possède pas de boucle de recirculation des boues provenant du clarificateur et que la concentration en MES très faible dépendant de la production spécifique et de la DBO₅ en entrée (Canler and Perret, 2013). La Figure 4 : Schéma du procédé IFAS en deux réacteurs (source : bioprocessH2O) présente un procédé IFAS en deux étapes. Cette technologie est aujourd'hui proposée par de nombreux industriels du traitement de l'eau.

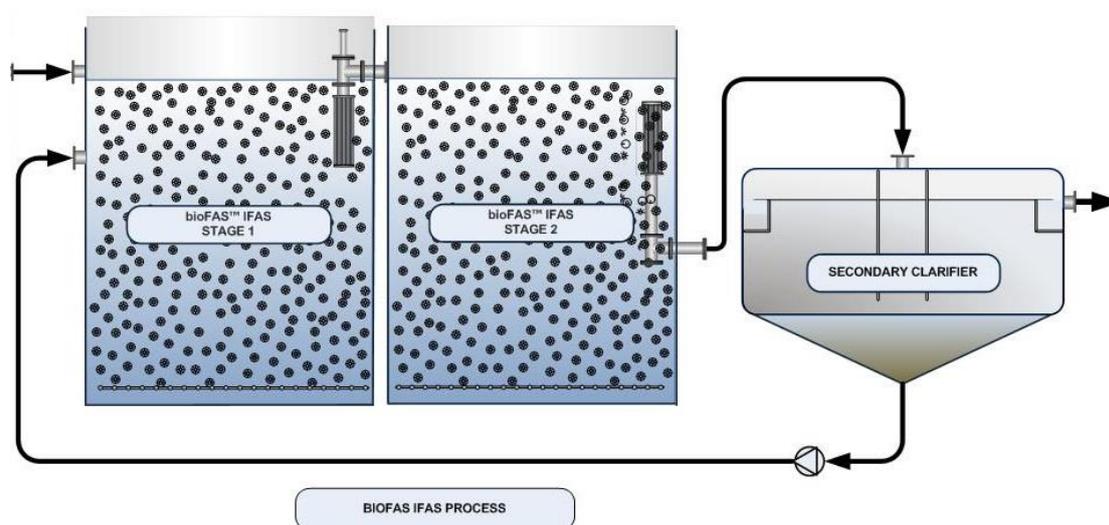


Figure 4 : Schéma du procédé IFAS en deux réacteurs (source : bioprocessH2O)

Les configurations sont variables, suivant l'application de la technologie, mais concernent généralement des filières possédant un bassin anoxie, puis un bassin aérobie à boues activées.

3.2.3. Application

Dans ce contexte, le développement de systèmes mixtes avec biomédias est intéressant pour plusieurs problématiques. Tout d'abord, ils pourraient s'appliquer dans le cas de la réhabilitation de stations, en prévision d'une augmentation de la charge ou d'une installation surchargée. En effet, ces systèmes compacts permettent de traiter plus de pollution, et éventuellement d'ajouter le traitement de l'azote pour certaines stations, au vu de la législation et des normes de rejets plus drastiques. Dans ce cas, le MBBR serait appliqué en tant qu'installation en tête de filière pour réduire la charge entrante, tandis que l'IFAS correspondrait à l'ajout des biomédias directement dans le bassin aérobie (Canler and Perret, 2013). Dans un autre cas, l'application de ces procédés peut se faire lors de la construction d'une station qui aurait des contraintes foncières importantes nécessitant une

technologie compacte. La technologie mixte serait ainsi intégrée dès le début dans le dimensionnement.

On peut néanmoins déjà évoquer les limites pressenties qui sont celles des boues supplémentaires produites qui vont nécessiter un traitement plus important. Certaines questions sur les biomédias eux-mêmes sont également à discuter (résistance du matériau principalement pour la dénitrification, filière de recyclage, sécurité de rejet de supports dans les milieux...). Le coût fait également partie de l'équation puisque c'est un investissement non négligeable qui engendre des frais supplémentaires d'adaptation du procédé (étape de clarification à étudier, rampe d'aération, systèmes de grille pour les biomédias...).

3.2.4. Configuration du procédé IFAS et objectif du stage

Le procédé IFAS a fait l'objet d'une thèse de 2012 à 2015 dont le but était d'évaluer le traitement de l'azote par le procédé et les conditions opératoires influençant l'efficacité du traitement. La modélisation des processus et l'étude sur pilote ont pour but de développer les bases de dimensionnement pour les installations IFAS et d'obtenir des résultats sur ses performances pour différents scénarios prédictifs. La configuration du procédé pour cette thèse a été établie pour le traitement du carbone et de l'azote en trois réacteurs (Moretti, 2012) dans un bassin de 2.8m^3 divisé en trois sous-bassins. Le premier était un bassin anoxie pour la pré-dénitrification, le second un bassin aérobie de type boue activée sans biomédias pour le traitement du carbone, enfin le dernier sous-bassin est aérobie et possède des biomédias pour le traitement de l'azote et est le lieu de nitrification. Les nitrates produits sont ensuite recirculés avec la liqueur mixte afin d'être dénitrifiés en tête de réacteur. C'est dans cette configuration que l'étude s'est déroulée avec pour objectif principal le traitement de l'azote.

Mon stage correspond à la suite de cette thèse dont la partie expérimentale s'est terminée début 2015. L'efficacité du procédé en trois réacteurs s'étant avérée concluante, l'idée est donc d'évaluer ses performances dans une configuration mono-réacteur, où le traitement du carbone et de l'azote se ferait dans un même bassin grâce à des alternances aération-anoxie pour permettre la nitrification-dénitrification ainsi que l'élimination du carbone. L'objectif théorique est d'essayer de développer la biomasse hétérotrophe dans la partie boue activée libre, et de favoriser l'implantation des bactéries autotrophes nitrifiantes principalement au niveau des biomédias étant donné l'âge de boue plus long sur le biofilm que dans le réacteur. La comparaison avec les résultats de la thèse en trois réacteur permettra de statuer sur l'applicabilité du procédé.

B. Matériel et méthode

1. Installations

1.1. Le pilote

1.1.1. Le réacteur

Les installations pilotes sont situées dans un hall, placé juste à côté de la station d'épuration de la Feyssine recevant les eaux usées de nombreuses communes de Lyon (Villeurbanne, Vaulx-en-Velin, Décines-Charpieu, Bron, Chassieu, Saint-Priest, Genas, Saint-Laurent-de-Mure et Saint-Bonnet-de-Mure). Le hall d'expérimentation de l'Irstea est relié directement à différentes étapes de traitement de la station afin de pouvoir expérimenter sur des eaux non synthétiques. Le pilote expérimental étudié durant mon stage était relié à des eaux déssablées, pompées à la station, donc ayant subi un pré-traitement. Cette eau était dégrillée de nouveau, cette fois directement dans le hall par un tamis de petite dimension, plus adaptée à la technologie IFAS.

Un bac de faible stockage permet l'alimentation en continu d'effluent d'entrée dessablé provenant de la station. Il est directement relié, par l'intermédiaire d'une pompe, à la cuve pilote qui est un bac rectangulaire de 2.8 m³ de contenance (2m de profondeur, 1m de large et 1.5m de long). L'effluent est ensuite évacué vers deux clarificateurs de même taille, ayant une surface de 0.52m² chacun. Deux dégazeurs cylindriques d'environ 80 cm de hauteur et 30cm de diamètre sont placés à côté des clarificateurs afin que la boue évacuée au préalable le gaz, créant alors de la mousse, avant d'arriver au clarificateur. Un système de recirculation des boues provenant des deux clarificateurs ainsi qu'une filière d'extraction des boues sont présents. La Figure 6 : Schéma des installations du pilote (copie d'écran du moniteur de contrôle) détaille la configuration de l'installation.

Pour effectuer efficacement l'aération, deux systèmes ont été placés dans le bassin en prévision de l'ajout des biomédias. Ce sont des rampes plastiques, avec chacune des trous de 1.5mm afin d'avoir un flux d'air important permettant un brassage efficace des biomédias. L'aération a été prévue pour être plus intense vers l'extérieur du bassin, créant ainsi un mouvement circulaire pour le mélange, appelé Spiral Flow (Figure 5 : Schéma du système d'aération ci-contre).

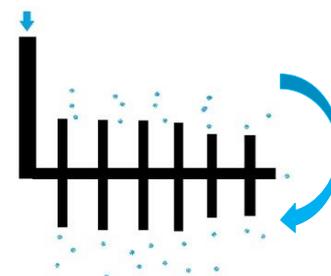


Figure 5 : Schéma du système d'aération

Au cours de l'expérimentation, il a été nécessaire de rajouter une barre d'aération centrale, avec diffuseurs de fines bulles, afin d'assurer une quantité d'oxygène non limitante dans le réacteur pour la première étape de l'étude (cf 2.1).

Deux agitateurs sont également présents, pour permettre le brassage lors de l'arrêt de l'aération.

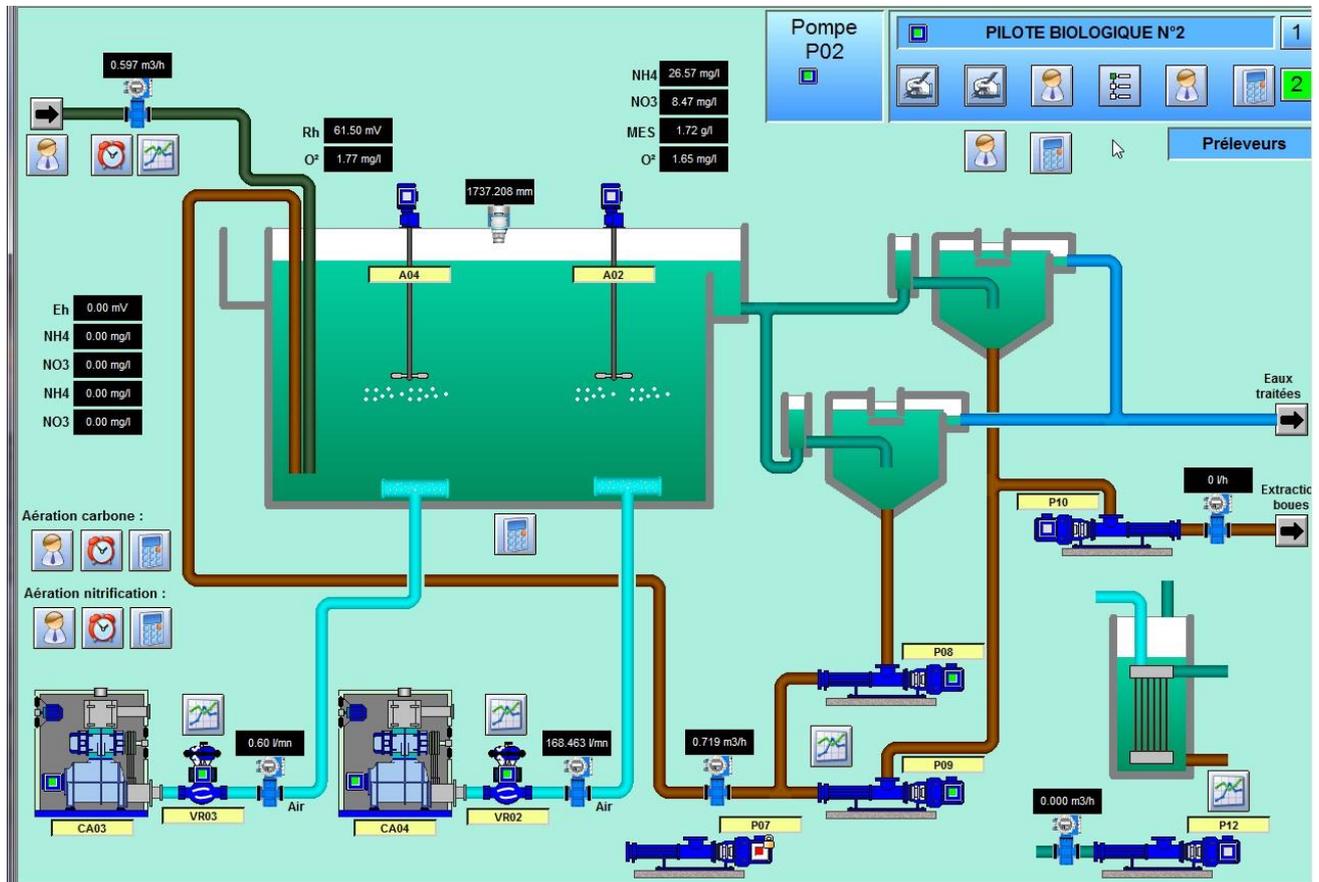


Figure 6 : Schéma des installations du pilote (copie d'écran du moniteur de contrôle)

Le moniteur de contrôle présente l'installation ainsi que les mesures des sondes et les débits des pompes présents, permettant le suivi numérique du pilote. Toute modification de gestion est apportée par le biais de l'automate gérant l'installation.

1.1.2. Configuration des clarificateurs

On a tout d'abord un objectif de charge massique C_m de $0.3 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVS}/\text{j}$, et une masse de MVS dans le bassin de 8 kgMVS pour une biomasse à 80% de MVS. Le besoin journalier en DBO_5 est alors de :

$$\text{DBO}_{5\text{théorique}} = 0.3 * 8 = 2.4 \text{ kgDBO}_5/\text{j}$$

On considère un effluent d'entrée avec une concentration moyenne de 0.15gDBO₅/L on obtient ainsi un débit journalier de 16m³ soit environ 600L/h.

Au départ de l'expérience, un unique clarificateur était présent comme pour une filière de traitement classique. Le calcul du débit admissible (Qa) était alors nécessaire pour vérifier le dimensionnement. On calcule tout d'abord le volume corrigé :

$$V_c = IB \times [MES]$$

Dans notre cas, pour un indice de boues de 150mL/gMES et une concentration en MES de 4g/L, le V_c est de **600mL/L**. D'après la courbe exprimant la Vitesse ascensionnelle (V_a) en fonction de V_c (Annexe 1), on a une V_a de 0.8 m³/m².h. Or $V_a = Q_{admissible}/Surface$ ce qui nous donne: $Q_{admissible} = 0.8 * 0.52 = 0.416 m^3/h$.

Pour atteindre le débit et donc la charge massique voulue, il fallait soit doubler la surface des clarificateurs et ainsi en ajouter un, soit diminuer la concentration en MES du bassin (diminuant alors le besoin journalier en DBO₅). La volonté de garder la concentration en MES élevée ainsi qu'un volume important en entrée ont conduit à la mise en place d'une filière avec deux clarificateurs.

1.1.3. Recirculation et extraction

Le taux de recirculation est un paramètre fixé, entre 150% et 100%. Avec un indice de boues espéré à 150mL/gMES la concentration maximale des boues recirculées est de 8g/L d'après le calcul suivant :

$$[MES]_{recir} = \frac{1200}{IB}$$

Ce qui donne un facteur d'épaississement de 2 soit un taux de recirculation de 100%. Avec :

$$f_{\text{épais}} = 1 + \frac{1}{T_{recirc}}$$

Néanmoins, l'indice de boues étant au-dessus de la valeur espérée au démarrage de l'étude, le taux de recirculation a été passé à 120% pour la durée de l'expérimentation.

L'extraction fait partie des paramètres qui varient le plus au cours de la gestion du fonctionnement. En effet, elle permet de réguler la concentration en MES du bassin. La définition du temps de fonctionnement de la pompe d'extraction à débit fixe de 20L/h se fait à partir de la charge en DBO₅ appliquée entraînant une production de biomasse excédentaire à évacuer pour maintenir la concentration du bassin en MES.

$$P = [DBO_5] * P_{spécifique} \text{ avec } P_{spécifique} = 0.8\text{gMES/gDBO}_5$$

Puis suivant le facteur d'épaississement on déduit la concentration de la boue extraite et le temps de fonctionnement de la pompe associé. En pratique, l'ajustement s'est fait tout d'abord grâce aux calculs puis suivant les résultats de mesure des MES et les pertes de boues liées au dégazage ou à la dénitrification sauvage, l'extraction a été adaptée.

1.2. Equipements d'échantillonnage et de mesures

1.2.1. Les sondes

Différents paramètres vont être suivis tout au long de l'étude. Ils vont être mesurés par des sondes, ainsi que par des analyses rapides ou par le laboratoire.

Les paramètres sont les suivants : Matière En Suspension, O₂, potentiel d'oxydo-réduction, NH₄⁺ - NO₃⁻. Diverses sondes vont permettre de suivre ces paramètres (Tableau 3 : Récapitulatif des sondes utilisées) :

Tableau 3 : Récapitulatif des sondes utilisées

Paramètre	Type de sonde	Positionnement
MES	Solitax (rayon IR/absorption)	bassin
O ₂	LDO (Luminescent Dissolved Oxygen)	Bassin (entrée et sortie)
Redox	ORP	Bassin
NH ₄ ⁺ / NO ₃ ⁻	AN-ISE	Bac effluent d'entrée/Sortie bassin

En parallèle, pour les mesures par sondes, il est nécessaire de faire des mesures ponctuelles afin d'étalonner et d'ajuster les valeurs des sondes qui ont tendance à dériver au cours du temps. Ces mesures sont faites sur des prélèvements ponctuels de boue dans le bassin ou de l'eau d'entrée.

La sonde ANISE, très importante dans le suivi du pilote, possède des électrodes de compensation en K⁺ et Cl⁻ qu'il est également nécessaire de surveiller et de calibrer puisqu'une dérive de NO₃⁻ peut être due à une mauvaise mesure des ions chlorures créant des interférences, de même pour les ions

NH₄⁺ et les ions potassium. Les fréquences d'étalonnage des sondes sont résumées par le Tableau 4 :
Fréquence d'étalonnage des sondes suivant :

Tableau 4 : Fréquence d'étalonnage des sondes

Sonde	Fréquence d'étalonnage	Fréquence de nettoyage
MES	1 fois par mois (fonction des coefficients)	2/3 fois par semaine
Redox	2 fois/mois	1 fois par semaine
O ₂	1 fois/mois	2 fois par semaine
NH ₄ /NO ₃	1 fois/semaine	3 fois par semaine

Les données récoltées par les sondes sont à prendre avec précautions. En effet, elles ne sont pas fiables à 100% compte tenu des divergences observées lors d'études précédentes notamment pendant la thèse de Paul Moretti. Elles permettent néanmoins de donner une tendance de la mesure et une valeur approximative. Les analyses par le laboratoire ou manuellement dans le hall constituent les résultats les plus fiables.

1.2.2. Les échantillons

Echantillons 24h

Les analyses des effluents d'entrée et sortie se font sur des échantillons moyens dits de 24h, proportionnels au débit d'entrée, permettant ensuite d'effectuer des bilans journaliers pour les différents paramètres. Le débit étant constant, on effectue les prélèvements à intervalles de temps réguliers grâce aux préleveurs automatiques, placés au niveau des bacs d'entrée des eaux usées ainsi qu'à la sortie des clarificateurs. De plus, cette durée d'échantillonnage doit être supérieure au temps de séjour. Dans notre cas il est d'environ 5h, ce qui veut dire qu'une étude sur 24h est bien suffisante pour les bilans.

Chaque prélèvement est un volume de 100mL, étant donné que l'on est en régime stationnaire avec un débit d'entrée de 600L/h pour atteindre le volume maximum d'effluent de 8L, le prélèvement doit se faire toutes les 14 minutes. Durant l'expérimentation, la fréquence des échantillons 24h était d'un jour par semaine.

Échantillons ponctuels

Des prélèvements ponctuels sont également réalisés, en particulier pour l'étalonnage des sondes (MES et NH₄⁺/NO₃⁻). Ces échantillons sont effectués dans le bassin, lorsque le bassin est aéré pour avoir une biomasse homogène et un échantillon, ou directement dans le bac de stockage de l'effluent

d'entrée. La centrifugation et la filtration sous vide sur une membrane de 45µm sont nécessaires pour les analyses de composés présents uniquement sous forme dissoute ($\text{NH}_4^+/\text{NO}_3^-$ en particulier).

2. Méthodes et mise en place de l'étude

2.1. Déroulement de l'étude

2.1.1. Étape 1 : lessivage des bactéries autotrophes du réacteur

Hypothèses préalables

La conduite de l'étude et son organisation ont nécessité une réflexion sur les finalités du projet et ce que l'on cherche à démontrer. Le procédé IFAS a pour objectif à partir du traitement du carbone plus ou moins poussé de mettre en place celui de l'azote. Basé sur l'idée que les bactéries autotrophes nitrifiantes s'implantent plus lentement que les hétérotrophes dû à leur taux de croissance plus faible nécessitant un âge de boue élevé, le rôle des supports biomédias est de faciliter le développement de ces bactéries et donc d'avoir la nitrification principalement faite par le biofilm formé. En termes applicatifs, l'ajout des biomédias permettrait en théorie d'ajouter le traitement de l'azote à une station en surcharge ne traitant que le carbone.

La première phase correspond à l'établissement de la biomasse, notamment la biomasse hétérotrophe consommatrice de carbone. Durant cette étape, le but est de se placer dans une situation de station d'épuration avec une Charge Massique de 0.3 kgDBO5/kgMVS/j et une concentration en MES du bassin de 4g/L. La finalité est d'avoir un court temps de séjour des bactéries afin d'éviter l'implantation des bactéries autotrophes nitrifiantes, autrement dit un Age de Boues réduit engendrant une absence de nitrification. L'azote doit être rejeté sous forme d'ammonium avec une efficacité satisfaisante pour le traitement du carbone par la biomasse.

Adaptation de la gestion du pilote

Durant cette première période qui a duré environ 3 mois, il a fallu jouer sur certains paramètres afin d'obtenir le rendu final avec une absence de nitrification et une charge massique maintenue à 0.3. Tout d'abord la gestion du débit d'alimentation qui a été augmenté progressivement jusqu'à 600L/h, sa valeur maximale, afin de ne pas perturber le système de manière trop importante. L'extraction a

permis la gestion d'une concentration constante en MES dans le bassin fixée au départ à 4g/L. Lors du suivi, il a d'ailleurs fallu revoir cet objectif de 4g/L de MES compte tenu de la nitrification toujours présente. La diminution de la concentration à 3g/L entraîne la réduction supplémentaire de l'âge de boues par augmentation de la C_m et ainsi un lessivage plus important des bactéries autotrophes nitrifiantes.

Lors de l'expérimentation, l'idée était de terminer la première phase en aération continue pour une bonne consommation de carbone mais sans nitrification. Pour atteindre cet objectif il a fallu augmenter par étapes le temps d'aération en faisant des cycles, puisque les bactéries nitrifiantes étaient toujours présentes, la dénitrification s'avérait alors nécessaire. A la disparition des autotrophes nitrifiantes, l'aération a pu se faire en continu au moment de l'ensemencement avec les biomédias.

2.1.2. Étape 2 : ensemencement avec les biomédias et développement d'un biofilm autotrophe

Ensemencement et absence de nitrification

La seconde étape démarre par l'ajout des biomédias dans le réacteur. D'après la littérature et l'expérience de Paul Moretti durant sa thèse, le volume de biomédias à ajouter correspond à 43% du volume du réacteur soit $1,2\text{m}^3$ dans notre cas. Lors de l'ajout nous avons rajouté environ 120 seaux de 10L de biomédias soit $1,2\text{m}^3$. A partir de l'ensemencement et durant les quelques semaines suivantes, l'aération a été mise en continu, permettant le brassage permanent des biomédias sans pour autant avoir de nitrification.

Retour de la nitrification

Après quelques semaines la biomasse commence à coloniser les biomédias, notamment les bactéries autotrophes nitrifiantes. Une augmentation des nitrates en sortie de réacteur nous informe de l'activité nitrifiante des bactéries. L'aération discontinue est prévue en cas de concentrations en nitrates en sortie.

Le suivi et la gestion du pilote lors des deux étapes successives est faite grâce à des analyses physico-chimiques permettant d'évaluer la performance du réacteur et d'adapter les décisions de conduite.

2.2. Les analyses

2.2.2. Sur place

Certaines analyses vont être faites directement dans le laboratoire du hall Feysine. Elles concernent en majorité les Matières En Suspension du bassin, l'Indice de Boues, la DBO₅.

Analyses en continu (étape 1 et 2)

MES, Indice de boues

L'analyse des matières en suspension a pour but de vérifier la concentration constante des boues du bassin et d'étalonner la sonde. Elle s'effectue en général lors de l'aération, période où la biomasse est brassée et donc homogène. On prélève de la boue du bassin, que l'on centrifuge et l'on pèse après 24h de séchage à 105°C. On obtient alors la masse de biomasse par litre. En parallèle, on mesure le volume de boues décantées au bout de 30min (qui doit être inférieur à 300mL), pour un volume initial différent selon la qualité des boues, complété à 1L. Le rapport de celui-ci avec la concentration en MES dans l'éprouvette nous donne l'Indice de Boues en mL/gMES. Plus l'indice de boues est faible (autour de 150) plus les boues sont dites « plombées » c'est-à-dire qu'elles décantent bien. Le protocole détaillé pour la mesure de l'Indice de Boues et des MES est présenté dans l'annexe 2.

Demande Biologique en Oxygène 5 jours

La mesure de la DBO₅ fait partie des analyses faites directement, sur les échantillons moyens 24h. On utilise pour cela une technique non encore homologuée, appelée Oxitop, qui est basée sur la mesure par une tête électronique de la pression partielle en CO₂ dans le récipient en verre contenant un certain volume d'effluent. Les données récupérées sont directement la DBO en mgO₂/L. Pour une assurance supplémentaire, cette mesure est également faite par le laboratoire LAMA. Cela permet de comparer cette méthode et les mesures standardisées en laboratoire. Le protocole de la mesure de DBO par la technique Oxitop est présenté en annexe 2.

Analyses durant l'étape 2

Vitesse de nitrification

La vitesse de nitrification est réalisée dans le hall d'expérimentation. Elle consiste en une mesure de la nitrification à travers l'évolution de la concentration en NH₄⁺ et en NO₂⁻, NO₃⁻ au cours du temps dans des conditions optimales. Pour cela, le volume de boues prélevé à T₀ est dopé en NH₄⁺ et en

HCO₃⁻ afin d'éviter tout facteur limitant et observer la nitrification maximale de la biomasse. Les masses de réactifs à ajouter sont calculées en fonction de la concentration voulue en N - NH₄⁺.

$$m_{NH_4Cl} = \frac{C * V}{M_N} * M_{NH_4Cl}$$

De la même façon, d'après la formule de nitrification (II.b.ii) on a : $1.98n_{NH_4^+} = n_{HCO_3^-}$ ce qui nous amène à :

$$m_{NaHCO_3} = 1.98 * \frac{m_{NH_4Cl}}{M_{NH_4Cl}} * M_{NaHCO_3}$$

De plus, le maintien de conditions optimales d'oxygène et de pH permet d'obtenir des résultats significatifs. Le pH doit être entre 7 et 8 étant donné sa tendance à augmenter lors de la réaction, l'ajout d'acide sulfurique est ainsi nécessaire au cours de la manipulation. La réaction de nitrification est en théorie acidifiante, mais en situation de test batch, l'oxygénation importante entraîne le stripping du CO₂ ce qui fait créer l'effet inverse et augmente le pH.

Le taux d'oxygène doit être supérieur à 4, une sonde portable LDO permet de suivre ce paramètre. Le protocole détaillé est présenté en annexe 3. Les analyses sur les échantillons filtrés prélevés aux différents temps indiqués sont faites par le laboratoire LAMA. L'analyse de la teneur en HCO₃⁻ en fin de manipulation permet de vérifier que l'alcalinité n'est pas un facteur limitant. La vitesse de nitrification s'exprime en mgN/gMVS/h en utilisant le coefficient directeur de la courbe de tendance de formation des Nox (NO₃⁻ et NO₂⁻) en fonction du temps.

Épaisseur du biofilm

Suite à l'ensemencement du pilote avec les biomédias, le suivi du développement de la biomasse sur les supports va se faire par le biais de la mesure de la quantité de MVS et donc de l'épaisseur du biofilm. L'épaisseur est calculée en mesurant la masse de biofilm présente sur les biomédias rapportée à la surface spécifique du matériau. La mesure est faite en triple afin d'avoir une épaisseur moyenne fiable. On pèse un certain nombre de biomédias à sec, avant et après l'élimination de la biomasse par la javel suivie d'ultrasons. Le protocole détaillé de la mesure est présenté en annexe 4.

2.2.3. En laboratoire (LAMA)

Les éléments analysés par le laboratoire varient suivant les prélèvements. Les échantillons moyens sur 24h d'eau d'entrée et de sortie sont les plus importants pour les bilans d'évaluation du pilote et l'on mesure alors :

- Les Matières en Suspension qui nous indiquent si l'on a des pertes de boues en sortie ou un apport très important de particules en entrée
- La Demande Chimique en Oxygène qui consiste en une oxydation de toute matière organique présente dans l'effluent, qu'elle soit biodégradable ou non. Cette mesure s'effectue sur un échantillon brut et filtré pour comparer la quantité de matières dissoutes organiques.
- La Demande Biologique en Oxygène qui mesure la matière biodégradable de l'échantillon.
- Les NH_4^+ et NO_3^- sont mesurés sur un échantillon filtré puisque ce sont des éléments dissous. Ils permettent d'évaluer la nitrification/dénitrification qui peut avoir lieu dans le bassin.

D'autres échantillons sont apportés, en particuliers pour l'étalonnage des sondes NH_4/NO_3 sur eau préalablement filtrée avec un dosage des ions NH_4^+ , NO_3^- mais aussi des ions correcteurs K^+ et Cl^- .

Pour ce qui est de la vitesse de nitrification, les MES, les ions HCO_3^- ainsi que les ions NH_4^+ , NO_3^- et NO_2^- sont dosés.

Les analyses régulières ont permis un suivi de l'évolution du comportement du pilote au cours des différentes phases énoncées.

C. Résultats et discussion

1. Gestion du pilote et ajustements

Au cours de l'expérimentation, il a été nécessaire d'ajuster certains paramètres au vu des résultats. De plus, de nombreuses difficultés se sont posées lors de l'exploitation du pilote dont les résolutions ont nécessité des études plus poussées.

1.1. Pertes des boues des clarificateurs

Vérification de l'hydraulique des clarificateurs

Durant les premières semaines, on a pu observer une grande quantité de flottants au niveau des clarificateurs. Cette problématique a amené une vérification des calculs hydrauliques de dimensionnement des clarificateurs, notamment la vitesse ascensionnelle et la vitesse du clifford (arrivée d'eau centrale).

Avec un débit de 600 L/h, nous obtenons une vitesse ascensionnelle de :

$$V_a = \frac{Q_e}{S_{utile}} = \mathbf{0.59\text{m}^3/\text{m}^2.\text{h}}$$
 avec une S_{utile} de 1.02m^2

On reprend ensuite le volume corrigé calculé précédemment de **600 mL/L**, ainsi que la vitesse ascensionnelle associée de **0.8 m³/m².h** qui est bien supérieure à la V_a calculée.

En ce qui concerne la vitesse du clifford : $V = \frac{Q_r + Q_e}{S_{clif}}$ avec un taux de recirculation de 120% et un débit d'entrée de 600 L/h pour une surface globale des deux cliffords de 0.024 m^2 , on obtient une vitesse de **1.52 cm/sec**. Pour être conforme à ce qui est attendu, il faut que la vitesse soit inférieure à 2.5 cm/sec ce qui est bien notre cas. Le dimensionnement hydraulique des clarificateurs est donc juste.

Remontées de boues et modification de filière

Les hypothèses de déséquilibre hydraulique entre les deux clarificateurs se sont avérées non concluantes avec une uniformité des débits de recirculation et de sortie. L'hypothèse principale avancée est donc celle du dégazage et de la dénitrification sauvage au sein des clarificateurs, liés à la

présence de nitrification dans le bassin. Les dégazeurs présentant un volume très important de boues sous forme de « mousse » il est possible qu'un dégazage supplémentaire ait lieu au sein des clarificateurs entraînant alors la remontée des boues. Pour pallier à cette problématique la filière a été modifiée par l'ajout d'un dégazeur plus grand et central avant la séparation hydraulique de l'effluent vers les deux clarificateurs. La mise en place de cet élément permet la réduction du dégazage dans les cylindres et donc dans les clarificateurs.

1.2. Difficultés de gestion rencontrés

Outre la problématique liée aux pertes de boues des clarificateurs, influençant alors les résultats obtenus en sortie, d'autres difficultés sont venues s'ajouter. En effet, durant toute la durée de l'expérimentation, des problèmes techniques sont survenus, en particulier des arrêts d'alimentation dus aux dysfonctionnements des équipements (pompes) ou liés à la station (curage). Ces arrêts plus ou moins long déséquilibrent le réacteur dont l'effluent stagne à l'intérieur de la cuve. Ces difficultés inopinées engendrent un temps de stabilisation de plusieurs jours suite à la panne afin de remettre en état la biomasse. Ces problématiques en font une expérience nécessitant une gestion constante et relativement lourde en termes de maintenance (sondes et réacteur).

2. Suivi de la phase 1 : traitement du carbone à moyenne charge

2.1. Paramètres du pilote

2.1.1. MES et Indice de Boues

La qualité de la biomasse du bassin et le maintien de la concentration voulue de matières en suspension ont été vérifiées tout au long de la première phase par la mesure des MES ainsi que de l'Indice de Boues. Les résultats pour la première phase qui s'est déroulée du 1^{er} avril au 30 Juin sont présentés par la Figure 7 : MES et Indice de Boues au cours du temps ci-dessous, les valeurs brutes sont présentées en annexe 6 :

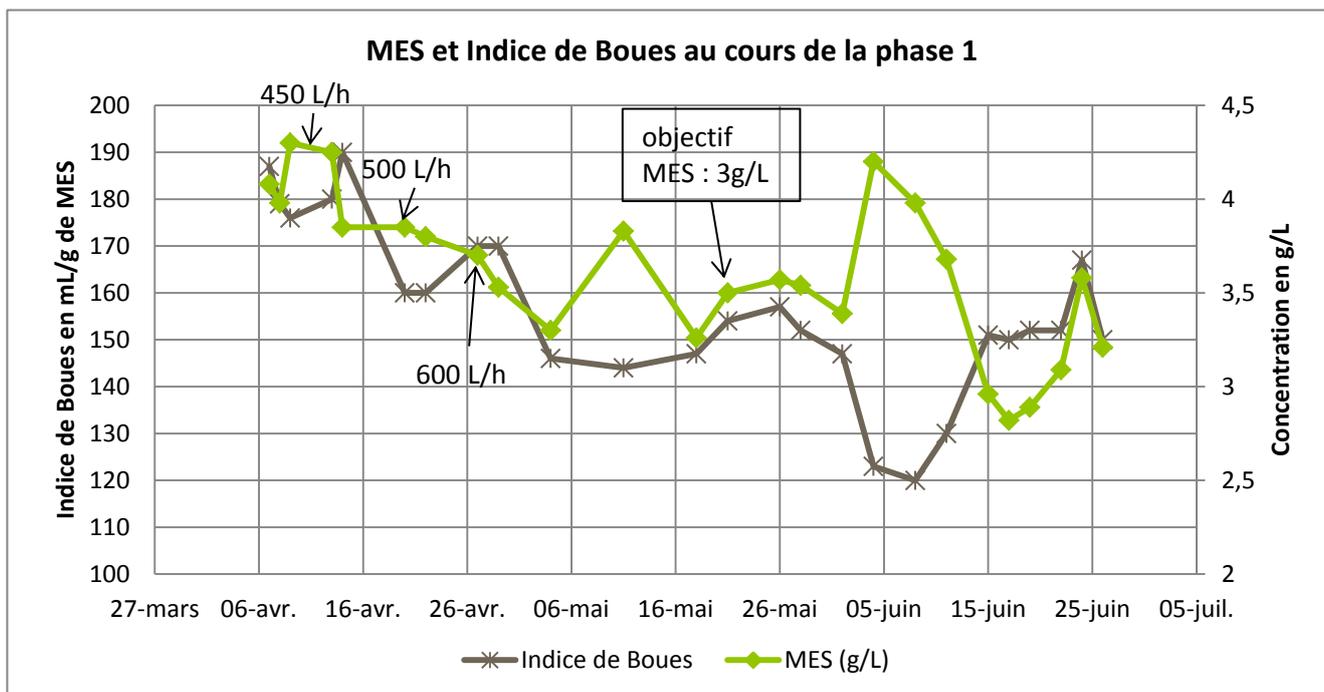


Figure 7 : MES et Indice de Boues au cours du temps

On peut observer, pour l'évolution des MES au cours du temps, un démarrage du pilote avec une forte production de boues et une concentration élevée autour de 4g/L suivie d'une baisse progressive à mesure que le débit d'alimentation augmente et que l'on augmente l'extraction des boues. Cette dernière a été ajustée grâce aux calculs théoriques tout d'abord, puis les variations des concentrations en MES ont conduit à une gestion en réaction aux analyses effectuées. Les résultats montrent une variation autour de 3,5 à 4g/L. Le choix du passage à un objectif de 3g/L a été fait afin de lessiver les bactéries autotrophes et donc de stopper la nitrification encore présente jusque-là, néanmoins son maintien à 3g/L est difficile.

La concentration en MES du bassin est le paramètre le plus sensible aux modifications et aux évènements survenant durant la gestion du pilote. Les arrêts d'alimentation en particulier, engendrent une baisse de la concentration en biomasse, tout comme le dégazage, les flottants et les pertes de boues par les clarificateurs. La qualité de l'eau d'entrée joue également un rôle très important, puisque l'augmentation de la DBO₅ de l'intrant se traduit par une production de boues plus rapide et donc un accroissement de la concentration en MES comme le 5 juin où la DBO₅ est passée de 150 à 200 mgO₂/L.

L'Indice de Boues est l'élément permettant d'évaluer la qualité de décantation des boues et éviter ainsi les pertes au niveau des clarificateurs. Lorsqu'elles sont stabilisées, elles atteignent en général un Indice de 150 mL/gMES. Dans notre cas on observe bien cette évolution et l'amélioration des boues au cours de la phase 1 qui nous indique que les boues sont bien « plombées ».

En conclusion, en fin de phase 1 les objectifs ont été atteints en ce qui concerne la biomasse du bassin avec des boues stabilisées autour de 3 g/L de MES et un Indice de Boues de 150.

2.1.2. Charge massique et Age de Boues

La charge massique est le paramètre le plus important, qui représente la charge de matière biodégradable à traiter, mesurée en DBO_5 , apportée à la biomasse. En moyenne charge, qui est l'objectif fixé pour ce projet, la charge massique est autour de $0,3 \text{ kg} DBO_5 / \text{kg} MVS / \text{j}$ et dépend de la qualité des eaux d'entrée ainsi que de la concentration en biomasse du bassin. Dans notre cas, on considère une biomasse à 80% de matière volatile en suspension (MVS), qui est la valeur mesurée au cours de l'expérience. La charge massique recherchée, calculée à partir d'une concentration de 4g/L de MES et une DBO_5 de 150 mgO_2/L va alors varier au cours du temps suivant les évolutions des paramètres précédents.

La Figure 8 : Charge massique et DBO_5 au cours du temps explicite bien la relation entre la Demande Biologique en Oxygène de l'effluent d'entrée et la charge massique associée. La concentration en MES variant d'une amplitude relativement faible (entre 3 et 4 g/L comme vu précédemment), c'est la DBO_5 en entrée qui va conditionner la charge massique obtenue. La

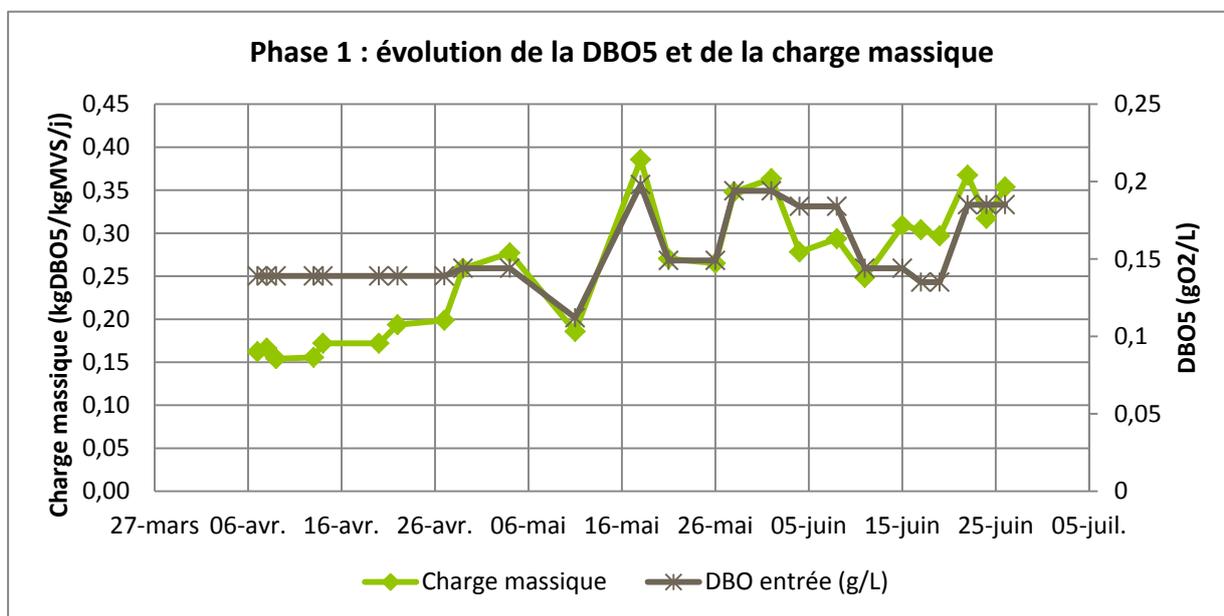


Figure 8 : Charge massique et DBO_5 au cours du temps

modification des MES du bassin est alors la seule façon de modifier volontairement la charge massique puisque l'augmentation du débit d'entrée est impossible, néanmoins ce paramètre est relativement difficile à stabiliser.

Le suivi des paramètres de la biomasse du bassin passe également par l'âge de boues. Celui-ci correspond au temps de séjour des boues dans le bassin (cf 3.1.3). La Figure 9 : Charge massique et âge de boues au cours du temps suivante présente l'évolution de cet âge de boues au cours du temps.

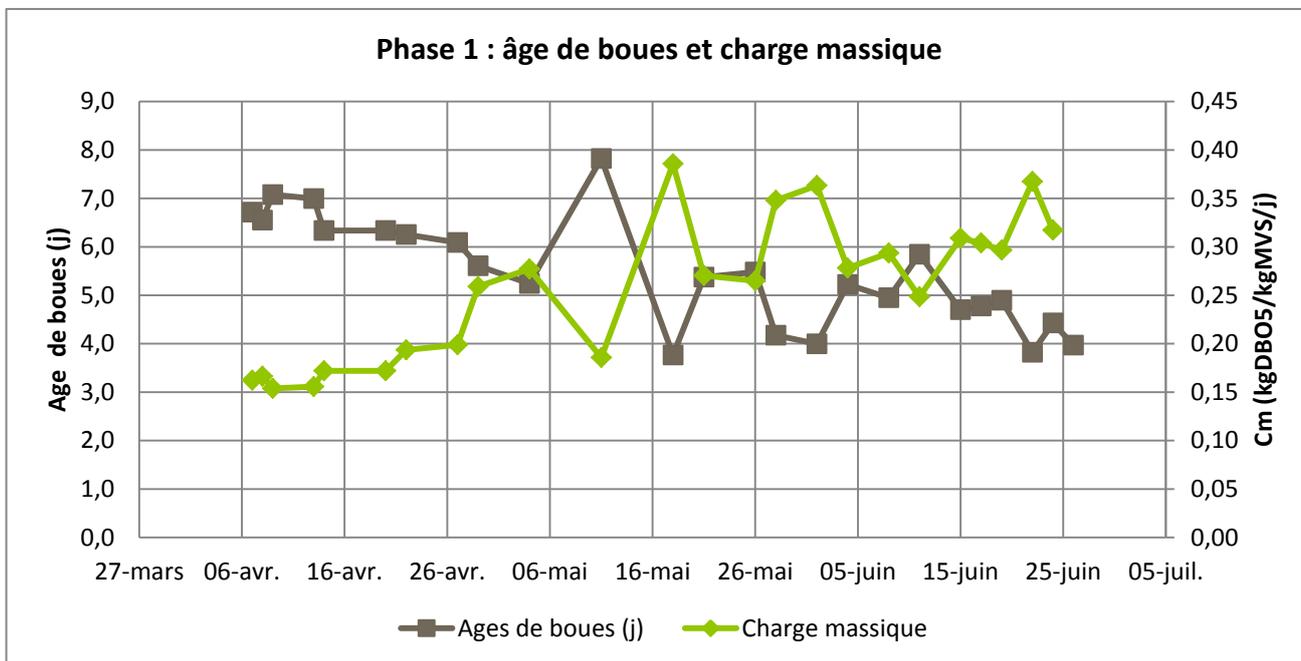


Figure 9 : Charge massique et âge de boues au cours du temps

On observe un effet « miroir » des courbes entre l'âge de boues et la charge massique. En effet, lorsque la charge est importante, l'âge de boues diminue. Cela s'explique par le fait qu'une charge accrue correspond à une augmentation de l'apport de matière biodégradable et donc ainsi un renouvellement accéléré de la biomasse du bassin. On a alors un temps de séjour des boues plus faible, ce qu'on peut observer ici.

Le maintien d'un âge de boues relativement faible, aux alentours de 4j permet de se rapprocher de l'âge de boues limite des autotrophes, en dessous duquel elles ne peuvent se maintenir dans le bassin. Cet âge de boues limite (noté SRT, Sludge Retention Time) est calculé à partir de la croissance des bactéries, leur mortalité, la température du bassin ainsi que du temps de présence d'oxygène. La Figure 10 : Age de boue limite des autotrophes en fonction de la température et de l'aération montre l'âge de boue limite pour les autotrophes en fonction de la température dans deux cas de figure : une aération continue avec présence d'O₂ en continu et notre cas avec 18h de présence d'oxygène dans le bassin en moyenne

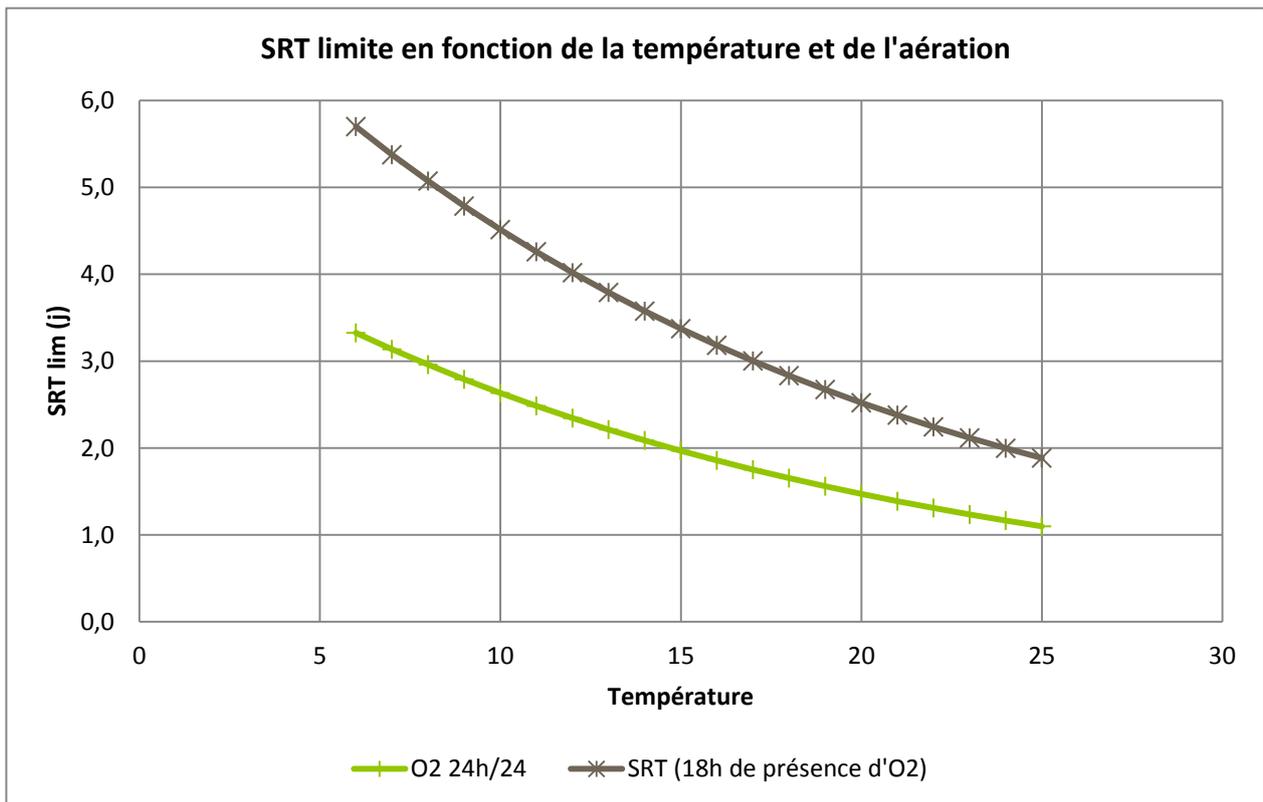


Figure 10 : Age de boue limite des autotrophes en fonction de la température et de l'aération

Le détail du calcul de l'âge de boue limite est présenté en annexe 5.

Ainsi, l'âge de boues limite pour les bactéries autotrophes à 20 degrés au cours de notre expérimentation se situe aux alentours de 2,5j pour une moyenne de 18h de présence d'oxygène. D'après cette valeur théorique plus faible, cela signifierait la présence toujours de bactéries autotrophes nitrifiantes dans le bassin, qui va être vérifié par la suite avec l'étude de la nitrification.

2.1.3. Oxygène, potentiel d'oxydo-réduction et température

Oxygène

L'oxygène est l'un des paramètres les plus importants pour l'efficacité du traitement du carbone par la biomasse. En effet, si l'oxygène devient limitant la consommation de carbone par les bactéries hétérotrophes aérobies sera alors limitée. Lors du démarrage du pilote, la nitrification était encore présente, il a donc fallu fonctionner par cycle d'aération afin d'avoir une absence d'oxygène permettant la dénitrification. La durée d'aération a été augmentée progressivement avec la diminution observée de la nitrification. La durée de présence d'oxygène, mesurée par les sondes est restée stable, autour de 18h par jour. Les cycles ont été modifiés au fur et à mesure de l'expérience, suivant l'évolution de la nitrification.

Chaque semaine, les données des sondes ont été récupérées afin d'observer l'évolution de la teneur en oxygène au cours de la journée. Les résultats récupérés ont été traités pour avoir une journée « moyenne » par semaine, permettant alors d'observer l'évolution semaine après semaine. La Figure 11 : Comparaison de la concentration moyenne en oxygène des semaines de la phase 1 ci-dessous

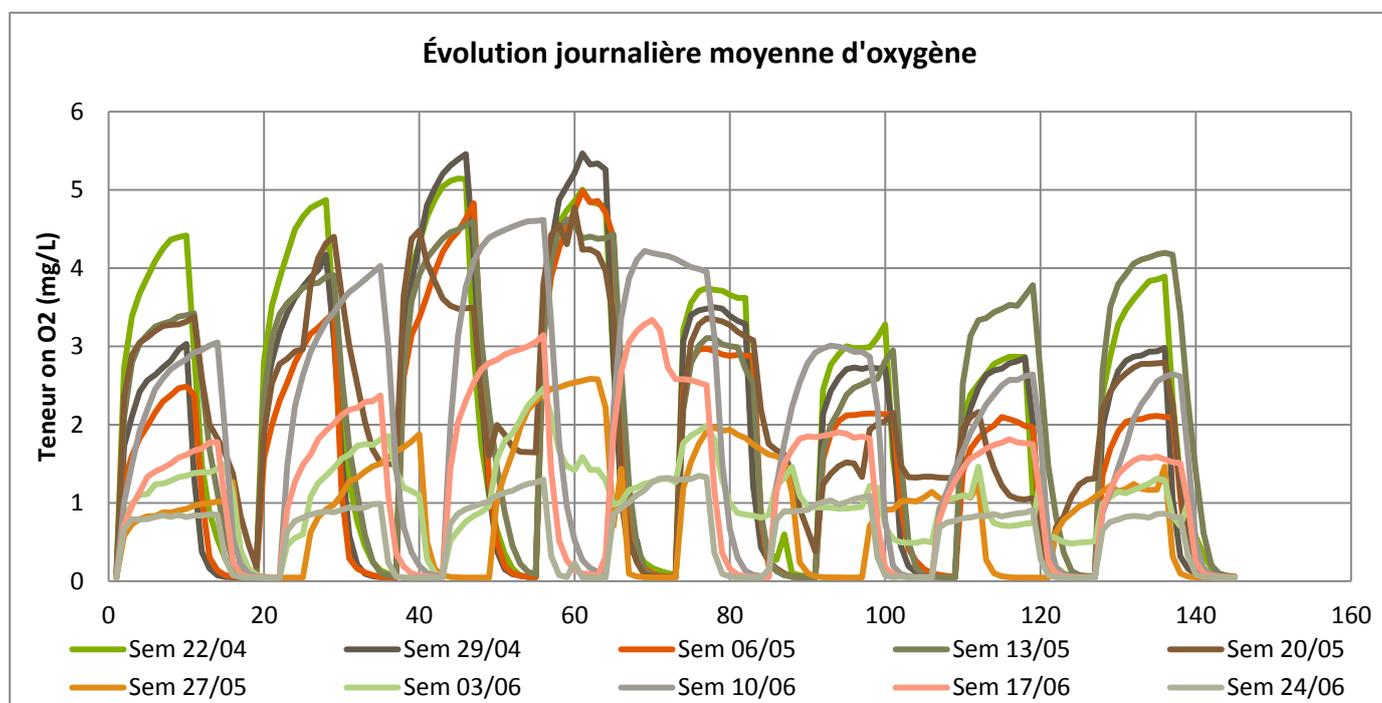


Figure 11 : Comparaison de la concentration moyenne en oxygène des semaines de la phase 1

présente l'évolution journalière moyenne de la teneur en O₂ par semaine.

On observe bien pour chaque journée « moyenne » de semaine, que les teneurs en oxygène suivent bien les cycles d'aération. L'augmentation de la durée d'aération à la fin du mois d'avril et au cours du mois de mai se traduit par la concentration importante notamment au pic d'aération atteignant les 5mg/L. Des valeurs supérieures à zéro lors de la dénitrification ont entraîné des changements de cycles, notamment fin mai.

Potentiel d'oxydoréduction

Le potentiel d'oxydo-réduction est un autre paramètre de conduite qu'il faut surveiller, puisqu'il conditionne également le bon fonctionnement du procédé et le maintien d'un environnement optimal pour les bactéries. Il indique ainsi plus précisément l'état aérobie de la biomasse puisqu'il est fortement lié à la présence d'oxygène dans le réacteur. Ses variations sont donc corrélées aux cycles d'aération. Globalement lors de la première phase, le potentiel d'oxydo-réduction varie entre -

150mV et 150mV et est mesuré grâce à une sonde spécifique pouvant également mesurer le pH. Un potentiel trop bas lors de la période d'anoxie peut déséquilibrer le milieu et la biomasse présente, ainsi l'augmentation de l'aération a été effectuée progressivement pour palier à la baisse significative, jusqu'à -200mV, du potentiel d'oxydo-réduction. La Figure 12 : Potentiel d'oxydoréduction moyen par semaine au cours de la phase 1 expose l'évolution journalière du potentiel d'oxydoréduction moyenné sur une semaine.

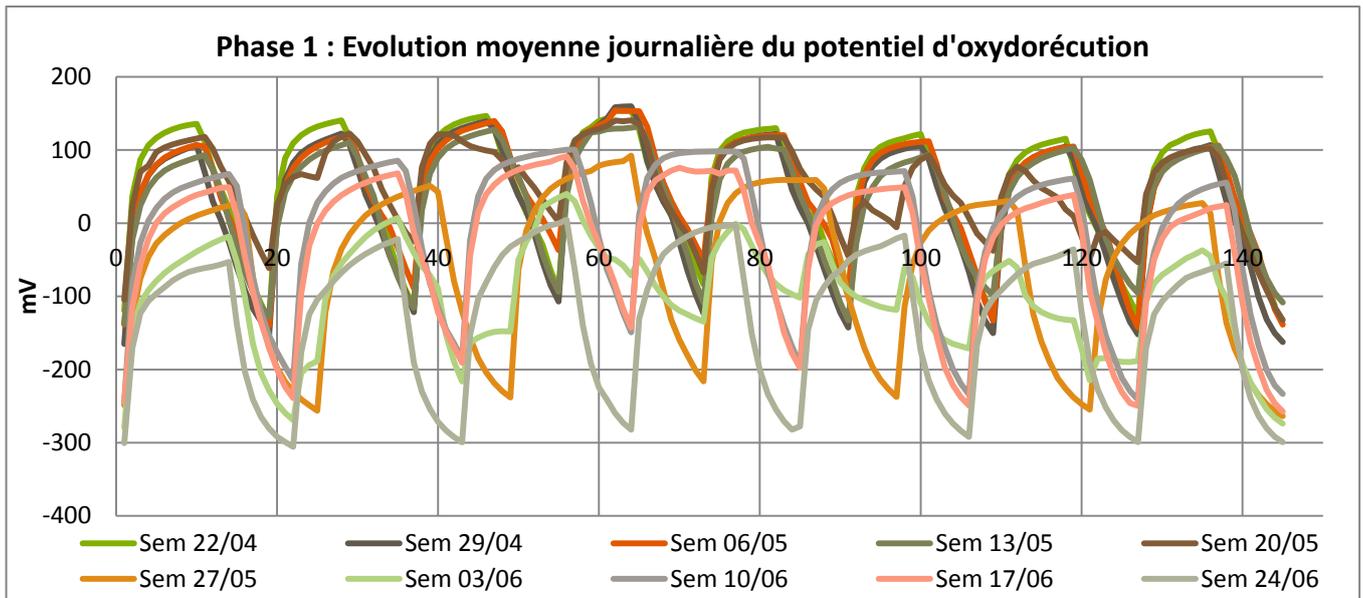


Figure 12 : Potentiel d'oxydoréduction moyen par semaine au cours de la phase 1

On observe bien les cycles d'aération répercutés sur le potentiel d'oxydoréduction, avec des valeurs très basses fin juin pouvant s'expliquer par l'augmentation de la température du réacteur due à la canicule, ainsi que la concentration en oxygène plus faible dans le bassin (cf figure 12) et une concentration en MES importante.

Température

L'évolution de la température au sein du bassin est présentée par la Figure 13 : Évolution de la température du bassin. C'est un paramètre qui influence la croissance de la biomasse d'une part, ainsi que la diffusion d'oxygène au sein du réacteur.

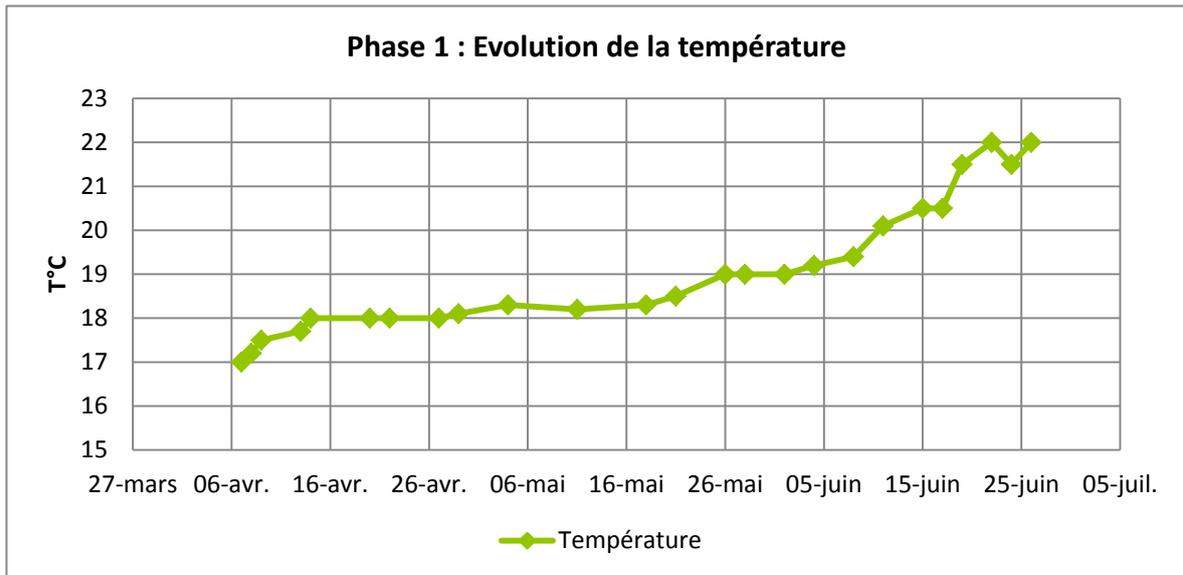


Figure 13 : Évolution de la température du bassin

A l'échelle d'une station réelle la température va conditionner les performances pour des vitesses d'élimination et donc le comportement des boues, leur production et donc la filière associée.

2.2. Efficacité et objectifs de traitement

Le but de la première phase en termes de traitement des eaux est d'obtenir une élimination satisfaisante du carbone organique entrant et d'atteindre une nitrification nulle par l'absence d'autotrophes.

2.2.1. Élimination du carbone

L'efficacité du traitement du carbone par le procédé s'évalue grâce aux bilans journaliers, permettant d'avoir un échantillon moyen en entrée et en sortie du réacteur. Le carbone organique éliminé se calcule à partir des mesures de Demande Chimique en Oxygène et de Demande Biologique en Oxygène.

La mesure de la Demande Chimique en Oxygène ou DCO correspond au carbone total présent dans l'échantillon, qu'il soit biodégradable ou non. La mesure de la DCO filtrée permet de savoir sous quelle forme est majoritairement le carbone rejeté. La Demande Biologique en Oxygène ne correspond qu'au carbone biodégradable, celui que l'on souhaite principalement éliminer dans le procédé.

A l'observation des résultats, il est essentiel de regarder également les Matières En Suspension présentes en sortie. En effet, les pertes de boues possibles au niveau des clarificateurs peuvent

fausser les résultats avec des valeurs très élevées en DCO et DBO₅ en sortie qui seront uniquement dues à la perte de la biomasse et non à une mauvaise activité de la biomasse.

Caractéristiques des eaux d'entrée

Tout d'abord, la Figure 14 : Evolution des caractéristiques de l'effluent d'entrée présente les variations au cours de la phase 1 des mesures de carbone des effluents d'entrée basées sur les bilans

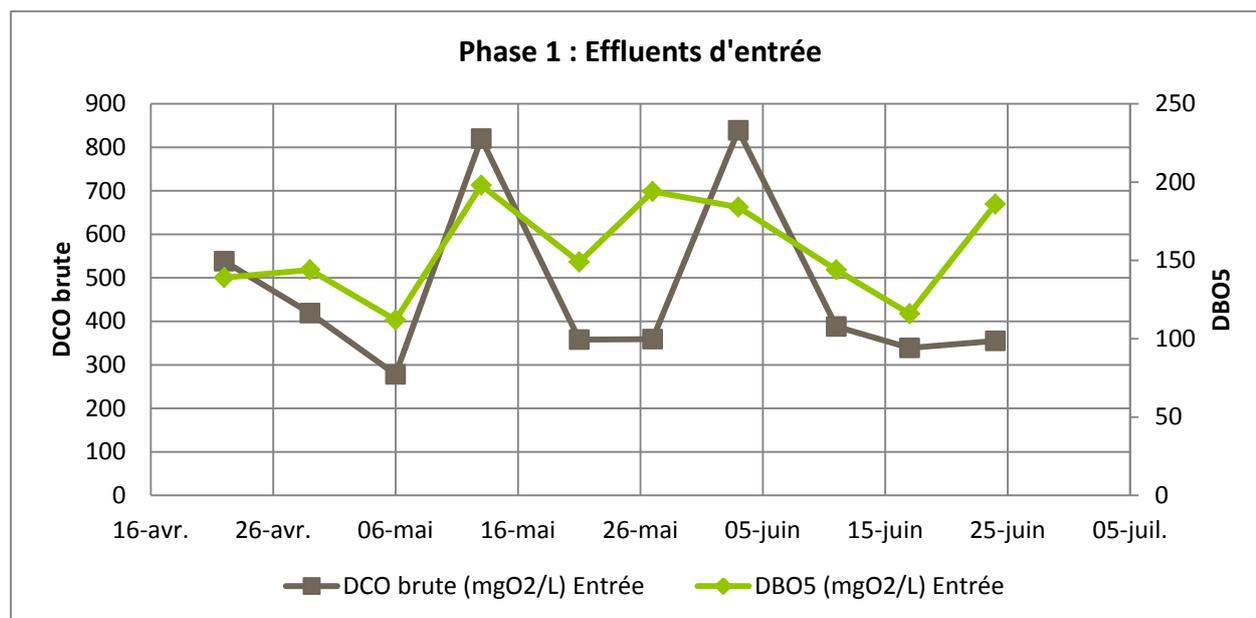


Figure 14 : Evolution des caractéristiques de l'effluent d'entrée

journaliers.

On constate une variation de la DBO₅ entre 110 et 200 mgO₂/L avec une majorité de valeurs proches de 150 mgO₂/L. Les fortes chaleurs de la fin du mois de juin, qui se sont poursuivies au mois de juillet influent fortement sur les eaux d'entrée qui sont alors très chargées, autour de 200 mgO₂/L, augmentation que l'on observe à la fin de la phase 1. La DCO brute est principalement autour de 350 mgO₂/L avec un pic fort le 3 juin. Celui-ci peut s'expliquer par un rejet ponctuel interne à la station d'épuration.

Le ratio DCO/DBO₅ conditionne la biodégradabilité de l'effluent, tout au long de la phase 1 il a été autour de 2 – 3 ce qui correspond à une bonne qualité d'effluent que l'on considère comme dilué dans notre cas.

Qualité des eaux de sortie

L'évaluation du procédé passe par la comparaison des eaux de sortie aux normes de rejet. La Figure 15 : Résultats des mesures pour les eaux de sortie au cours de la phase 1 présente la qualité de l'eau

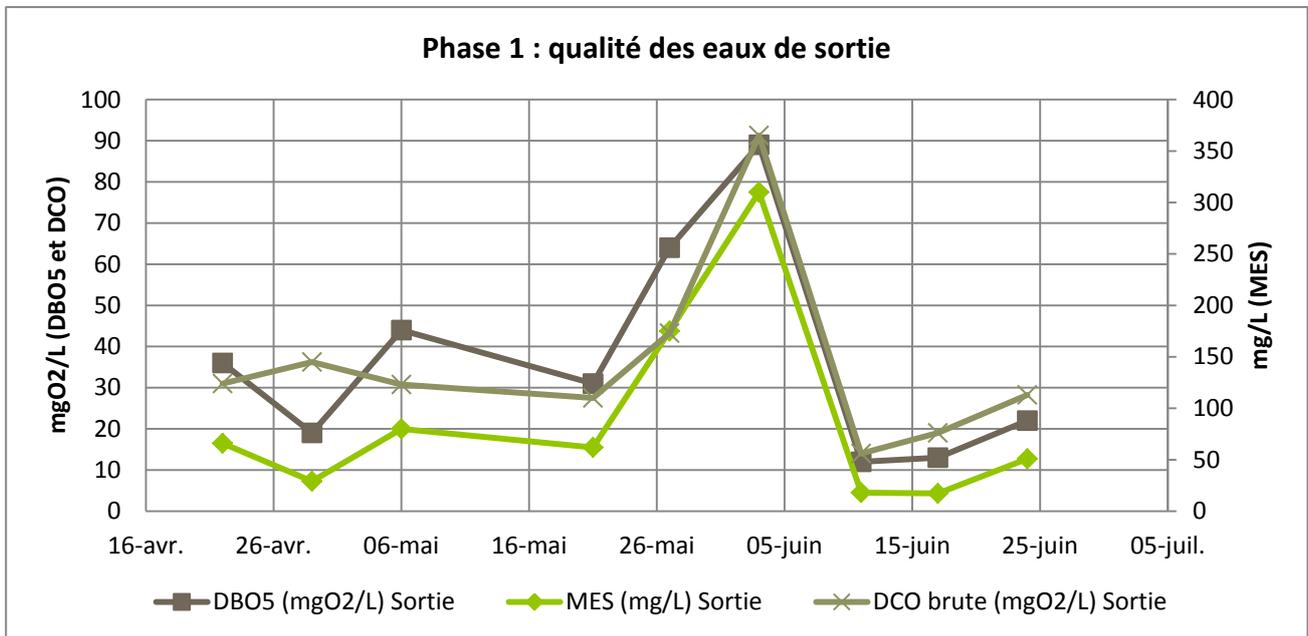


Figure 15 : Résultats des mesures pour les eaux de sortie au cours de la phase 1

de sortie lors de la phase 1.

Les valeurs limites de rejets pour la DBO₅, la DCO et les MES sont les suivantes : **25mgO₂/L** pour la DBO₅, **125mgO₂/L** pour la DCO brute et **35mg/L** pour les MES.

Les concentrations des eaux de sortie s'avèrent largement au-dessus des limites de rejets pour tous les paramètres présentés durant tout le mois de mai. Cela correspond à une stabilisation de la biomasse, au cours de laquelle les pertes de boues au niveau des clarificateurs étaient très importantes, expliquant les résultats obtenus. L'étude des valeurs filtrées permet bien de se rendre compte que les mauvais résultats proviennent des pertes de boues et non de l'inefficacité du procédé.

Tableau 5 : Comparaison des valeurs brutes et filtrée des eaux de sortie

	DCO brute	DCO filtrée	MES sortie	DBO5 brute	DBO5 filtrée
22-avr	124	33	66	36	3
29-avr	145	33	29	19	4,5
06-mai	123	25	80	44	4
21-mai	110	40	62	31	0
11-juin	56	37	18	12	3
17-juin	76	39	17,2	13	4,4

Les valeurs de DBO₅ dissoute sont obtenues en considérant qu'1 mg/L de MES en sortie correspondent à 0.5mg de DBO₅ brute. Ainsi on peut constater que les valeurs dissoutes pour le carbone sont nettement meilleures et que l'on a bien une élimination du carbone par le procédé.

Le mois de juin, durant lequel le procédé est stable présente des meilleurs résultats en sortie, respectant les valeurs limites, avec moins de pertes de boues au niveau des clarificateurs.

La DCO filtrée des eaux de sortie permet également de caractériser l'effluent, notamment par la DCO dissoute dite réfractaire ou « dure » qui n'est pas biodégradable. La DCO dissoute des eaux de sortie se compose de deux éléments : la DCO dissoute biodégradable non éliminée, et la DCO réfractaire.

$$[DCO]dissoute = [DCO]biodeg + [DCO]refrac$$

Avec la DBO₅ dissoute, on peut obtenir la DCO dissoute biodégradable non traitée en considérant qu'1 mg de DBO₅ dissoute de sortie donne 2.4 mg de DCO. Soit :

$$DCObiodeg = [DBO5]dissoute * 2.4$$

On a ainsi la DCO réfractaire en faisant la différence entre la DCO dissoute brute de sortie et la DCO biodégradable non traitée. Dans la littérature, en zone urbaine on s'attend généralement à une DCO dissoute réfractaire correspondant à 5% de la DCO l'effluent d'entrée (GIS Biostep, 2013). Le Tableau 6 : Résultats des calculs de la DCO réfractaire nous montre les résultats durant la première phase de l'expérience :

Tableau 6 : Résultats des calculs de la DCO réfractaire

	DBO5 dissoute	DCO biodeg non traitée	DCO réfractaire	% DCOref effluent
22/04/2015	3	7,2	25,8	5%
29/04/2015	4,5	10,8	22,2	5%
06/05/2015	4	9,6	15,4	6%
21/05/2015	0	0	40	11%
11/06/2015	3	7,2	29,8	8%
17/06/2015	4,4	10,56	28,44	8%

Les résultats montrent bien un pourcentage autour de 5% de DCO réfractaire, corroborant le fait que l'on est en présence d'un effluent urbain.

Effacité de traitement et rendements d'élimination

Les bilans journaliers entrée et sortie permettent d'évaluer la pollution éliminée par le procédé. La Figure 16 : Bilans entrée/sortie du carbone durant la phase 1 présente ces bilans :

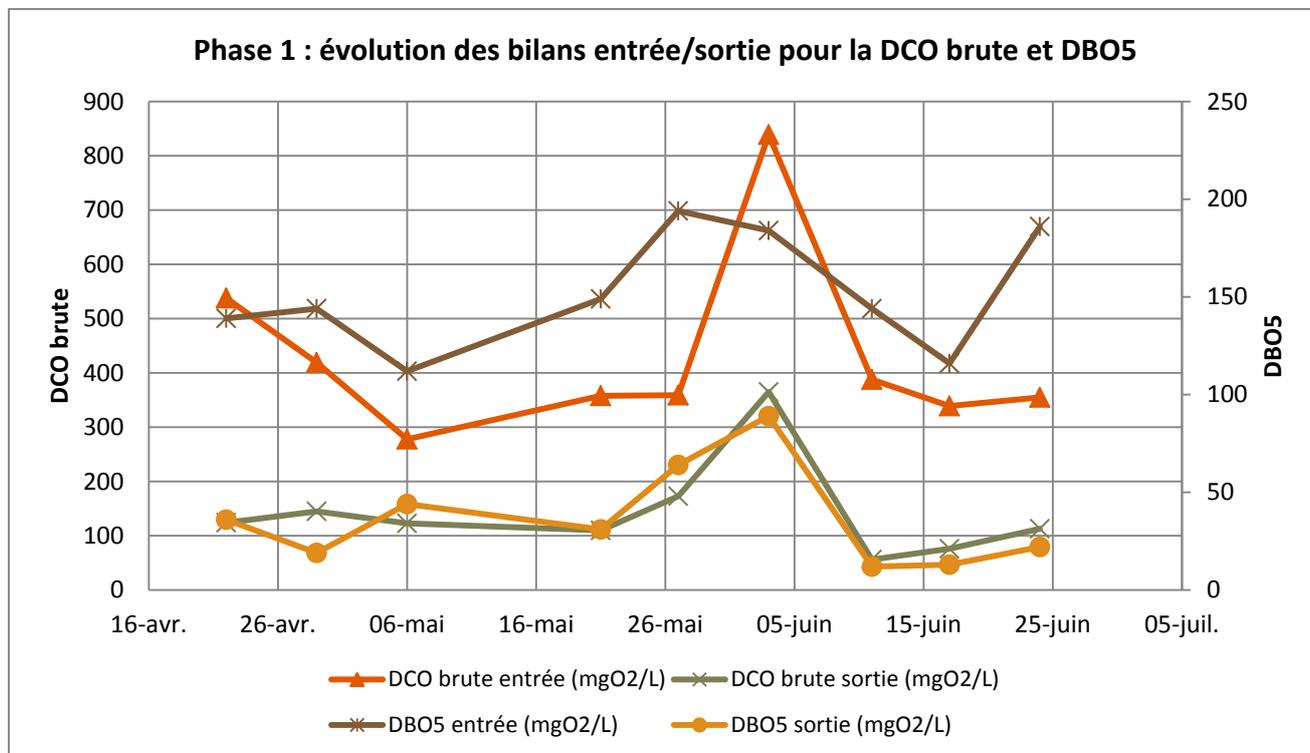


Figure 16 : Bilans entrée/sortie du carbone durant la phase 1

L'évolution des bilans est associée à un rendement d'élimination qui va lui aussi traduire la dynamique du procédé au cours du temps. L'évaluation du traitement du carbone passe par l'étude des rendements d'élimination calculés à partir des données d'entrée et de sortie pour la DBO5, la DCO brute et filtrée qui sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 7: Rendement d'élimination du carbone durant la phase 1

Date	Rendement DBO5	Rendement DCO _b
22-avr	74%	77%
29-avr	87%	65%
06-mai	61%	56%
21-mai	79%	69%
27-mai	67%	52%
03-juin	52%	56%
11-juin	92%	86%
17-juin	89%	78%
24-juin	88%	68%

Les rendements attendus pour le traitement du carbone par le procédé sont de l'ordre de 75% pour la DCO brute et de 80% pour la DBO₅. De la même façon que pour les valeurs des eaux de sortie du procédé, on observe deux périodes distinctes. Le mois de mai tout d'abord, période de stabilisation,

avec des fluctuations importantes : entre 50% à 87% pour la DBO₅ et de 55 à 77% pour la DCO brute. La seconde période est celle du mois de juin, à partir du 3 juin, où l'on constate des rendements très bons pour la DBO₅ avoisinant les 90% et autour de 80% pour la DCO brute.

Conclusion sur l'efficacité du procédé en traitement du carbone

En conclusion, l'évolution de l'élimination du carbone par le procédé durant la phase 1 s'est fait en deux temps. Tout d'abord une stabilisation progressive lors du mois de mai avec des variations importantes de rendements et des rejets supérieurs aux normes, notamment dus à une phase de décantation difficile et des remontées de boues au niveau des clarificateurs. La présence de nitrification au cours du mois de mai peut expliquer en partie ces problèmes avec une dénitrification sauvage au sein des clarificateurs.

La seconde partie de la phase 1 correspond au mois de juin avec une élimination efficace du carbone par la biomasse et des résultats satisfaisants autant pour la qualité des eaux de sortie que pour les rendements associés. La phase de décantation s'est également améliorée considérablement au mois de juin avec beaucoup moins de pertes de boues, liées en grande partie à l'absence de nitrification.

2.2.2. Diminution de la nitrification

Le second objectif de la première phase, parallèlement à l'atteinte d'une élimination satisfaisante du carbone, est celui du lessivage des bactéries autotrophes nitrifiantes et de l'absence de nitrification au sein du bassin. En effet, pour pouvoir observer leur implantation sur les biomédias il est nécessaire qu'elles soient absentes de la biomasse libre.

La nitrification a été suivie à partir des échantillons moyens journaliers et de la valeur d'ammonium et de nitrates des eaux d'entrée et de sortie du réacteur. L'azote de l'intrant est uniquement sous forme d'ammonium. Lors de son passage dans le réacteur, il va être assimilé par la biomasse pour sa croissance, et nitrifié par les bactéries nitrifiantes si elles sont présentes. La quantité d'azote assimilée par la biomasse dépend de la DBO₅ et correspond à 5% la DBO₅ éliminée. L'azote nitrifié est donc calculé en déduisant l'assimilation à la différence de concentration en N-NH₄⁺ de l'eau d'entrée et de sortie du procédé. L'azote éventuellement dénitrifié est calculé en soustrayant à l'azote nitrifié, les nitrates mesurés en sortie.

La Figure 17 : Résultats des mesures d'azote en entrée et sortie du procédé montre les résultats des échantillons moyens journaliers pour l'azote au cours du temps :

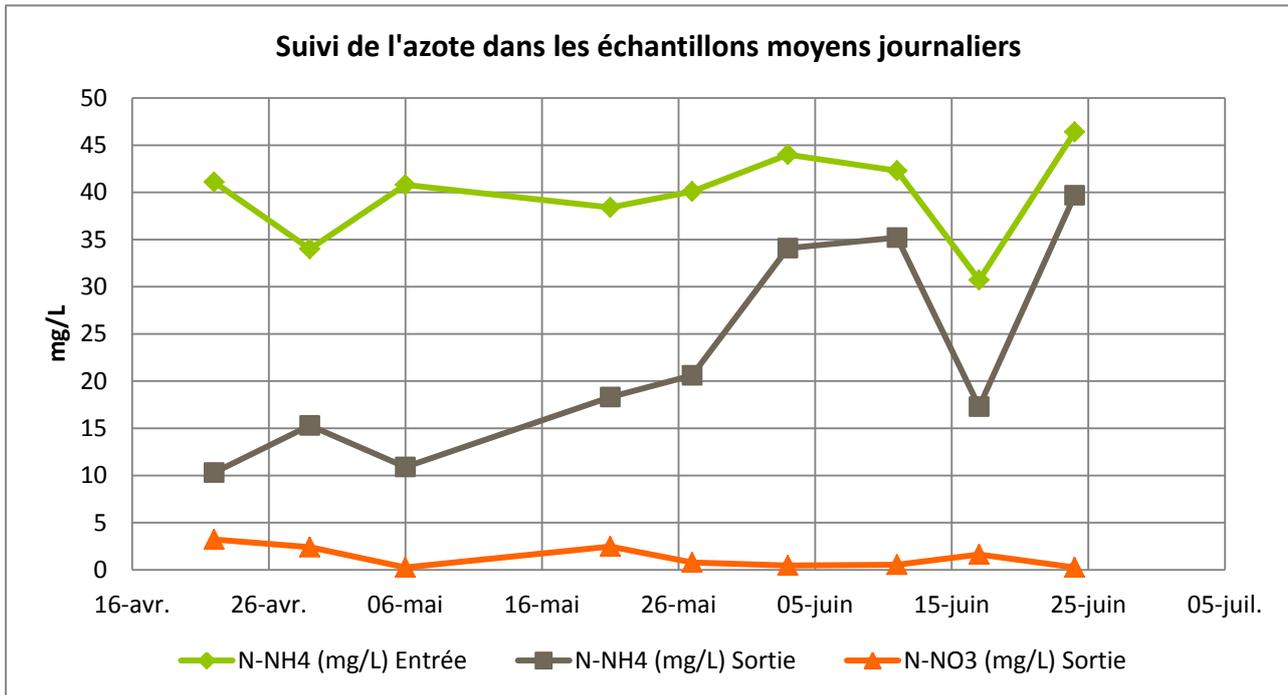


Figure 17 : Résultats des mesures d'azote en entrée et sortie du procédé

On observe ainsi le maintien des valeurs en entrée autour de 40 mg/L de $N-NH_4^+$ et bien l'augmentation des valeurs en sortie de réacteur qui atteignent presque les valeurs de l'intrant. Les valeurs de nitrates quant à elles sont relativement faibles tout au long de la première phase, ce qui ne signifie pas qu'il n'y a pas de nitrification, étant donné qu'une dénitrification a lieu durant les périodes d'anoxie. Seule la différence entre les valeurs de $N-NH_4^+$ des effluents nous indique s'il y a ou non nitrification. Sur la base de ces données, la nitrification a pu être suivie (Figure 18 : Bilan de

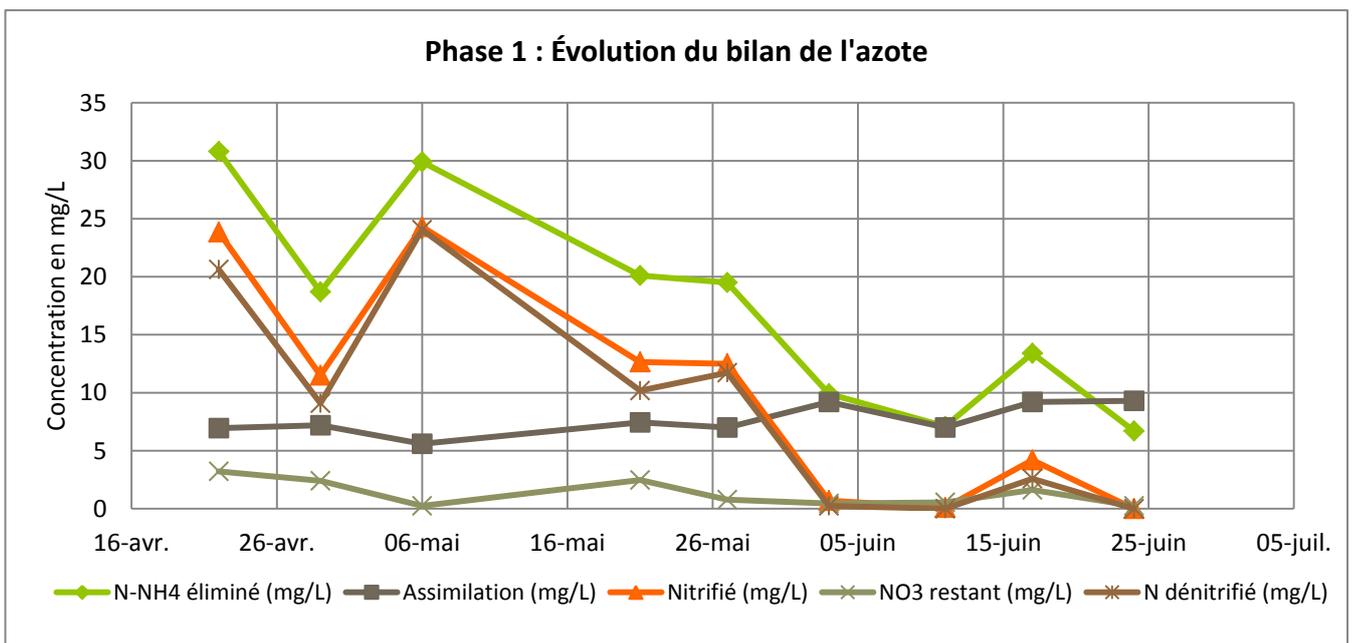


Figure 18 : Bilan de l'azote au cours de la phase 1

l'azote au cours de la phase 1).

La courbe de suivi de la nitrification corrobore les conclusions précédentes, à savoir la stabilisation progressive du procédé lors du mois de mai que l'on observe bien avec une baisse continue de la nitrification. Le mois de juin confirme ensuite le lessivage des bactéries autotrophes avec des valeurs d'entrée et de sortie très proches en N-NH_4^+ et pas de nitrates en sortie, l'assimilation étant relativement stable autour de 8 à 10 mg/L.

Vitesse de nitrification

Une vitesse de nitrification a été effectuée en fin de première phase afin de constater l'absence de nitrification dans le bassin. La Figure 19 : Résultats de la vitesse de nitrification en fin de phase 1

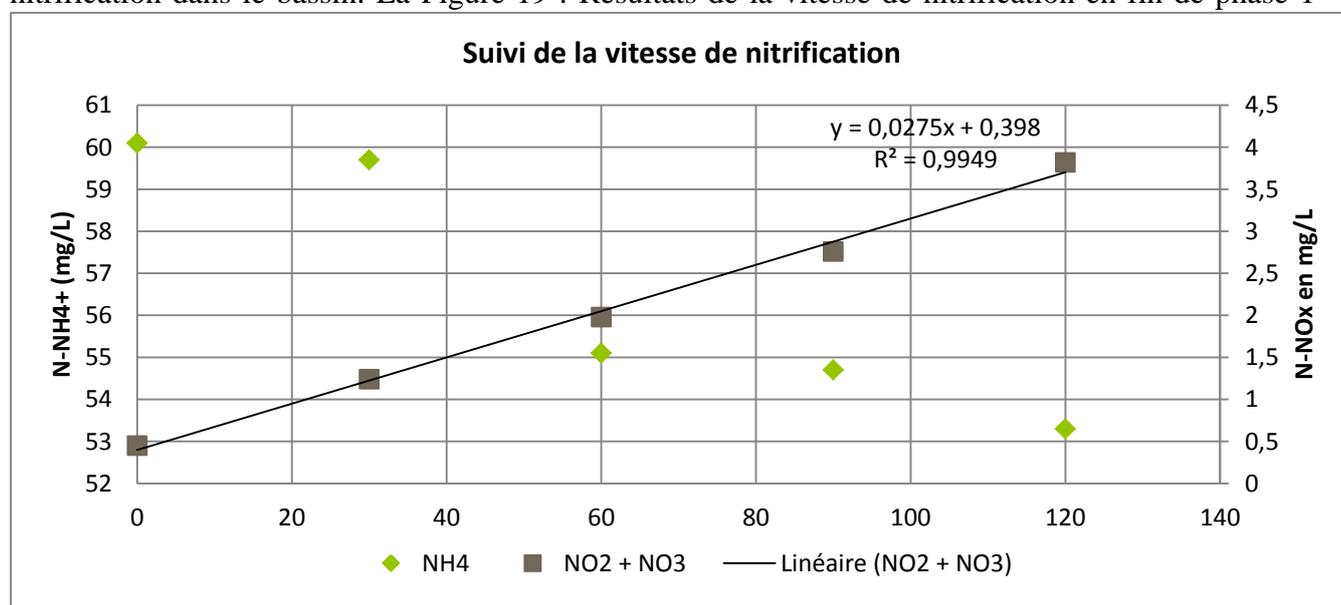


Figure 19 : Résultats de la vitesse de nitrification en fin de phase 1

présente les résultats de la vitesse de nitrification :

D'après la courbe précédente, on constate une faible consommation d'ammonium, passant de 60 à 53 mg/L en N-NH_4^+ et une petite augmentation d'azote oxydé passant de 0,5 à 4 mg/L de N-NO_3^- et N-NO_2^- cumulés. La vitesse de nitrification calculée est alors de **0.56 mgN/gMVS/h** soit une faible vitesse, comme attendue en cette fin de première phase. Cela signifie que l'on est encore en présence de bactéries autotrophes et qu'elles n'ont pas été totalement lessivées, néanmoins la nitrification n'est pas visible dans le bassin. Cette constatation vérifie l'hypothèse évoquée précédemment concernant l'âge des boues du bassin, supérieur à l'âge de boue limite pour les autotrophes, qui induisait une possible présence des bactéries nitrifiantes.

L'objectif en fin de phase 1 n'est qu'en partie atteint, puisque l'on a encore présence de bactéries autotrophes, même si la nitrification est très faible et inobservable dans le réacteur. Le choix d'ajouter les biomédias a été pris en raison du planning serré et de la difficulté d'atteindre réellement le lessivage complet des nitrifiantes.

3. Suivi de la phase 2 : mise en place du procédé IFAS

La seconde phase a démarré en juillet avec l'ajout des biomédias (120L) le 30 Juin. La nitrification étant quasiment nulle en fin de phase 1, l'aération a pu être mise en continu afin d'avoir un brassage optimal des biomédias et un traitement du carbone maximal grâce à la présence d'oxygène 24h sur 24.

3.1. Traitement du carbone

Suite à l'ajout des biomédias et la mise en continu de l'aération, les échantillons moyens hebdomadaires ont continué afin de suivre l'évolution du traitement du carbone et l'éventuelle réapparition de la nitrification.

3.1.1. MES et Charge massique

Les premières caractéristiques à suivre correspondent, comme pour la phase 1, aux Matières En Suspension de la biomasse libre, ainsi qu'à la Charge massique associée. Leur évolution est présentée par la figure suivante :

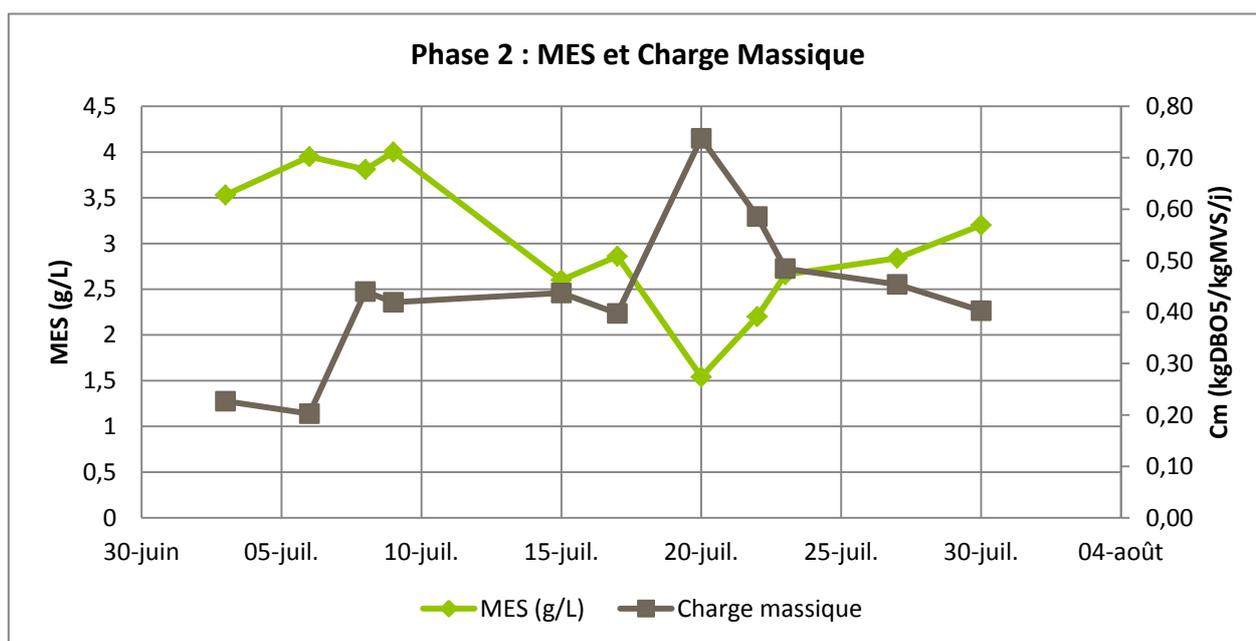


Figure 20 : Evolution des MES et Cm

Les MES se maintiennent autour de 3g/L, valeur ciblée, étant donné la gestion difficile de ce paramètre, influencé par les arrêts imprévus, la qualité de l'effluent d'entrée ou les changements de débits d'extraction. La charge massique, est stabilisée autour de 0.4 kgDBO₅/kgMVS/j ce qui est supérieur à l'objectif prévu de 0.3, une augmentation des MES permettrait de rester dans la gamme voulue. De plus, l'été caniculaire avec peu de pluies engendre une concentration très importante des effluents et ainsi une eau d'entrée très chargée. La Figure 21 : Bilan journalier de DBO₅ corrobore bien cette constatation :

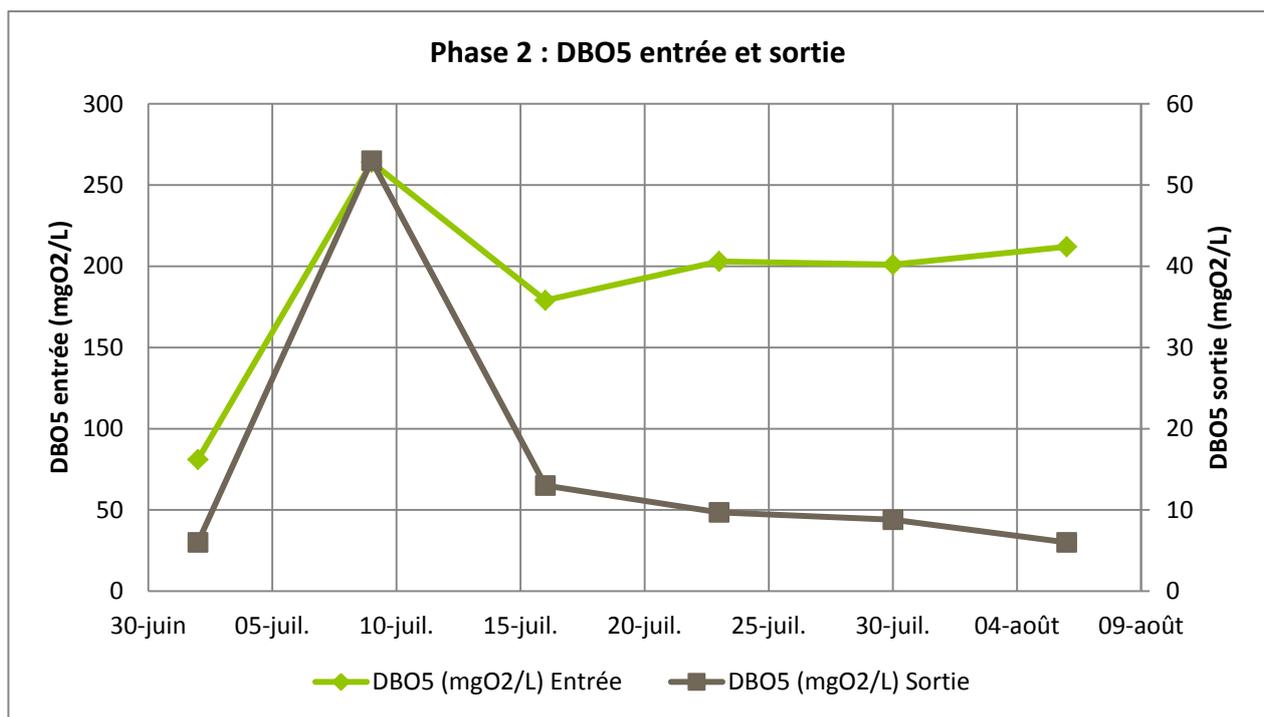


Figure 21 : Bilan journalier de DBO₅

On observe effectivement une Demande Biologique en Oxygène sous 5 jours très importante, se maintenant autour de 200mgO₂/L. L'effluent chargé va entraîner l'augmentation de la charge massique. On constate également une eau de sortie du procédé très peu chargée, avec des valeurs se stabilisant à 10mgO₂/L ce qui est bien inférieur à la norme de rejet de 25mgO₂/L.

3.1.2. Rendements d'élimination

Le traitement du carbone biodégradable est bien efficace d'après les résultats précédents et l'on observe bien un régime stabilisé avec une constance d'élimination. Le tableau suivant reprend les rendements d'élimination pour le carbone :

Tableau 8 : Rendements d'élimination du carbone et biodégradabilité de l'effluent

Date	Rendement DBO5	Rendement DCO _b
02-juil	95%	87%
09-juil	80%	71%
16-juil	93%	95%
23-juil	95%	89%
30-juil	96%	89%
06-août	97%	90%

Le procédé avec aération continue présente bien des résultats plus que satisfaisants en ce qui concerne le traitement du carbone avec un rendement de plus de 90% tout au long du mois de juillet, alors que la norme spécifie 80% de rendement. Néanmoins, il est nécessaire de souligner que la concentration en entrée a augmenté, avec un rejet minimal d'où un rendement très fort. De même, le rendement d'élimination de la DCO est de 90% en moyenne, largement au-dessus des 75% attendus.

Ces résultats sont supérieurs à ceux de l'étape 1, ce qui peut s'expliquer principalement par la mise en aération continue, et éventuellement, dans une moindre mesure, par l'établissement d'une biomasse supplémentaire dans le bassin. La première hypothèse semble la plus probable étant donné qu'en début de seconde phase la biomasse n'est presque pas développée.

3.2. Évolution de la nitrification

3.2.1. Bilans de nitrification

Les bilans de nitrification ont permis de suivre la réapparition de la nitrification au sein du réacteur. Elle était surveillée également par les sondes afin de cerner l'évolution des valeurs en nitrates et ammonium en direct. La Figure 22 : Azote en entrée et sortie de réacteur (bilans journaliers) montre le suivi de l'azote en entrée et sortie du réacteur :

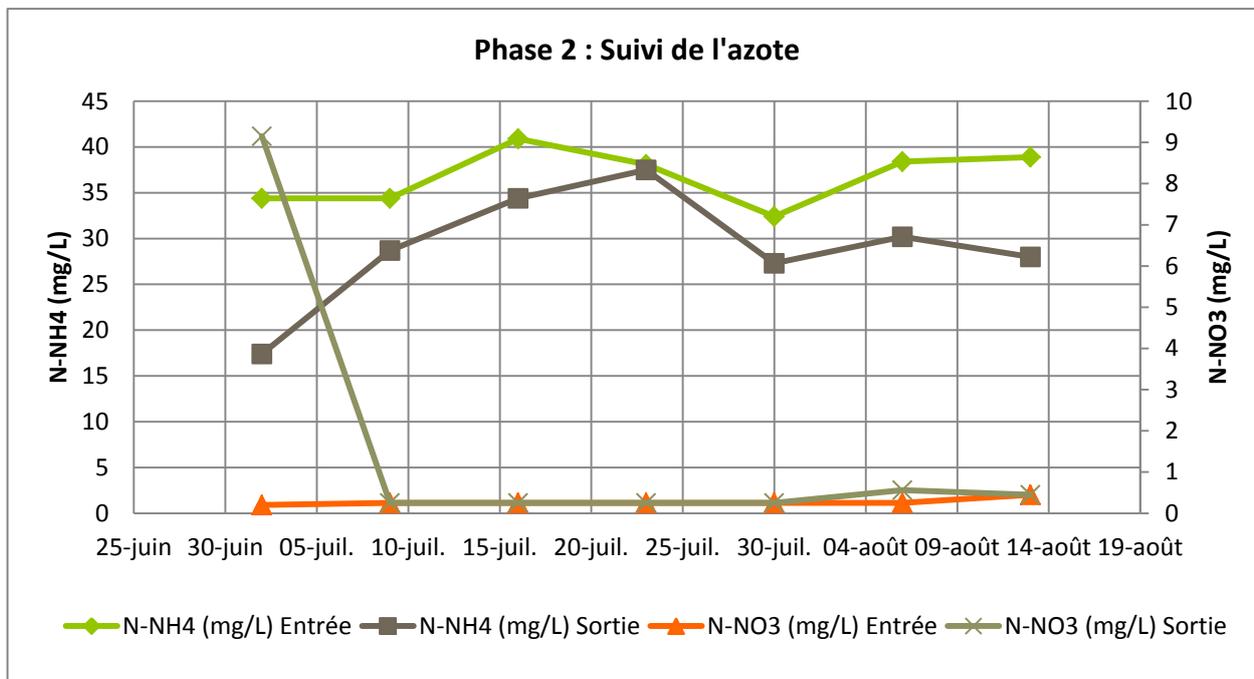


Figure 22 : Azote en entrée et sortie de réacteur (bilans journaliers)

Pour la première valeur, la différence entre l'entrée et la sortie en $N-NH_4^+$ est due à un arrêt prolongé de l'alimentation et l'aération durant deux jours d'une eau stagnante dans le réacteur, montrant alors bien la présence d'autotrophes dans le bassin. Hormis cette valeur montrant de la nitrification, on constate bien qu'il n'y a pas de nitrification durant le mois de juillet, la différence entre l'entrée et la sortie du réacteur s'accroît en août indiquant une reprise de l'activité nitrifiante.

3.2.2. Vitesses maximales de nitrification

A partir de la fin du mois de juillet, des vitesses maximales de nitrification ont été effectuées à raison d'une par semaine (Figure 23 : Evolution des vitesses maximales de nitrification). Elles permettent

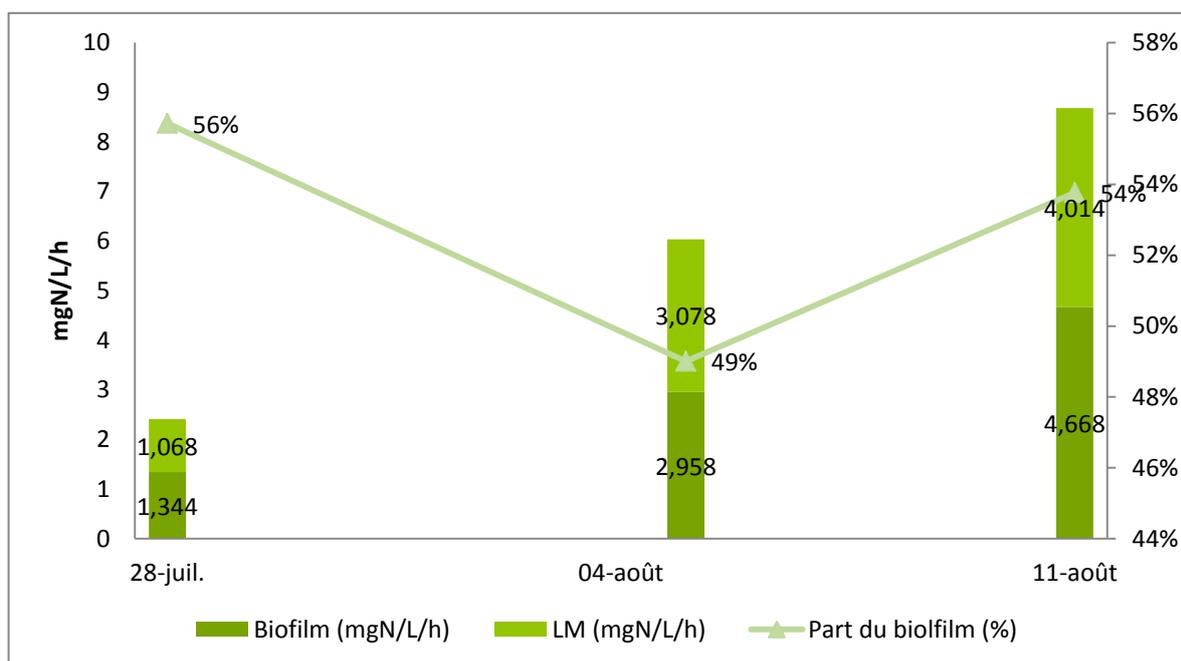


Figure 23 : Evolution des vitesses maximales de nitrification

de mettre en évidence l'établissement de la biomasse nitrifiante dans le réacteur. Les résultats bruts sont présentés en annexe 6.

La Liqueur Mixte (LM) correspond à la boue activée, sans les biomédias. Sa valeur de vitesse de nitrification maximale est obtenue en soustrayant à la vitesse de nitrification totale (LM et Biofilm), celle du biofilm uniquement.

On constate bien par ces résultats, une augmentation de la vitesse de nitrification, indiquant un développement des bactéries autotrophes en phase d'aération continue. La part du biofilm dans la vitesse de nitrification est en moyenne de 50%. A terme, le but est de pouvoir comparer lorsque la nitrification sera bien établie, les valeurs obtenues à celles de Paul Moretti pour le procédé IFAS en trois réacteurs. On peut déjà émettre l'hypothèse que la compétition entre les bactéries autotrophes et hétérotrophes, due à l'élimination simultanée du carbone et de l'azote au sein d'un même réacteur, va influencer la vitesse de nitrification dans le bassin dont on peut penser qu'elle sera plus faible que lors de la première configuration. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 9 : Données de la vitesse de nitrification maximale

Date	Biofilm (mgN/m ² /j)	Liqueur Mixte (mgN/L/h)
28-juil	55,4	1,1
05-août	122,0	3,1
11-août	192,5	4,0

La surface des biomédias a été calculée en prenant une moyenne de 2850 biomédias pour le volume de 5L utilisé dans la mesure de la vitesse de nitrification. La surface spécifique étant de 545m²/m³, et connaissant les dimensions d'un biomédias on peut déduire alors la surface présente dans le batch.

Pour l'instant, les vitesses de nitrification maximales sont effectivement plus faibles que celles de Paul Moretti qui observait une moyenne de 4 à 5mgN/L/h pour la liqueur mixte, et de 800 à 900mgN/m²/j pour le biofilm. La différence est d'ailleurs plus flagrante pour les valeurs du biofilm, bien en dessous des résultats de P. Moretti. On peut faire l'hypothèse que d'une part le biofilm est peu développé, avec peut être peu de biomasse nitrifiante, d'autre part que la compétition avec les hétérotrophes altère également la nitrification.

3.2.3. Développement du biofilm

Parallèlement à la vitesse de nitrification maximale, le développement du biofilm a été suivi afin d'obtenir son épaisseur et observer la colonisation des biomédias par les bactéries. Cette mesure de biofilm s'est faite à partir de mi-juillet, lorsque la biomasse commençait à être visible sur le support. Les premiers résultats sont présentés par la Figure 24 : Suivi de l'épaisseur du biofilm :

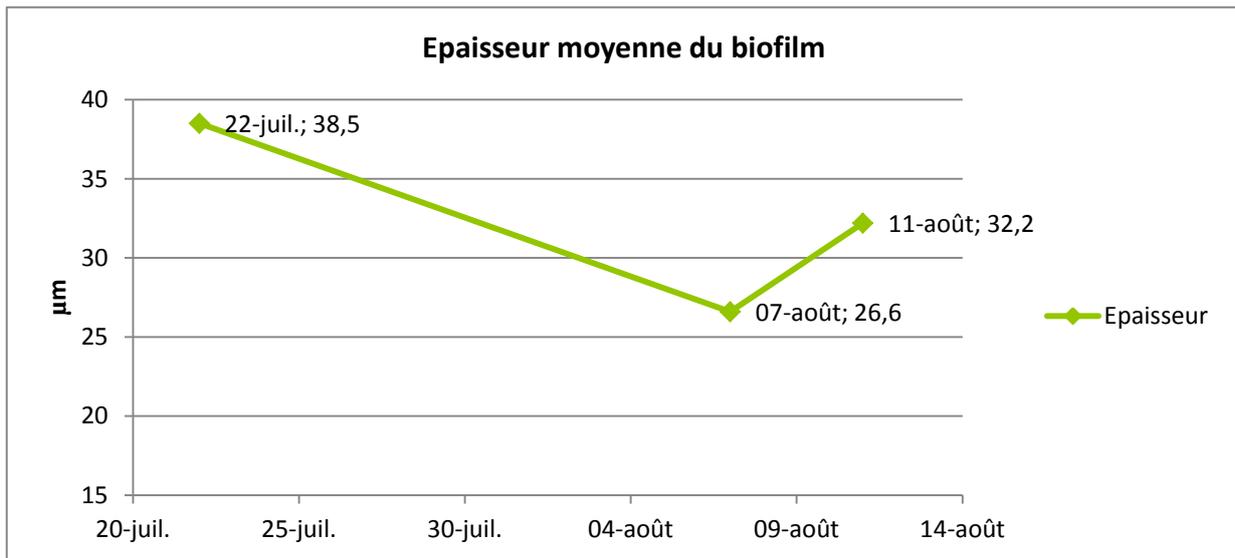


Figure 24 : Suivi de l'épaisseur du biofilm

L'établissement de la biomasse étant relativement long, au bout d'un mois l'épaisseur est de 30µm environ. Malgré les triplicats pour chaque mesure de l'épaisseur, la marge d'erreur est importante. En effet, étant donné que l'on travaille avec des valeurs de l'ordre du µm, l'imprécision éventuelle de la mesure a alors un impact certain sur le résultat.

La comparaison avec les valeurs de Paul Moretti qui avait un biofilm d'environ 200µm d'épaisseur nous informe bien sur la phase de démarrage de l'ensemencement. Ce qui explique sans doute la faible nitrification du biofilm.

3.3. Les paramètres de conduite

Durant cette seconde phase, les différents paramètres que sont le potentiel d'oxydoréduction, l'oxygène dissous et la température ont été suivis. La mise en aération continu a engendré des valeurs stables pour l'oxygène et le potentiel d'oxydoréduction.

Pour ce qui est de l'oxygène, l'objectif est d'être supérieur à 4mg/L dans le bassin afin de pouvoir mettre de nouveau en place la nitrification et avoir une diffusion importante d'oxygène au sein du

réacteur. En dessous de cette valeur, il serait limitant, et compte tenu du fait que l'on a des rampes de type « grosses bulles », l'oxygène diffuse moins au sein des biomédias. Au cours de l'expérimentation, cette valeur a bien été maintenue. Le potentiel d'oxydoréduction est lui devenu positif tout au long de la seconde phase, en lien avec l'oxygénation, avec une valeur moyenne autour de +20mV ce qui est faible mais satisfaisant, afin de maintenir la biomasse dans un milieu équilibré.

Ces paramètres sont très importants à suivre puisqu'ils nous renseignent sur le bon fonctionnement du réacteur et des conditions du milieu et peuvent nous aiguiller sur la cause de certains résultats obtenus.

4. Perspectives et limites du projet

4.1. Perspectives

La poursuite de l'expérimentation a pour but de continuer à observer la nitrification au sein du réacteur et définir, en comparant avec les valeurs de la thèse de Paul Moretti, si le procédé atteint une nitrification équivalente. En effet, le but étant d'évaluer le potentiel du procédé en monoréacteur pour la nitrification, la comparaison des deux configurations permettra alors de statuer sur la viabilité d'une mise en place du procédé en réacteur unique. Le projet de mon stage va donc continuer afin d'obtenir des résultats supplémentaires avec un développement espéré de la biomasse nitrifiante plus important.

4.2. Limites du projet et difficultés

Comme tout projet à l'échelle pilote, des difficultés d'exploitation entraînent des incertitudes et des variations qui obligent à émettre des réserves concernant les résultats. Ainsi, l'expérimentation a connu des difficultés lors de la conduite, notamment des arrêts répétés, des dysfonctionnements techniques et une variabilité au niveau de l'intrant provenant de la station. L'expérience est plus proche des conditions réelles, notamment pour l'effluent d'entrée, mais cela implique également un contrôle restreint de certains paramètres.

D'un point de vue applicatif, cette technologie nécessite l'adaptation des stations, puisque les biomédias étant très petits des protections sont nécessaires pour éviter leur rejet dans l'environnement. Dans notre cas les sondes ont également été protégées, engendrant une

maintenance supplémentaire. On peut déjà penser à l'installation d'un tel système sur des stations traitant uniquement le carbone, qu'il serait nécessaire de réhabiliter. Outre des adaptations techniques, l'investissement pour acquérir les supports rentrerait en ligne de compte, puisque le remplissage à hauteur d'un volume de 43% du réacteur est non négligeable. L'étude globale d'une application à grande échelle permettrait d'avoir une idée sur la rentabilité et la faisabilité d'un tel projet sur une station existante, si l'élimination du carbone s'avère satisfaisante en fin d'expérimentation.

5. Intérêt du stage

Mon projet de fin d'études sur le suivi du procédé IFAS en monoréacteur m'a beaucoup apporté tant professionnellement que personnellement. J'ai en effet pu me plonger au cœur du traitement de l'eau, avec un sujet complet me faisant aborder tous les aspects de cette discipline. L'aspect expérimental central du projet m'a permis de voir concrètement les difficultés, les enjeux et l'application de la théorie du traitement de l'eau sur un pilote à taille industrielle. La grande autonomie et la confiance que mes superviseurs ont placées en moi m'ont fait développer mon sens de l'initiative, ainsi que ma réactivité face à des problèmes survenant durant la gestion du pilote. L'adaptation des décisions en fonction des résultats m'a permis d'associer les objectifs théoriques et l'ajustement concret de l'exploitation du pilote m'initiant parfaitement à la recherche appliquée à l'industrie.

D'un point de vue personnel, je retire de ce stage un grand enrichissement avec mon intégration au sein d'une équipe dynamique, accueillante, ainsi que la rencontre de spécialistes passionnés qui m'ont confortée dans ma vision de la recherche.

Conclusion

Tout développement de nouvelles technologies passe par une phase d'étude expérimentale déterminante qui conditionne alors son application. Les investigations faites sur le procédé IFAS durant la thèse de Paul Moretti ont permis d'évaluer ses performances pour le traitement de l'azote notamment, et de mettre en avant un dimensionnement approprié. Le choix de la configuration en trois bassins a posé la question de la faisabilité d'un tel procédé avec un unique réacteur, permettant le traitement à la fois du carbone et de l'azote.

La mise en place du procédé en monoréacteur s'est effectuée par une étape de stabilisation qui a permis de mettre en évidence l'efficacité du traitement du carbone, avec un rendement d'élimination plus que satisfaisant en fin de première phase. Celle-ci s'est terminée avec la diminution à un niveau très faible de la nitrification au sein du bassin. On peut déjà conclure sur la durée de stabilisation du procédé, qui a duré deux mois environ, et montre bien la difficulté à prédire la réponse d'un procédé biologique dans le temps. C'est la principale incertitude d'une technologie faisant intervenir des organismes biologiques, influencés par de nombreux paramètres.

La seconde étape avec l'ajout des biomédias et l'aération en continu a montré une efficacité toujours importante pour le traitement du carbone et des rendements supérieurs à la phase 1, dus à la présence d'oxygène ininterrompue. On observe bien le retour de la nitrification, avec des vitesses maximales qui augmentent. Néanmoins les résultats s'avèrent pour l'instant relativement loin des valeurs de Paul Moretti avec une élimination insuffisante de l'azote, et le faible développement du biofilm. La continuité du projet permettra de statuer sur l'efficacité du procédé et son potentiel pour le traitement de l'azote couplé à celui du carbone au sein du même réacteur.

L'utilisation du procédé IFAS semble prometteuse pour le traitement de l'eau avec des résultats qui semblent satisfaisants d'après les différentes études faites sur le sujet. Des études sur l'évolution du matériau lui-même et son altération au cours du temps pourrait permettre d'ajouter aux études de faisabilité sur le long terme de stations intégrant ce procédé.

Bibliographie

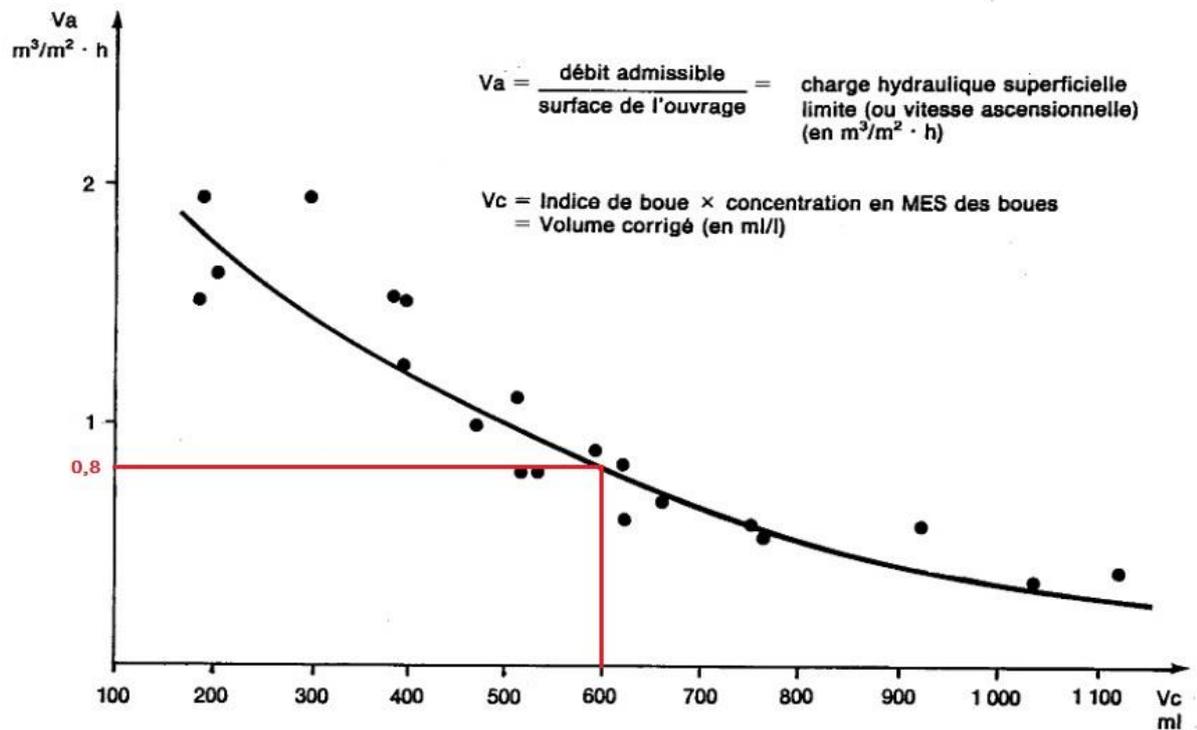
- Anthonisen, A., Loehr, R., Prakasam, T., Srinath, E., 1976. Inhibition of Nitrification by Ammonia and Nitrous-Acid. *J. Water Pollut. Control Fed.* 48, 835–852.
- Boltz, J. P., Morgenroth, E., Brockmann, D., Bott, C., Gellner, W.J., Vanrolleghem, P.A., 2011. Systematic evaluation of biofilm models for engineering practice: components and critical assumptions. *Water Sci. Technol.* 64, 930–944. doi:10.2166/wst.2011.709
- Boltz, Joshua P., Johnson, B.R., Daigger, G.T., Sandino, J., 2009. Modeling Integrated Fixed-Film Activated Sludge and Moving-Bed Biofilm Reactor Systems I: Mathematical Treatment and Model Development. *Water Environ. Res.* 81, 555–575. doi:10.2175/106143008X357066
- Canler, J.-P., Perret, J.-M., 2013. Les procédés MBBR pour le traitement des eaux usées. Cas du procédé R3F.
- Canler, J.-P., Perret, J.-M., 2007. Les clari-floculateurs plus particulièrement utilisés en traitement tertiaire.
- Canler, J.-P., Perret, J.-M., Choubert, J.-M., 2007. Le traitement du carbone et de l'azote pour les stations d'épuration de type boue activée confrontées à des fortes variations de charge et à des basses températures - Cas des stations touristiques hivernales de montagne - FNDAE n°34.
- Choubert, J.-M., 2002. Analyse et optimisation du traitement de l'azote par boues activées à basse température (Theses). Université Louis Pasteur - Strasbourg I.
- Deronzier, G., Schérite, S., Racault, Y., Canler, J.-P., Liénard, A., Héduit, A., Duchène, P., 2002. Traitement de l'azote dans les stations d'épuration biologique des petites collectivités.
- Di Trapani, D., Christensso, M., Odegaard, H., 2011. Hybrid activated sludge/biofilm process for the treatment of municipal wastewater in a cold climate region: a case study. *Water Sci. Technol.* 63, 1121–1129. doi:10.2166/wst.2011.350
- Di Trapani, D., Christensson, M., Torregrossa, M., Viviani, G., Odegaard, H., 2013. Performance of a hybrid activated sludge/biofilm process for wastewater treatment in a cold climate region: Influence of operating conditions. *Biochem. Eng. J.* 77, 214–219. doi:10.1016/j.bej.2013.06.013
- Eaufrance, 2012. Assainissement.
- GIS Biostep, 2013. Estimation de la DCO non biodégradable appelée aussi DCO dure ou DCO réfractaire.
- Golla, G., Petit, K., Hocquet, C., 2010. Bilan 2008 de l'assainissement en France.
- Grunditz, C., Dalhammar, G., 2001. Development of nitrification inhibition assays using pure cultures of *Nitrosomonas* and *Nitrobacter*. *Water Res.* 35, 433–440. doi:10.1016/S0043-1354(00)00312-2
- Irstea, 2014. Irstea en quelques chiffres.
- Jones, R.M., Sen, D., Lambert, R., 1998. Full scale evaluation of nitrification performance in an integrated fixed film activated sludge process. *Water Sci. Technol.* 38, 71–78. doi:10.1016/S0273-1223(98)00471-5

- Kim, H., Gellner, J.W., Boltz, Joshua P., Freudenberg, R.G., Gunsch, C.K., Schuler, A.J., 2010. Effects of integrated fixed film activated sludge media on activated sludge settling in biological nutrient removal systems. *Water Res.* 44, 1553–1561. doi:10.1016/j.watres.2009.11.001
- Mannina, G., Di Trapani, D., Viviani, G., Odegaard, H., 2011. Modelling and dynamic simulation of hybrid moving bed biofilm reactors: Model concepts and application to a pilot plant. *Biochem. Eng. J.* 56, 23–36. doi:10.1016/j.bej.2011.04.013
- Mannina, G., Viviani, G., 2009. Hybrid moving bed biofilm reactors: an effective solution for upgrading a large wastewater treatment plant. *Water Sci. Technol.* 60, 1103–1116. doi:10.2166/wst.2009.416
- Minitère de l'Écologie, du Développement Durable, des Transports et du Logement, 2015. Plan d'action 2012 - 2018 : pour une politique d'assainissement contribuant aux objectifs de qualité des milieux aquatiques .
- Moretti, P., 2012. Mise en route d'un pilote hybride à lit fluidisé « IFAS » pour le traitement de l'azote (Mémoire de fin d'études).
- Regmi, P., Thomas, W., Schafran, G., Bott, Charles, Rutherford, B., Waltrip, D., 2011. Nitrogen removal assessment through nitrification rates and media biofilm accumulation in an IFAS process demonstration study. *Water Res.* 45, 6699–6708. doi:10.1016/j.watres.2011.10.009
- Rusten, B., Eikebrokk, B., Ulgenes, Y., Lygren, E., 2006. Design and operations of the Kaldnes moving bed biofilm reactors. *Aquac. Eng.* 34, 322–331. doi:10.1016/j.aquaeng.2005.04.002
- Sen, Dipankar, Randall, C.W., 2008. Improved computational model (AQUIFAS) for activated sludge, integrated fixed-film activated sludge, and moving-bed biofilm reactor systems, part I: Semi-empirical model development. *Water Environ. Res.* 80, 439–453.
- Vigne, E., Choubert, J.-M., Canler, J.-P., Heduit, A., Sorensen, K., Lessard, P., 2010. A biofiltration model for tertiary nitrification of municipal wastewaters. *Water Res.* 44, 4399–4410. doi:10.1016/j.watres.2010.06.005
- Water Environment Federation, 2010. *Biofilm Reactors*. Wefpress, Alexandria.

Annexe 1 : Dimensionnement des clarificateurs

: Vitesse ascensionnelle et volume corrigé

(source : Cemagref, 1979, FNDAE n°8)



Annexe 2 : Protocoles des mesures de MES, Indice de Boues et Oxitop

Détermination de matières en suspension (MES) :

- Prélever la boue dans un flacon de 1L en plastique
- Prélever 250ml d'échantillon bien homogénéisé, à l'aide d'une fiole jaugé
- Répartir l'échantillon dans quatre tubes
- Centrifuger les tubes pendant 10min à 3000tour/min
- Evacuer le surnageant et verser la matière du culot dans une coupelle sèche pesé préalablement
- Placer la coupelle au four à 105,5°C pendant 24H
- Sortir la coupelle du four et la laisser refroidir dans un dessiccateur pendant 15 min
- Peser la coupelle avec la matière sèche

Indice de Boue :

- Prélever la boue dans un flacon de 1L
- Prélever de l'eau de sortie dans un flacon de 1L
- Placer dans une éprouvette graduée 500mL de boue prélevée bien homogénéisée
- Ajouter immédiatement de l'eau de sortie jusqu'à la graduation d'1L
- Mettre en route le chronomètre et laisser décanter
- Après 30minutes de décantation noter le volume de boue décantée
- Appliquer un facteur de dilution de 2 sur ce volume ;

Détermination de la BDO5 par méthode Oxitop® :

- Prendre l'échantillon journalier préparé
- Prélever le volume d'échantillon fonction de la gamme de DBO5 attendu dans un flacon de 1L
- Ajouter quelques gouttes d'ATU et quatre pastilles de soude dans le capuchon noir prévu à cet effet
- Prendre une tête infrarouge et effacer les données précédentes de la tête
- Visser la tête sur le capuchon du flacon
- Lancer la mesure
- Placer le flacon dans l'armoire à 20°C
- Six jours plus tard récupérer les données enregistrer sur la télécommande de lecture

- Importer les données sur Excel
- Noter la valeur obtenue après cinq jours environ

Analyse du Laboratoire de l'Irstea :

Pour des résultats les plus précis possible les analyses suivantes ont été réalisées par le Laboratoire de l'Irstea par des méthodes normées. Nous avons détaillé ci-dessous les références des normes utilisées :

MES par filtration : NF EN 872

Demande Chimique en Oxygène: NF T 90-101

Demande Biologique en Oxygène à 5 jours : NF EN 1899

Azote Kjehdal par colorimétrie ou distillation : NF EN 25663

Ammonium par absorption moléculaire : NF T 90-015-2

Nitrite par absorption moléculaire: NF EN 26777

Nitrate par chromatographie ionique: NF EN ISO 10304

Annexe 3 : Protocole de mesure de la vitesse de nitrification

Des boues du bassin d'aération sont prélevées lors de la phase aération (prélèvement représentatif). On effectue deux prélèvements, le premier avec de la liqueur mixte et des biomédias. Un second prélèvement est transféré dans un seau troué permettant de ne conserver que les biomédias, le volume est complété par de l'eau de sortie, dont la concentration en MES sera mesurée également.

Environ 5 litres sont placés dans un bécher en plastique, au sein d'une enceinte thermostatée (bac rempli d'eau dont la température est régulée), agités par un barreau aimanté et aérés par un bulleur d'aquarium/diffuseur céramique. En parallèle, un échantillon est mis de côté pour une analyse des MES et MVS.

La température et le pH sont mesurés, et l'enceinte est « régulée » à la température du bassin d'aération.

Une quantité de N-NH₄ et de TAC sont ajoutées, puis un prélèvement est réalisé peu de temps après [= T₀] (homogénéisation avec agitation et aération) à la seringue suivi d'une centrifugation et filtration immédiate pour analyse des formes de l'azote (NH₄, NO₂, NO₃). La température et le pH sont relevés.

Un nouveau prélèvement à la seringue est réalisé sans modification du test (aération/brassage) toutes les 30 minutes, jusqu'à 120 minutes.

Remarque :

Les quantités de réactifs (N-NH₄ et TAC) apportées, pour les 5 litres de boue, dépendent de la concentration déjà présente dans le bassin. Pour 30 mg/L de N-NH₄ ont apporté :

568 mg de NH₄Cl

1782 mg d'hydrogénocarbonate

Résultats

On obtient deux courbes par test :

- augmentation des formes oxydées (N-NO₂ et N-NO₃)
- baisse du N-NH₄

Ce qui permet de calculer, pour la température de l'essai,

la Vitesse de nitrification en mg de N nitrifié/ gMVS/h d'aération

ou Vitesse de nitrification en mg de N nitrifié/ m³ /h d'aération

Annexe 4 : Protocole de mesure de l'épaisseur du biofilm

Inspiré de Regmi et al. (2011) réf. Maas et al. (2008).

- On prélève trois fois **50 biomédias** dans le bioréacteur. Point réparties dans l'espace. Le prélèvement se fait sans laver les biomédias ce qui détacherait de la biomasse.
- On les sèche à **105°C** pendant **24h** ou plus.
- Ensuite on les pèse sec avec la biomasse fixée.
- On enlève la biomasse du support en les trempant dans une solution d'eau de javel. On mélange vigoureusement. Puis passer les échantillons les uns après les autres dans la cuve à **ultrason** pendant **20min**.
- Ensuite on les rince plusieurs fois avec de l'eau désionisé. On les sèche une nouvelle fois à 105°C pendant plus de **24h**.
- On les pèse sec.
- La différence de poids indique la masse de biofilm développé.

Annexe 5 : Calcul de la SRT limite

L'âge des boues, noté aussi SRT (Sludge Retention Time) peut s'exprimer par l'équation suivante (Choubert, 2002) :

$$\mu - b = \frac{1}{SRT}$$

Avec μ la croissance des bactéries et b leur mortalité, la différence entre les deux donnant la croissance nette. Pour obtenir la SRT limite des bactéries autotrophes, autrement dit l'âge de boues en dessous duquel les bactéries autotrophes sont lessivées, on considère que le substrat (azote ammoniacal) n'est pas limitant, et que les facteurs influençant la croissance sont l'oxygène et la température. On obtient alors l'âge de boues de la manière suivante :

$$SRT_{lim} = \frac{1}{\mu_a \times \left(\frac{C_{O_2}}{C_{O_2} + K_{O_2}} \right) \times \left(\frac{\Delta_{O_2}}{24} \right) \times 1.06^{(T-20)} - b_a \times 1.06^{(T-20)}}$$

Dans cette équation, l'influence de l'oxygénation sur la croissance des bactéries inclue la concentration en oxygène C_{O_2} , la constante de demi-saturation de l'oxygène pour les autotrophes K_{O_2} (de 0.5 mgO₂/L) ainsi que le temps de présence d'oxygène Δ_{O_2} . L'influence de la température est prise en compte par l'introduction d'un coefficient correctif θ ici ayant une valeur de 1.06 (Choubert, 2002) qui permet de se comparer à une température référence de 20 degrés.

Annexe 6 : Valeurs brutes des résultats

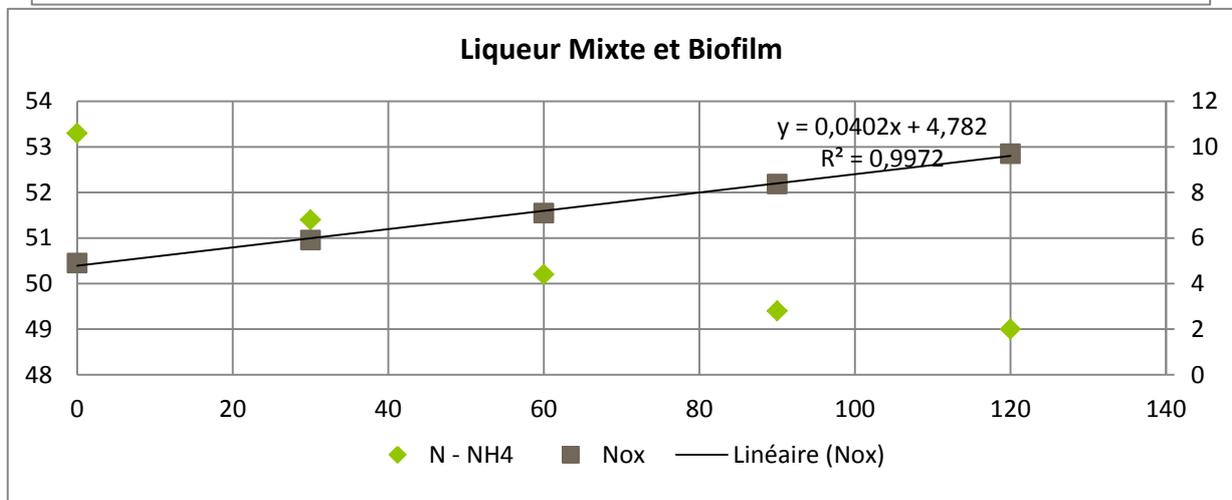
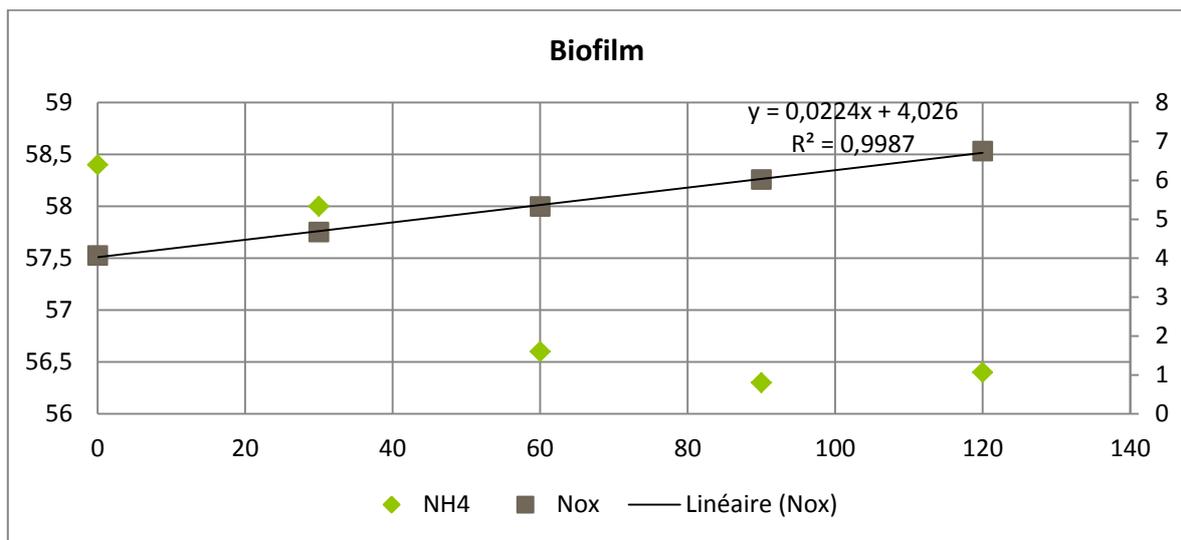
Date	MES (g/L)	Indice de Boues	Charge massique	Agés de boues (j)
07-avr	4,08	187	0,16	6,7
08-avr	3,98	179	0,17	6,6
09-avr	4,3	176	0,15	7,1
13-avr	4,25	180	0,16	7,0
14-avr	3,85	190	0,17	6,3
20-avr	3,85	160	0,17	6,3
22-avr	3,8	160	0,19	6,3
27-avr	3,7	170	0,20	6,1
29-avr	3,53	170	0,26	5,6
04-mai	3,3	146	0,28	5,2
11-mai	3,83	144	0,19	7,8
18-mai	3,26	147	0,39	3,8
21-mai	3,5	154	0,27	5,4
26-mai	3,57	157	0,26	5,5
28-mai	3,54	152	0,35	4,2
01-juin	3,39	147	0,36	4,0
04-juin	4,2	123	0,28	5,2
08-juin	3,98	120	0,29	4,9
11-juin	3,68	130	0,25	5,8
15-juin	2,96	151	0,31	4,7
17-juin	2,82	150	0,30	4,8
19-juin	2,89	152	0,30	4,9
22-juin	3,09	152	0,37	3,8
24-juin	3,58	167	0,32	4,4
26-juin	3,21	150	0,35	4,0
03-juil	3,53	150	0,22	6,4
06-juil	3,95	157	0,20	7,2
08-juil	3,81	157	0,43	3,3
09-juil	4	120	0,41	3,5
15-juil	2,6	150	0,43	3,3
17-juil	2,86	155	0,39	3,7
20-juil	1,54	155	0,77	2,0
22-juil	2,2	155	0,61	2,5
23-juil	2,66	155	0,50	3,0
27-juil	2,84	155	0,47	3,2
30-juil	3,2	155	0,41	3,6
04-août	3,5	155	0,38	4,0
06-août	3,52	155	0,38	4,0
10-août	4	155	0,33	4,6

Date	MES (mg/L)			DBO5 (mgO2/L)			DCO brute (mgO2/L)			DCO filtrée (mgO2/L)			N-NH4 (mg/L)		N-NO3 (mg/L)	
	Entrée	Sortie	Rendt	Entrée	Sortie	Rendt	Entrée	Sortie	Rendt	Entrée	Sortie	Rendt	Entrée	Sortie	Entrée	Sortie
22-avr	261	66	75%	139	36	74%	538	124	77%	116	33	72%	41,1	10,3	0,2	3,22
29-avr	225	29	87%	144	19	87%	419	145	65%	107	33	69%	34	15,3	0,2	2,41
06-mai	147	80	46%	112	44	61%	278	123	56%	84	25	70%	40,8	10,9	0,1	0,25
13-mai	257			198			820			81			32,0			0,25
21-mai	194	62	68%	149	31	79%	358	110	69%	121	40	67%	38,4	18,3	0,2	2,47
27-mai	235	175	26%	194	64	67%	359	173	52%	108	38	65%	40,10	20,60	0,2	0,78
03-juin	381	310	19%	184	89	52%	839	365	56%	137	42	69%	44	34,1	0,2	0,45
11-juin	251	18	93%	144	12	92%	388	56	86%	74	37	50%	42,3	35,2	0,19	0,55
17-juin	185	17,2	91%	116	13	89%	339	76	78%	101	39	61%	30,7	17,3	0,2	1,62
24-juin	256	51	80%	186	22	88%	355	113	68%	137	55	60%	46,4	39,7	0,25	0,25
02-juil	223	12	95%	126	6	95%	452	59	87%	163	54	67%	34,4	17,4	0,2	9,15
09-juil	307	154	50%	264	53	80%	749	214	71%	146	60	59%	34,4	28,7	0,25	0,25
16-juil	296	26	91%	179	13	93%	416	20	95%	104	20	81%	40,9	34,4	0,25	0,25
23-juil	275	28	90%	203	9,7	95%	427	46	89%	133	15	89%	38,1	37,5	0,25	0,25
30-juil	240	11	95%	201	8,8	96%	427	46	89%	140	36	74%	32,4	27,3	0,25	0,25
06-août	211	14	93%	212	6	97%	431	41	90%	129	34	74%	38,4	30,2	0,25	0,56
13-août	250	12	95%	202	9,7	95%	452	46	90%	127	31	76%	38,9	28	0,45	0,45

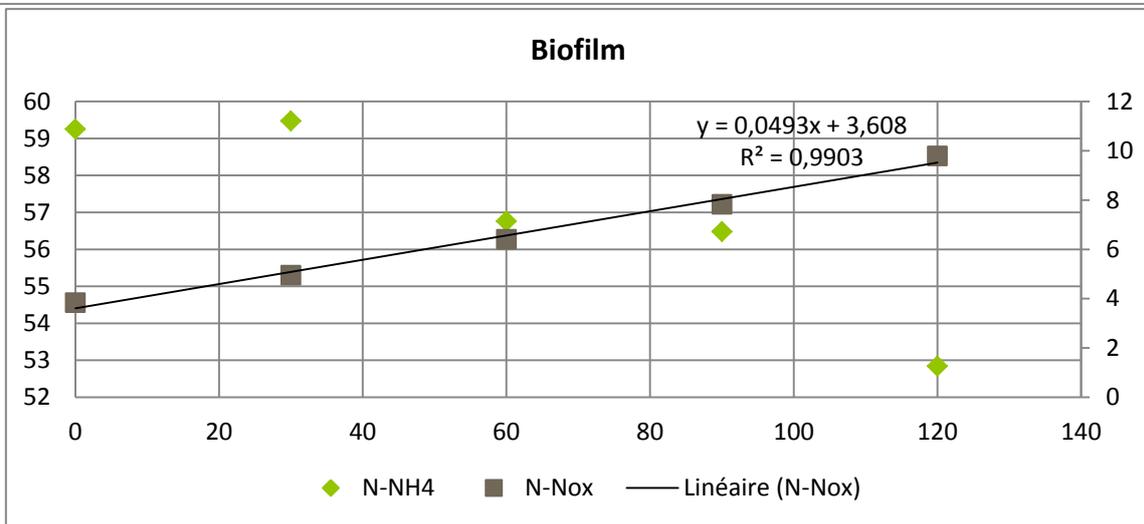
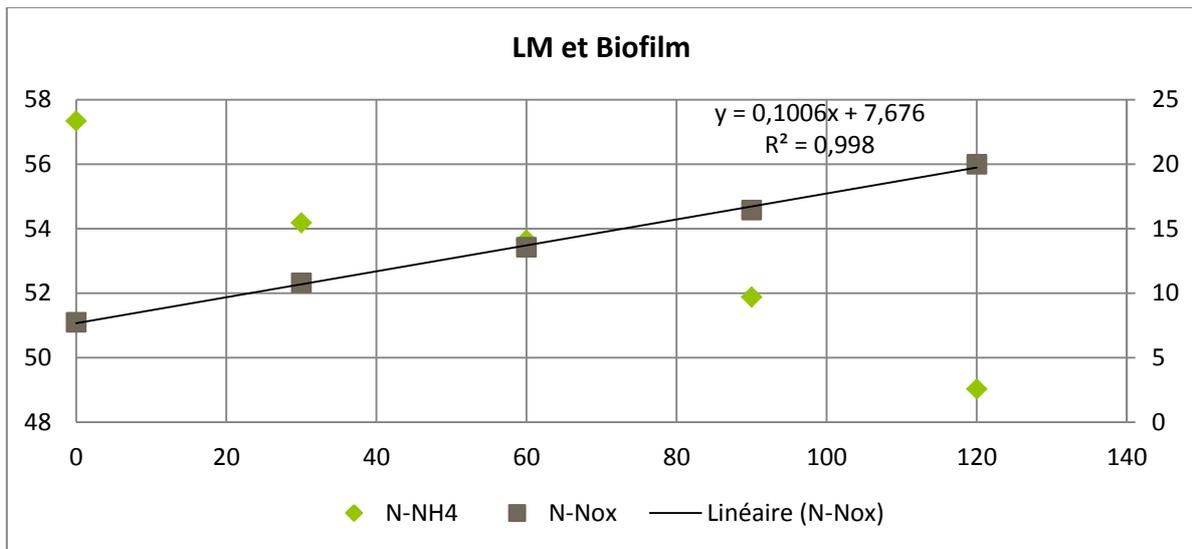
	N-NH4 éliminé (mg/L)	Assimilation (mg/L)	Nitrifié (mg/L)	NO3 restant (mg/L)	N dénitrifié (mg/L)
22-avr	30,8	5,15	25,65	3,22	22,43
29-avr	18,7	6,25	12,45	2,41	10,04
06-mai	29,9	3,4	26,5	0,25	26,25
21-mai	20,1	9,9	10,2	2,47	7,73
27-mai	19,5	5,9	13,6	0,78	12,82
03-juin	9,9	6,5	3,4	0,45	2,95
11-juin	7,1	4,75	2,35	0,55	0,00
17-juin	13,4	6,6	6,8	1,62	5,18
24-juin	6,7	5,15	0	0,25	0
02-juil	17	8,2	8,8	9,15	0,00
09-juil	5,7	6	0	0,25	0,00
16-juil	6,5	10,55	0	0,25	0,00
23-juil	0,6	8,3	0	0,25	0,00
30-juil	5,1	9,665	0	0,25	0,00
06-août	8,2	9,61	0	0,56	0,00
13-août	10,9	10,3	0,6	0,45	0,15

Vitesses maximales de nitrification

Le 28 Juillet :



Le 05 Aout



Le 11 Août :

