



**HAL**  
open science

# Traitement d'effluents concentrés par cultures fixées sur gravier ou pouzzolane

C. Menoret

► **To cite this version:**

C. Menoret. Traitement d'effluents concentrés par cultures fixées sur gravier ou pouzzolane. Sciences de l'environnement. Doctorat Mécanique génie mécanique génie civil, Université Montpellier II Sciences et techniques du Languedoc, 2001. Français. NNT: . tel-02580578

**HAL Id: tel-02580578**

**<https://hal.inrae.fr/tel-02580578v1>**

Submitted on 14 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.

┌───┬───┬───┬───┬───┬───┬───┬───┬───┬───┐  
Numéro  
d'identification



ACADEMIE DE MONTPELLIER

**UNIVERSITE MONTPELLIER II**  
**SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC**

**THESE**

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE MONTPELLIER II**

**Discipline :** MECANIQUE, GENIE MECANIQUE, GENIE CIVIL.

**Formation Doctorale :** Sciences de l'Eau et de l'Environnement Continental.

**Ecole Doctorale :** Sciences de l'Eau et de la Terre.

Présentée et soutenue publiquement

par

Cédric MENOIRET

le 13 décembre 2001

**TRAITEMENT D'EFFLUENTS CONCENTRES PAR**  
**CULTURES FIXEES SUR GRAVIER OU POUZZOLANE**

**JURY**

M. F. BRISSAUD, Professeur, Université Montpellier II  
M. M. BOLLER, Professeur, EAWAG Duebendorf (Suisse)  
Mme. M. GREEN, Professeur associé, Université du Génie Agricole d'Haïfa (Israël)  
Mme. C. BOUTIN, Ingénieur des Travaux Ruraux, Cemagref de Lyon  
M. J. C. GERMON, Directeur de recherche, INRA de Dijon

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinateur

# **REMERCIEMENTS**

Mes remerciements s'adressent tout d'abord à Monsieur le Professeur François Brissaud qui a bien voulu encadrer cette thèse à l'Université de Montpellier II et m'a fait profiter de son expérience.

Ce travail a été réalisé au Cemagref de Lyon, au sein de l'Unité de Recherche Qualité des Eaux et Prévention des Pollutions sous la direction de Catherine Boutin et d'Alain Liénard. Je tiens à exprimer ici mes remerciements quant à leur disponibilité de tous les instants et leurs nombreux et précieux conseils.

Je tiens également à remercier les membres du comité de pilotage de cette thèse, Philippe Duchène, Jean-Claude Germon, Arthur Iwema et Jacques Lesavre, pour le temps et l'intérêt qu'ils ont accordés à ce travail, ainsi que pour le partage de leurs connaissances et de leur expérience.

Je suis très reconnaissant à Madame le Professeur Michal Green et à Monsieur le Professeur Markus Boller pour l'honneur qu'ils font à ce travail en acceptant chacun d'en faire un rapport scientifique et de participer au jury.

Je remercie la Direction générale du Cemagref pour avoir permis financièrement ce travail de thèse.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide irremplaçable de Jean-Luc Beckert et celle des nombreux « non permanents » qui se sont succédés au chevet du pilote expérimental : Lidwine Mourote, Luc Bolevy, Matthieu Houdeville et Pascal Molle. Je remercie également les étudiants qui ont travaillé au perfectionnement du modèle mathématique : Jordy Beau, Daniel Bect et Remi Parouty. Merci également à l'équipe du laboratoire d'analyse du Cemagref pour m'avoir accueilli dans leurs locaux et procurer une aide précieuse.

Je tiens également à exprimer ma gratitude aux membres, permanents ou non, de l'équipe Epuration de Lyon pour l'ambiance de travail agréable qui a régné tout au long de ma thèse. Je remercie également les services de documentation pour leur gentillesse et leur efficacité.

J'exprime ici ma reconnaissance envers mes parents, de façon générale pour m'avoir soutenu durant la poursuite de mes longues études et plus spécifiquement pour l'aide qu'ils ont apportée à la rédaction de ce rapport.

Merci à Camille, Corinne, Fabrice, Pascal et Yannick.

# Sommaire :

<b>1. RESUME .....</b>	<b>8</b>
<b>2. ABSTRACT .....</b>	<b>9</b>
<b>3. INTRODUCTION.....</b>	<b>10</b>
<b>4. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>13</b>
4.1. Contexte de l'étude .....	13
4.1.1. Contexte technico-économique .....	13
4.1.1.1. Nature des effluents issus de l'activité laitière ou fromagère .....	13
4.1.1.2. Pollution induite .....	14
4.1.2. Procédés actuellement utilisés pour le traitement des effluents concentrés .....	16
4.1.2.1. Les cultures libres.....	16
4.1.2.2. Les cultures fixées sur supports grossiers.....	17
4.1.2.3. Les cultures fixées sur supports fins.....	17
4.1.2.4. Le stockage épandage.....	17
4.1.2.5. Les procédés anaérobies.....	17
4.2. Les cultures fixées sur supports fins.....	17
4.2.1. Généralités et principe de fonctionnement. ....	18
4.2.1.1. Mécanismes épuratoires .....	18
4.2.2. Tentative d'adaptation au traitement d'effluents concentrés :.....	20
4.3. Le milieu poreux .....	21
4.3.1. Caractéristiques.....	21
4.3.2. Ecoulement.....	22
4.3.2.1. L'eau dans le milieu poreux .....	22
4.3.2.2. Ecoulement en conditions insaturées.....	22
4.3.2.3. Transfert de solutés .....	23
4.3.3. Disponibilité en oxygène.....	23
4.3.3.1. La diffusivité .....	23
4.3.3.2. Transfert d'oxygène vers le biofilm .....	24
4.4. Les cultures fixées.....	25
4.4.1.1. Description du biofilm.....	25
4.4.1.2. Formation du biofilm .....	26
4.4.1.3. Facteurs d'influence sur la formation du biofilm .....	28
4.4.1.4. Intérêt des procédés utilisant les biofilms.....	28
4.4.2. Influence sur le milieu.....	28
4.4.3. Accumulation de matière organique, colmatage .....	29
4.4.3.1. Accumulation de matière en suspension (colmatage physique) .....	29
4.4.3.2. Surproduction de boue (colmatage biologique).....	29
4.4.3.3. Autres causes de colmatage.....	30
4.4.3.4. Facteurs d'influences.....	30
4.4.4. Filière de traitement envisagée.....	31
4.5. Modélisation des procédés à cultures fixées sur supports fins .....	32
4.6. Techniques d'étude de la biomasse fixée .....	32
4.6.1. Techniques adaptées à l'écologie microbienne .....	32
4.6.1.1. Estimation quantitative de la biomasse .....	33
4.6.1.2. Estimation de l'activité.....	34
<b>5. MATERIEL ET METHODE.....</b>	<b>35</b>
5.1. Description du pilote et de son instrumentation .....	35
5.1.1. Description du pilote : .....	35
5.1.2. Dispositif de suivi massique : .....	36
5.1.3. Instrumentation : .....	37
5.1.4. Acquisition et stockage des données : .....	37
5.2. Caractéristiques des supports utilisés .....	37
5.2.1. Caractéristiques physiques : .....	37
5.2.1.1. Granulométrie : .....	37
5.2.1.2. Porosité.....	38
5.2.1.3. Densité et masse volumique.....	38

5.2.1.4.	Aire spécifique .....	38
5.2.1.5.	Mesure de la conductivité hydraulique à saturation .....	39
5.2.2.	Traçage en régime permanent : .....	41
5.3.	Fonctionnement du pilote .....	44
5.3.1.	Préparation de l'effluent de synthèse : .....	44
5.3.2.	Rythme de fonctionnement : .....	44
5.3.3.	Charges appliquées : .....	45
5.3.4.	Suivi des rejets : .....	45
5.4.	Etude de la biomasse fixée .....	46
5.4.1.	Prélèvement du support, mesure de l'humidité et de la perte au feu : .....	46
5.4.2.	Analyses des phospholipides : .....	46
5.4.3.	Respirométrie : .....	47
5.4.3.1.	Principe : .....	47
5.4.3.2.	Piégeage : .....	47
5.4.3.3.	Dosage : .....	47
5.4.4.	Mesures du carbone organique (analyseur CHONS) : .....	49
5.5.	Station expérimentale du Pradel .....	49
5.6.	Modélisation .....	49
5.6.1.	Modélisation de l'écoulement : .....	50
5.6.2.	Modélisation des transferts d'oxygène : .....	53
5.6.3.	Modélisation du transfert des solutés : .....	53
5.6.3.1.	Fraction mobile : .....	54
5.6.3.2.	Fraction stagnante : .....	54
5.6.4.	Modélisation du développement de la biomasse : .....	55
5.6.4.1.	Consommation du substrat .....	55
5.6.4.2.	Consommation d'oxygène .....	55
5.6.4.3.	Développement bactérien : .....	56
5.6.5.	Paramétrage .....	57
<b>6.</b>	<b>RESULTATS .....</b>	<b>58</b>
6.1.	Fonctionnement du pilote .....	58
6.2.	Suivi des performances du procédé .....	58
6.2.1.	Suivi de la charge organique apportée .....	58
6.2.2.	Etude pilote des performances du procédé .....	59
6.2.2.1.	Massif G1 .....	60
6.2.2.2.	Massif P1 .....	65
6.2.2.3.	Comparaison des deux types de support .....	67
6.2.2.4.	Influence de la charge sur les performances du procédé .....	68
6.2.3.	Prise en compte des volumes ressuyés .....	68
6.2.4.	Campagne de mesures sur le site du Pradel .....	69
6.2.5.	Conclusion .....	70
6.3.	Influence du biofilm sur l'écoulement .....	71
6.3.1.	Traçages en régime permanent en milieux colonisés .....	71
6.3.2.	Suivi de l'évolution du temps de passage de l'effluent au travers les massifs .....	72
6.4.	Suivi massique des colonnes .....	74
6.4.1.	Estimation du taux de croissance .....	75
6.4.1.1.	Fonctionnement à 60% de la charge organique (colonne P2) .....	76
6.4.2.	Evolution à long terme : Accumulation de masse .....	76
6.4.3.	Devenir de la pollution au sein des massifs .....	82
6.4.4.	Conclusion .....	83
6.5.	Etude du support .....	85
6.5.1.	Etude de la colonisation du massif de gravier (G2) .....	85
6.5.1.1.	Evolution de l'humidité massique .....	85
6.5.1.2.	Evolution de la teneur en MO .....	87
6.5.1.3.	Evolution de la biomasse .....	88
6.5.1.4.	Conclusion .....	90
6.5.2.	Mesures réalisées sur les colonnes G1b et P1b .....	91
6.5.2.1.	Massif G1 .....	91
6.5.2.2.	Le massif P1 .....	95
6.5.3.	Comparaison des massifs de gravier et de pouzzolane .....	96
6.5.4.	Respirométrie .....	98

6.5.5.	Conclusion.....	100
6.6.	Suivi des variations du stock d'oxygène au sein des massifs.....	101
6.6.1.	Variation du stock d'oxygène au cours d'un cycle de fonctionnement.....	101
6.6.2.	Variation du stock d'oxygène lors du colmatage.....	102
6.6.3.	Conclusion.....	104
6.7.	Modélisation.....	105
6.7.1.	Modélisation du transfert de solutés :.....	105
6.7.2.	Modélisation de la biomasse.....	106
6.7.3.	Modélisation de l'écoulement.....	111
6.7.4.	Simulations.....	112
6.7.5.	Récapitulatif des paramètres retenus.....	113
6.7.6.	Limites du modèle et perspectives d'évolution.....	114
<b>7.</b>	<b>CONCLUSION.....</b>	<b>116</b>
<b>8.</b>	<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>119</b>
<b>9.</b>	<b>ANNEXES.....</b>	<b>125</b>

# Liste des illustrations :

Figure 1. Schéma relatif à la classification des rejets issus des industries laitières, d'après Tormo (1995) (cité par Chachuat, 1998) .....	13
Figure 2. Principaux mécanismes de rétention de particule par filtration (Yao et al., 1971) .....	19
Figure 3. Pilote permettant le traitement de charge organique élevée (Sun et al., 1999) .....	21
Figure 4. Illustration des quatre phases constitutives d'un milieu poreux non saturé colonisé. ....	22
Figure 5. Représentation de la tortuosité d'un pore .....	24
Figure 6. Schématisation des différents flux d'oxygène entre air atmosphérique et biofilm (d'après Cherier, 1991) .....	25
Figure 7. Représentation d'un biofilm non saturé (d'après Zhu et al., 2001).....	25
Figure 8. Représentation schématique du biofilm bactérien. ....	26
Figure 9. Variation de l'énergie libre d'interaction en fonction de la distance entre une particule sphérique et une surface d'adhésion (Annachhatre et Bhamidimarri, 1992) .....	27
Figure 10. Schéma d'une colonne .....	35
Figure 11. Détail d'une structure poreuse .....	35
Figure 12. Détail du fond d'une colonne.....	35
Figure 13. Schéma du pilote.....	36
Figure 14. Courbes granulométriques des matériaux filtrants.....	37
Figure 15. Dispositif de mesure de la conductivité hydraulique à saturation.....	39
Figure 16. Extrapolation linéaire des courbes de conductivité hydraulique à saturation pour de faibles débits .....	40
Figure 17. Comparaison courbes de DTS des massifs vierges de gravier et pouzzolane .....	43
Figure 18. Carottage du support par l'orifice du haut d'une colonne.....	46
Figure 19. Dispositif expérimental.....	47
Figure 20. Courbe cumulée théorique .....	48
Figure 21. Synoptique du modèle .....	50
Figure 22. Prise en compte du biofilm dans l'établissement de l'équation de conductivité hydraulique : à gauche milieu vierge, à droite milieu colonisé (d'après Parouty 2001) .....	52
Figure 23. représentation du modèle de transfert des solutés.....	54
Figure 24. DCO des rejets issus du filtre G1a lors des 7 premières semaines de fonctionnement.....	60
Figure 25. Suivi de la qualité des rejets du filtre (G1a et G1b).....	60
Figure 26. Masse moyenne d'effluent récupéré dans le bac R après chaque bâchée .....	61
Figure 27. Évolution de la qualité du rejet de G1b au cours de son fonctionnement (seuls les J7 sont pris en compte) .....	63
Figure 28. Evolution de la quantité de DCO filtrée de l'effluent au cours des différents passages au sein du massif de gravier (S5J1).....	64
Figure 29. DCO des rejets issus du filtre P1a lors des 7 premières semaines de fonctionnement.....	65
Figure 30. Suivi de la qualité des rejets des filtres P1a et P1b .....	66
Figure 31. Évolution de la quantité de DCO filtrée de l'effluent au cours des différents passages au sein du massif P1a .....	67
Figure 32. Rendements épuratoires du massif P1b calculés en masse et en concentration .....	69
Figure 33. Comparaison courbes de DTS des massifs vierge et colonisé de gravier .....	71
Figure 34. Comparaison courbes de DTS des massifs vierge et colonisé de pouzzolane .....	71
Figure 35: Comparaison courbes de DTS des massifs colonisés de gravier et pouzzolane .....	72
Figure 36. Evolution des temps avant percolation des effluents au cours du fonctionnement des massifs (de gauche à droite : P1b ;G1a ;G3b).....	73
Figure 37. Variation de la masse d'une colonne lors d'un jour d'alimentation.....	74
Figure 38. Variation de masse de la colonne lors d'une bâchée.....	74
Figure 39. Représentation schématique des variations de masse d'un filtre durant un cycle de fonctionnement .....	75
Figure 40. Evolution de la masse de la colonne G1a .....	77
Figure 41. Evolution de la masse de la colonne P1a .....	77

Figure 42. Evolution de la masse de la colonne G1b .....	78
Figure 43. Evolution de la masse de la colonne P1b.....	78
Figure 44. Evolution de la masse de la colonne G3b .....	79
Figure 45. Evolution de la masse de la colonne de pouzzolane P2b .....	80
Figure 46. Accumulation de MO au sein des massifs de gravier et pouzzolane sur l'ensemble de leur fonctionnement.....	80
Figure 47. Estimation de la porosité restante au sein des massifs au cours de leur fonctionnement.....	81
Figure 48. Relation rythme d'alimentation / taux d'accumulation de MO pour le massif de gravier. ....	82
Figure 49. Représentation du devenir de la pollution appliquée aux filtres .....	83
Figure 50. Devenir de la pollution appliquée aux différents filtres utilisés.....	83
Figure 51. Devenir de la pollution appliquée au massif P2.....	83
Figure 52. Gravier (en haut) et pouzzolane avant et après utilisation dans les colonnes G1 et P1 (support vierge à droite) .....	85
Figure 53. Evolution de l'humidité massique du support G2 à différents horizons .....	86
Figure 54. Répartition de l'humidité au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement .....	86
Figure 55. Evolution de la teneur en MO (perte au feu) au sein du massif G2 à différents horizons.....	87
Figure 56. Répartition de la MO au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement .....	88
Figure 57. Relation humidité-teneur en MO au sein du massif G2 .....	88
Figure 58. Evolution de la biomasse (phospholipides) au sein du massif G2 à différents horizons.....	89
Figure 59. Répartition de la biomasse au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement .....	89
Figure 60. Relation biomasse-teneur en MO au sein du massif G2 .....	90
Figure 61. Evolution du rapport biomasse / MO au cours du fonctionnement du massif G2 .....	91
Figure 62. Profil du massif G1 avant son premier colmatage .....	92
Figure 63. Profil du massif G1 suite à la période de repos.....	92
Figure 64. Evolution du rapport biomasse / MO au sein de la colonne G1 .....	93
Figure 65. Profil du massif G1 lors du second colmatage.....	93
Figure 66. Comparaison des profils des colonnes G1 et G2 lors de leur colmatage .....	94
Figure 67. Courbes granulométriques des graviers issus de G1 et de G2 .....	94
Figure 68. Profil du massif P1 avant son premier colmatage.....	95
Figure 69. Profil du massif P1 après repos.....	95
Figure 70. Profil du massif P1 lors de son second colmatage .....	96
Figure 71. Relation teneur en MO- humidité au sein du massif P1.....	96
Figure 72. Comparaison des profils de biomasse des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement.....	96
Figure 73. Comparaison des profils d'humidité des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement.....	97
Figure 74. Comparaison des profils de teneur en MO des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement.....	97
Figure 75. Courbes cumulatives de dégagement de C-CO <sub>2</sub> d'échantillon de support provenant de la surface des massifs (à gauche : pouzzolane ; à droite : gravier).....	98
Figure 76. Ajustement des courbes cumulatives au modèle $C(t)=C_0(1-e^{-kt})$ .....	99
Figure 77. Relation entre paf et teneur en C <sub>tot</sub> .....	99
Figure 78. Variation du taux d'oxygène au sein du massif G2 au cours du 28 <sup>ième</sup> cycle de fonctionnement .....	101
Figure 79. Suivi de l'influence d'une bâchée sur le taux d'oxygène au sein du massif G1 au cours de la semaine 9 (à gauche 2 <sup>ième</sup> bâchée, à droite 13 <sup>ième</sup> ).....	102
Figure 80. Suivi de l'influence d'une bâchée sur le taux d'oxygène au sein du massif G2 au cours de la semaine 36.....	102
Figure 81. Variation du taux d'oxygène au sein du massif G2 lors de son colmatage .....	102
Figure 82. Variation du taux d'oxygène au sein du massif G2 lors de son colmatage.....	103
Figure 83. Suivi du taux d'oxygène au sein d'une colonne de sable en régime colmatant (à gauche) et non colmatant (à droite) (d'après Guilloteau et al., 1993) .....	103
Figure 84. Rendements épuratoires observés et simulés pour P1a, semaine 3, jour 3.....	106
Figure 85. Rendements épuratoires simulés pour les cycles de fonctionnement 2 et 13 (jour 3).....	106

Figure 86. Accumulation de masse lors de la phase d'alimentation (10 <sup>ième</sup> cycle de fonctionnement).....	107
Figure 87. Accumulation à long terme de masse au sein de la colonne P1b (cycles 10 à 14).....	107
Figure 88. Répartition simulée de l'humidité massique au sein du massif de pouzzolane à différents stades de fonctionnement.....	108
Figure 89. Répartition simulée et observée de l'humidité stagnante au sein du massif P1b.....	109
Figure 90. Répartition simulée et observée de l'humidité stagnante au sein du massif G2b (en noir, valeurs simulées, à droite répartition observée avec représentation de l'horizon « surface »).....	109
Figure 91. Variations de masse simulées et observées du massif P1b au cours du 10 <sup>ième</sup> cycle de fonctionnement.....	110
Figure 92. Mesures des volumes ressuyés et de la masse de la colonne P1b lors de la 12 <sup>ième</sup> semaine de fonctionnement.....	110
Figure 93. Volumes ressuyés observés et simulés.....	111
Figure 94. Débits simulés et observés.....	111
Figure 95. Accumulation de masse simulée pour différents modes de fonctionnement du massif de pouzzolane.....	112
Figure 96. Accumulation de masse simulé pour différents modes de fonctionnement du massif de gravier.....	112
Figure 97. Accumulation de masse simulée pour un filtre de pouzzolane fonctionnant au rythme 7/14.....	113

## Liste des tableaux :

Tableau 1. Charges journalières moyennes produites par tête de bétail sur 5 exploitations bovines et 2 exploitations ovines.....	15
Tableau 2 Charges polluantes moyennes produites par la transformation d'un litre de lait en fromage.....	16
Tableau 3. Bases de dimensionnement de filières à cultures fixées sur supports fins (d'après FNDAE 22, 1998) .....	18
Tableau 4. Facteurs d'influence sur l'adhésion de biofilms .....	28
Tableau 5. Caractéristiques des matériaux utilisés.....	41
Tableau 6. Composition des poudres entrant dans la préparation de l'effluent de synthèse .....	44
Tableau 7. Caractéristique de l'effluent de synthèse.....	44
Tableau 8. Les différents rythmes de fonctionnement utilisés .....	44
Tableau 9. Charges polluantes appliquées selon le rythme de fonctionnement choisi.....	45
Tableau 10. Localisation des prélèvements.....	46
Tableau 11. Récapitulatif des paramètres utilisés par le modèle.....	57
Tableau 12. Composition moyenne de l'influent de synthèse lors du fonctionnement du pilote .....	59
Tableau 13. Performance moyenne, en concentrations, du filtre à gravier sur l'ensemble de son fonctionnement (G1a et G1b).....	61
Tableau 14. Performances du filtre G1a.....	62
Tableau 15. Performances du filtre G1b .....	62
Tableau 16. Performances du filtre G2b7/7 .....	62
Tableau 17. Rendements d'élimination de la pollution carbonée obtenus sur G1a lors du J2 de la semaine 5.....	63
Tableau 18. Performance moyenne du filtre à pouzzolane sur l'ensemble de son fonctionnement.....	66
Tableau 19. Performances du filtre P1a .....	66
Tableau 20. Performance du filtre P1b.....	67
Tableau 21. Rendements épuratoires moyens calculés lors du fonctionnement des colonnes .....	69
Tableau 22. Rendements épuratoires en masse mesurés au Pradel après 4 passages sur des massifs filtrants de pouzzolane de 80 cm de hauteur .....	69
Tableau 23. Proportion du volume d'entrée retrouvé en sortie de filtre (fin de 6 <sup>ième</sup> passage).....	70
Tableau 24. Estimation des taux de croissance de la biomasse.....	75
Tableau 25. Paramètres biologiques issus de la littérature .....	107
Tableau 26. Récapitulatif des paramètres utilisé par le modèle .....	113

# **1. RESUME**

Dans le but de répondre aux besoins des très petites industries agroalimentaires (fromageries fermières, laiteries) en matière de traitement de leurs eaux usées, un procédé d'épuration à cultures fixées sur supports fins est à l'étude. De tels procédés sont reconnus comme bien adaptés au milieu rural en traitement d'eaux usées domestiques, puisqu'ils présentent, une bonne qualité de traitement, un fonctionnement simple, bon marché et une maintenance relativement limitée.

Les particularités des effluents agroalimentaires en comparaison des effluents domestiques, et notamment leur forte concentration (DCO<sup>1</sup> de l'ordre de 10g.L<sup>-1</sup>), nécessitent l'adaptation des procédés à cultures fixées sur supports fins. Afin d'augmenter les apports en oxygène nécessaires à l'épuration aérobie de la pollution et de diminuer les risques de colmatage, la granulométrie du support est augmentée. Au sable, généralement employé en traitement d'eaux usées domestiques, on préfère l'utilisation de gravier (2-5 mm) ou de pouzzolane (3-7 mm). Afin d'allonger le temps de contact pollution-biomasse au sein des massifs on recycle l'effluent. Le principe de l'alternance de phases d'alimentation et de phases de repos, appliqué en traitement d'eaux usées domestiques est maintenu. Les phases de repos doivent permettre la reconstitution du stock d'oxygène et la régression de la biomasse au sein du massif filtrant.

L'étude d'un pilote expérimental, constitué de 4 colonnes garnies de 60 cm de pouzzolane ou de gravier est réalisée. Les performances du procédé sont satisfaisantes, les rendements épuratoires sont supérieurs à 95 % d'abattement de la charge organique appliquée.

Les massifs sont l'objet d'une accumulation continue de matière organique qui conduit à terme au colmatage des filtres. Alimentés à une charge surfacique de 280 g DCO.m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup>, la durée de vie des filtres est au maximum de 500 jours. Le principal facteur d'influence du taux d'accumulation de matière organique au sein du filtre est le rythme de fonctionnement. En augmentant les temps de repos, en conservant la même charge journalière moyenne, on diminue l'accumulation. La matière organique accumulée au sein des massifs est en grande partie non biodégradable.

Dans le but de faciliter l'optimisation des rythmes de fonctionnement du procédé, la modélisation des processus impliqués dans l'épuration a été entreprise. Le modèle est basé sur l'imbrication de quatre sous-modèles simulant chacun : l'écoulement, le transfert des solutés, le transfert de l'oxygène et la dégradation biologique. Les simulations présentent des résultats satisfaisants mais la prise en compte de l'influence des rythmes de fonctionnement reste à réaliser.

---

<sup>1</sup> DCO : Demande Chimique en Oxygène

## **2. ABSTRACT**

Presently, there are no suitable wastewater treatment systems for effluents from very small food processing industries (dairy, cheese, wine production). Such effluents are characterized by high organic matter content (about 10 g COD L<sup>-1</sup>) and relatively low daily volumes (about 2 m<sup>3</sup>). An adaptation of attached-growth cultures on fine media processes, known to be easy and inexpensive to use, could fit both the technical and economical context of those industries. Coarser filter particle size distributions than those normally used allow a better aeration and reduce clogging risk. The transit time of the effluent through the porous filter materials is shortened and requires recirculation to increase the contact time between the biomass and the substrate.

A pilot plant was built to compare the efficiency of two kinds of filter materials, gravel (2-5 mm) and pozzolana (3-7 mm). It consists on 4 experimental columns filled with 60 cm of gravel or pozzolana. Pilot-scale plants show high COD removal rates (>95 %).

Pilot-scale experiments show that the accumulation of organic matter in the infiltration beds leads to the clogging of the recirculating filter. With a daily average applied load of 280 g COD m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup> the lifetime of a filter does not exceed 500 days. Operation rhythm seems to be one of the key factors which control this organic matter accumulation. Longer rest periods allow longer lifetime at the same average load level. The accumulated organic matter in infiltration beds is mainly stable.

In order to define the best working conditions allowing a sustainable treatment, the mathematical modelling of the phenomena controlling purification processes is under studies. Model consists on the gathering of 4 sub-models each controlling a part of the processes: hydrodynamic, solute transport, oxygen transport and biodegradation. Simulations show good correspondence with measurements in a global scale. Model should provide an effective tool for system optimisation, nevertheless accuracy of simulation is still perfectible regarding the influence of feeding rhythm.

### **3. INTRODUCTION**

Les petites industries agroalimentaires de type laiteries, fromageries fermières, produisent des rejets particuliers. Il s'agit d'effluents produits en faibles volumes (de l'ordre du  $\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$ ) et concentrés en pollution organique (DCO souvent supérieure à  $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ). Par leur faible taille (50 chèvres ou 20 vaches en moyenne), ces unités de production échappent à la réglementation Installations Classées pour la Protection de l'Environnement (ICPE). L'impact, en terme de pollution, qu'elles génèrent n'est cependant pas négligeable compte tenu de la concentration des effluents. En moyenne annuelle, la charge polluante induite par un élevage de 50 chèvres est de 50 équivalents habitants (EH). Ce chiffre est à doubler en période de mises bas si ces dernières sont regroupées (pic de lactation). De plus, à l'horizon 2005, dans le cadre de la loi sur l'eau ce type d'exploitation passera sous le coup de la réglementation.

Le raccordement direct vers le réseau collectif n'est pas toujours envisageable en raison de la spécificité de ce type de rejet. En effet, l'augmentation de la concentration du mélange eaux usées domestiques-eaux usées industrielles est génératrice de dysfonctionnements caractérisés pour certaines filières de traitement utilisées en milieu rural. De plus, le caractère souvent saisonnier des activités agricoles génère un flux polluant variable selon les périodes pouvant ainsi obliger à des surdimensionnements des filières de traitement coûteux pour la collectivité. La valorisation des rejets par récupération du lactosérum est possible pour la confection de produits divers (concentrés, poudre, fromage). Ceci n'est toutefois envisageable que pour des quantités importantes de lactosérum, et est donc réservé aux grandes entreprises fromagères. La valorisation par récupération pour recyclage alimentaire pose des problèmes sanitaires, la majorité du cheptel caprin français étant touchée par le virus de l'arthrite encéphalique caprine.

Le stockage-épandage est à l'heure actuelle, lorsqu'il est envisageable (surfaces d'épandage et ouvrages de stockage disponibles), la filière de traitement la plus simple pour ce type d'effluent. Cependant, l'épandage d'un effluent dont la valeur agronomique est quasi nulle n'est pas toujours intéressant. Les élevages caprins sont par ailleurs bien souvent dépourvus d'ouvrages de stockage destinés à d'autres effluents liquides (purin, lisier, eaux vertes....).

Le traitement de tels rejets doit répondre non seulement aux contraintes techniques présentées par la particularité des effluents à traiter, mais aussi aux contraintes économiques du secteur. Des filières de traitement en cultures libres (boues activées en fonctionnement séquentiel ou non, lagunage aéré) sont également proposées pour ce type d'effluents. Toutefois, la technicité que nécessite l'exploitation de ce type de procédé, les contraintes générées par la gestion et l'élimination des boues et les coûts induits (autant en investissement qu'en fonctionnement) sont bien souvent rédhibitoires pour de petites installations.

L'utilisation de filières de type « cultures fixées sur supports fins » pourrait constituer une alternative à l'épandage. Ce type de procédé utilisé en traitement des eaux usées domestiques (infiltration-percolation sur sable, filtres plantés de roseaux, notamment) est considéré comme bien adapté au milieu rural, où la simplicité de l'exploitation jointe à la qualité des rejets atteignables constituent des arguments attractifs. La filière consiste principalement en l'application de l'effluent sur un filtre (souvent du sable) au sein duquel se développe une population bactérienne assurant, conjointement à la filtration, une épuration biologique.

Pour le traitement des effluents domestiques, les travaux réalisés par les Agences de l'Eau (1993) ont montré les potentialités du procédé et ont permis de dégager des bases de

dimensionnement et des règles de gestion opérationnelles. Des études plus fondamentales ont donné lieu à des thèses (Lefèvre, 1988, Schmitt, 1989, Guilloteau, 1992) qui ont permis de mieux appréhender les processus biologiques mis en jeu lors de l'épuration. Il est maintenant admis que les procédés à cultures fixées sur supports fins doivent fonctionner selon deux grands principes :

- *Alternance de phases d'alimentation et de phases de repos.* Afin de permettre l'autorégulation de la biomasse et ainsi prévenir le colmatage du filtre, des périodes de repos sont ménagées consécutivement à une période d'alimentation. La biomasse privée d'apport de substrat régresse alors par respiration endogène. Les périodes de repos permettent également la reconstitution du stock d'oxygène. De ce principe découle le fonctionnement sur plusieurs filtres (2 ou 3) utilisés en alternance.
- *Alimentation par bâchées.* Afin de faciliter la répartition uniforme de l'effluent sur toute la surface du filtre, celui-ci est stocké en amont puis distribué par à-coups. Cette alimentation séquentielle permet en outre de maximiser les apports d'oxygène par convection.

Cependant, les filières de traitement proposées aux petites collectivités pour l'épuration de leurs eaux usées domestiques ne sont pas directement transposables lorsqu'il s'agit de traiter des rejets plus concentrés. L'utilisation en l'état de telles filières conduirait à des ouvrages ayant une grande emprise au sol. L'alimentation de filtres de grande surface poserait alors le problème de la répartition uniforme des faibles volumes d'effluent.

L'adaptation des filières à cultures fixées sur supports fins consiste essentiellement en l'utilisation d'un support de biomasse plus grossier que le sable généralement employé. Les travaux menés dans cette optique, avec des effluents concentrés par Payrastré (1996), Rideau (1996) et Thomas (1996), ainsi que l'expérience acquise sur le site du Pradel (ferme expérimentale utilisant des filtres à pouzzolane pour le traitement de ses effluents) ont laissé entrevoir l'intérêt d'une telle adaptation. Le travail de DEA conduit par Chachuat (1998) sur l'utilisation de filtres à gravier pour le traitement d'effluents concentrés, donne des perspectives théoriques très intéressantes quant aux performances d'un tel procédé.

La filière envisagée consiste en l'infiltration d'un volume d'effluent sur un filtre à gravier (de granulométrie comprise entre 2 et 5 mm) de façon répétée. On recycle le percolat issu du filtre plusieurs fois par jour avant de le remplacer par un effluent «neuf». L'utilisation d'une granulométrie plus grossière doit permettre de s'affranchir des deux limites principales des procédés à cultures fixées sur support fins, à savoir :

- *La disponibilité en oxygène.* L'épuration étant assurée par des bactéries aérobies, la présence d'oxygène dans l'atmosphère du massif est nécessaire au bon fonctionnement du procédé. L'augmentation de la granulométrie doit favoriser les échanges gazeux entre massif et atmosphère.
- *Le colmatage.* La porosité supérieure ménagée par un filtre de granulométrie plus importante limite les risques de colmatage biologique et physique des massifs. En infiltration-percolation sur sable, une cause majeure de dysfonctionnement est en effet le colmatage de la plage d'infiltration, soit par développement biologique excédentaire, soit par dépôt de Matières En Suspensions (MES).

Le recyclage de l'effluent permet de compenser la réduction du temps de contact pollution-biomasse engendrée par des vitesses d'écoulement supérieures, tandis que les périodes de repos qui, à l'instar des cultures fixées sur supports fins, doivent nécessairement suivre une phase d'alimentation, permettent une régression de la biomasse pour éviter un « engorgement biologique ».

Afin de vérifier la pertinence d'un tel procédé, un pilote expérimental reproduisant le fonctionnement de la filière a été étudié durant 2 ans. Il est constitué de 4 colonnes garnies de gravier ou de pouzzolane dont le suivi physico-chimique des performances est réalisé. L'originalité du dispositif expérimental consiste en la mesure en quasi-continu de la masse des filtres. Ceci permet l'obtention d'une image globale de la colonisation des massifs et de son évolution.

En parallèle, la modélisation des mécanismes épuratoires, initiée par Chachuat (1998) est confrontée aux mesures réalisées sur le pilote.

## 4. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

### 4.1. Contexte de l'étude

#### 4.1.1. CONTEXTE TECHNICO-ECONOMIQUE

Les effluents issus des petites industries agroalimentaires sont spécifiques à cette activité et présentent une forte variabilité selon les pratiques et les types d'exploitation.

Pour les petites unités de production, le traitement de ces rejets est souvent problématique. L'étude de la demande sociale fait essentiellement ressortir les préoccupations :

- des laiteries (élevages bovins, caprins et ovins) et ateliers fromagers (fruitières de comté, ateliers fromagers ovins et caprins) ;
- des petites caves vinicoles.

La majeure partie de la charge polluante induite par les caves vinicoles est concentrée durant les vendanges et les 2 mois qui suivent. Cette spécificité pose problème. L'adaptation à ce type d'activité des filières à cultures fixées sur supports fins, n'est pas envisagée dans le présent rapport. On se focalise ici sur les rejets issus d'activités laitières ou fromagères.

En fromagerie, des estimations en provenance de la station expérimentale du Pradel (07) montrent que, sur les seuls départements de l'Ardèche et de la Drôme, 300 à 400 élevages de plus de 20 têtes pourraient être intéressés par une installation de traitement dont le coût et la simplicité d'exploitation correspondraient à leur attente. Des informations similaires émanent du Centre Fromager de Carmejane (04) pour la région PACA (Chachuat, 1998).

#### 4.1.1.1. Nature des effluents issus de l'activité laitière ou fromagère

Les effluents issus de l'activité laitière ou fromagère sont constitués d'un mélange d'eaux usées, provenant des différents postes d'activité du site (voir Figure 1).

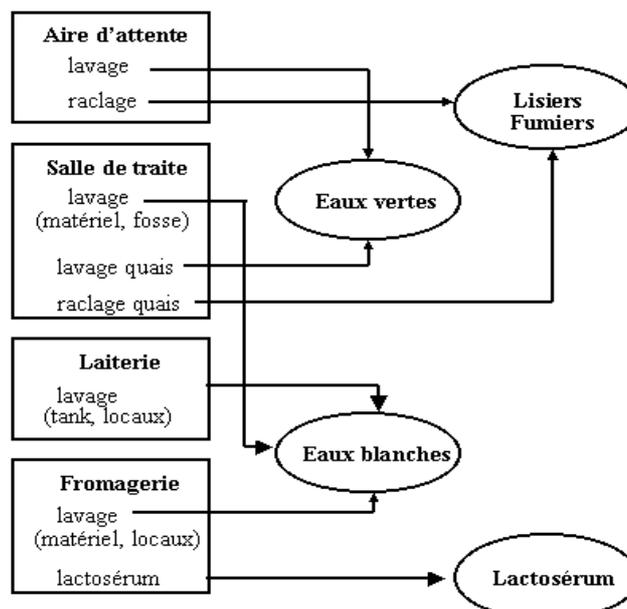


Figure 1. Schéma relatif à la classification des rejets issus des industries laitières, d'après Tormo (1995) (cité par Chachuat, 1998)

#### 4.1.1.1.1. Les Eaux Blanches (EB)

Les eaux blanches proviennent du nettoyage des équipements de traite en contact direct avec le lait. Il peut s'agir soit du lavage des équipements relatifs à la collecte du lait (machine à traire, cuve de réfrigération du lait), soit du lavage du matériel et des locaux mobilisés par l'activité fromagère. Des rejets accidentels de lait peuvent survenir. L'essentielle de la charge polluante provient du volume résiduel de lait présent dans les canalisations des installations avant le nettoyage de ces dernières

#### 4.1.1.1.2. Les Eaux Vertes (EV)

Les eaux vertes sont les effluents issus du lavage du sol et des murs de la salle de traite. Il peut s'y ajouter les eaux de nettoyage d'une partie de l'aire d'attente, souillée pendant la traite par les déjections des animaux.

#### 4.1.1.1.3. Le lactosérum

Le lactosérum est un résidu des processus de transformation du lait en fromage. Compte tenu de sa concentration élevée en DCO ( $\approx 7 \text{ g DCO.L}^{-1}$ ), il représente la majeure partie de la charge polluante émise (80 à 85%). Les grandes entreprises fromagères sont équipées pour valoriser le lactosérum qui contient le tiers de la matière grasse utile du lait, en produits divers (concentrés, poudres, fromages). Ces technologies ne sont toutefois rentables que pour des quantités importantes de lactosérum, dont le recyclage dans l'alimentation animale reste la valorisation la plus répandue pour les fromageries fermières (Sabalçagaray, 2001). Une enquête menée par le Centre Fromager de Carmejane dans la région PACA (Tormo, 1995) révèle que 45% des exploitants traitent le lactosérum conjointement aux eaux blanches. Une étude similaire présentée par la Station Expérimentale Caprine du Pradel (Lefrileux, 1991) montre que le lactosérum n'est, en général, ni collecté ni traité séparément des autres effluents produits, dans les exploitations de petites tailles (effectifs inférieurs à cent têtes).

En outre, le recyclage alimentaire pose des problèmes spécifiques :

- soit sanitaires pour les élevages caprins (la majorité du cheptel français étant touché par le virus de l'arthrite encéphalique caprine dont on retrouve l'ARN dans le lactosérum).
- soit techniques et humains : la consommation du lactosérum par des ruminants n'est pas d'usage commun ni aisé (mise en place de systèmes de distribution plus ou moins automatisés des lactosérums seuls ou en mélange avec de l'eau d'abreuvement) ; la surveillance (vérification d'une bonne répartition parmi les animaux consommateurs) ainsi que la maintenance (nettoyage régulier des équipements) génèrent de fortes contraintes d'exploitation (Sabalçagaray, 2001).

#### **4.1.1.2. Pollution induite**

Une étude réalisée par l'Institut de l'Élevage (Houdoy et al., 1996, cité par Chachuat, 1998) montre qu'il existe peu de différences entre les EB issues d'exploitations bovines et ovines. Une enquête réalisée auprès d'élevages caprins donne des caractéristiques semblables pour de telles EB. Qu'elle soit issue d'activités laitières ou fromagères, la composition des eaux blanches varie peu. D'une façon générale, la pollution induite est essentiellement de nature organique avec des DCO brutes moyennes comprises entre 2 et 6  $\text{g.L}^{-1}$  et des fractions dissoutes importantes. L'effluent présente un rapport DCO/DBO<sub>5</sub> faible (proche de 2), signe d'une bonne biodégradabilité. Les MES présentes sont majoritairement constituées de matières grasses, ainsi, la charge organique des MES est relativement importante, proche de 2.5  $\text{g DCO.g MES}^{-1}$  ( $(\text{DCO}_b - \text{DCO}_f) / \text{MES}$ ). Les nutriments sont présents en faibles quantités en comparaison des composés organiques.

Dans le cas des fromageries, la concentration des rejets est essentiellement tributaire de la récupération du lactosérum. S'il n'est pas récupéré, les EB issues de la fromagerie peuvent atteindre des concentrations de 20 g DCO.L<sup>-1</sup>.

Le mélange EV-EB conserve les caractéristiques globales des EB. La pollution reste essentiellement sous forme organique, et sa biodégradabilité importante. Seules la nature et la quantité des MES diffèrent. S'ajoutent aux matières grasses des EB, des particules solides facilement décantables présentes dans les EV. En pratique, la concentration des EV dépend grandement des conditions d'exploitation, du soin apporté au raclage des surfaces souillées par les déjections, et de la quantité d'eau utilisées pour le nettoyage.

#### 4.1.1.2.1. Activité laitière

Le suivi de 7 exploitations (5 bovines et 2 exploitations ovines) réalisé par Houdoy et al. [1996] a permis d'estimer les charges polluantes rejetées pour les eaux blanches (Tableau 1). Celles-ci sont très variables, probablement à cause des différents types de machines à traire et cuves de réfrigération installées ainsi que des différentes pratiques des éleveurs concernant la purge des quantités résiduelles de lait dans ces équipements avant le lancement des opérations de lavage. Le faible nombre d'exploitations suivies ainsi qu'une description insuffisamment précise du matériel et des pratiques ne permet pas d'établir de relations pertinentes pour caractériser l'origine des variations constatées. Des flux par tête de bétail sont donc présentés ici à titre indicatif. La charge journalière par brebis est cependant très inférieure à celle observée pour les élevages bovins en raison des effectifs en jeu supérieurs et du volume résiduel de lait vraisemblablement peu différent d'un type d'installation à l'autre.

Tableau 1. Charges journalières moyennes produites par tête de bétail sur 5 exploitations bovines et 2 exploitations ovines

Sites expérimentaux	Elevages bovins					Elevages ovins	
	Iviers (02)	Frolois (21)	Trévareze (29)	Theix (56)	St Martin (14)	Chanac (48)	Ste Eulalie (12)
Nombres de têtes	42	45	120	39	75	212	605
Charges globales apportées par les EB [gDGO.j <sup>-1</sup> ]	446	1558	1355	1042	844	423	1512
Charges polluantes par animal [gDGO.j <sup>-1</sup> ]	10,6	34,6	11,3	26,7	11,3	2,0	2,5

La DGO est la Demande Globale en Oxygène,  $DGO = DCO_d + 4.57 * N - NK$ . La  $DCO_d$  est la demande chimique en oxygène générée par la fraction dissoute de la pollution.

#### 4.1.1.2.2. Activité fromagère

D'une manière générale, les charges émises par litre de lait traité par les fromageries de petite taille sont sensiblement supérieures à celles des installations de plus grande taille. Comme dans le cas des concentrations, les charges polluantes générées sont très dépendantes de la récupération du lactosérum.

Suite à une enquête réalisée auprès de 13 exploitations de la Drôme et de l'Ardèche par la station expérimentale caprine du Pradel (07) (Lefrileux, 1991), des charges moyennes ont pu être estimées. Les fourchettes assez larges s'expliquent par la présence d'exploitations traitant les sérums séparément ou non (Tableau 2).

Tableau 2 Charges polluantes moyennes produites par la transformation d'un litre de lait en fromage

	DCO [g/j]	DBO <sub>5</sub> [g/j]	MES [g/j]	Azote [g/j]
Valeurs moyennes	<b>10,7</b>	<b>6,2</b>	<b>1,9</b>	<b>0,17</b>
Fluctuations	± 2,1	± 5,4	± 0,85	± 0,06

Sabalçagaray (2001) indique des charges polluantes en moyenne annuelle de l'ordre de 50 EH pour un élevage de 50 chèvres. Au pic de lactation, dans les élevages où les mises bas sont groupées, ce chiffre est à doubler.

Il existe une grande variabilité de compositions et de volumes entre les différentes exploitations produisant des effluents laitiers et fromagers. Cette disparité ainsi que les variations saisonnières souvent observées rendent difficile la comparaison d'un site à l'autre. Le dimensionnement d'éventuelles filières de traitement s'en trouvera notablement compliqué.

#### 4.1.2. PROCÉDES ACTUELLEMENT UTILISÉS POUR LE TRAITEMENT DES EFFLUENTS CONCENTRÉS

Le caractère souvent saisonnier de l'activité ne permet pas toujours d'envisager le traitement conjoint des rejets agroalimentaires et des eaux usées domestiques dans une même station de traitement. La surcharge à traiter entraînerait le surdimensionnement de l'ouvrage pour la majeure partie de l'année. De plus, l'augmentation de la concentration du mélange eaux usées domestiques/effluents est génératrice de dysfonctionnements de certaines filières de traitement des eaux usées en milieu rural (Chachuat 1998). Le risque de dysfonctionnement lié à des « pertes » accidentelles de lait non commercialisable (laits mammiteux, par exemple) peut également être signalé. Le traitement *in situ* des rejets, s'il est économiquement viable, pourrait à l'avenir se développer.

Cinq catégories de procédés biologiques sont disponibles pour le traitement des effluents agro-industriels :

- Les procédés de traitement par cultures libres (boues activées ou lagunage aéré).
- Les filières de traitement par cultures fixées sur supports grossiers (lits bactériens et disques biologiques).
- Les procédés en cultures fixées sur supports fins (infiltration-percolation, filtres plantés de roseaux).
- Les procédés anaérobies.
- La valorisation agricole par épandage sur sol des effluents.

##### **4.1.2.1. Les cultures libres**

Les procédés utilisant des cultures libres (les filières boues activées et lagunage aéré) présentent d'excellents rendements d'épuration. Cependant, les coûts d'investissement et de fonctionnement qu'ils génèrent ne sont supportables ni économiquement, ni techniquement par de petits exploitants. Une estimation des coûts d'investissement et de fonctionnement est présentée dans le FNDAE n°22, ils s'élèvent pour le lagunage aéré (filière la moins coûteuse des deux précitées) respectivement à environ 81300 €<sup>2</sup> et 3950 € par an pour une station recevant une charge de 400EH. Ce type de filière n'est envisageable que dans le cas d'exploitation de grande taille, dont la charge polluante est au moins équivalente à celle d'une commune de plusieurs centaines d'habitants (soit des exploitations bovines de plus d'un

<sup>2</sup> Cette estimation (comme toutes celles qui suivront) est réalisée sur des stations traitant des eaux usées domestiques. Les coûts d'investissement sont donnés à titre indicatif, ils sont susceptibles de beaucoup varier d'une région à l'autre

millier de têtes si l'on ne comptabilise que les charges générées par les eaux blanches et vertes).

#### **4.1.2.2. Les cultures fixées sur supports grossiers**

Les procédés à cultures fixées sur supports grossiers présentent également des coûts importants tant en investissement qu'en fonctionnement (aération active du massif, gestion des boues après clarification). Toujours pour traiter une charge de 400EH, le coût d'investissement d'un lit bactérien est de 100000 € pour un coût annuel de fonctionnement estimé à 4700 € (FNDAE n°22).

#### **4.1.2.3. Les cultures fixées sur supports fins**

Les procédés d'épuration par cultures fixées sur supports fins sont des procédés reproduisant les propriétés épuratoires des sols (Agence de l'Eau, 1993). Leur spécificité réside dans l'absence de production de boues. Ces techniques consistent à infiltrer les effluents dans des massifs de matériaux rapportés, du sable en général, qui servent de support au développement de la biomasse épuratrice. En raison de leur relative simplicité de mise en œuvre et de gestion, des filtres plantés de roseaux sont utilisés pour le traitement des eaux blanches (sans lactosérum) (Tanner et Sukias 1995). Toutefois, à l'échelle d'une exploitation agricole, le coût d'investissement n'est souvent supportable que grâce à la solution d'une mise en œuvre partiellement réalisée en auto-construction.

#### **4.1.2.4. Le stockage épandage**

L'épandage constitue l'alternative la plus avantageuse pour des charges polluantes inférieures à quelques centaines d'équivalent habitants, c'est une technique privilégiée pour l'épuration des eaux usées des industries agroalimentaires. Il consiste à stocker les effluents pendant une durée suffisante (4 à 8 mois) pour permettre de réaliser l'épandage de ces produits durant les périodes optimales d'un point de vue agronomique et environnemental. Cependant, les conditions hydrologiques et pédologiques, ainsi que les surfaces disponibles, ne permettent pas toujours d'avoir recours au traitement par épandage. De plus l'effluent présente une très faible valeur fertilisante.

#### **4.1.2.5. Les procédés anaérobies**

Les procédés anaérobies sont particulièrement adaptés au traitement des effluents concentrés industriels (Henze et al., 1996) mais ils sont surtout envisagés comme des prétraitements, la qualité du rejet étant souvent moyenne et incompatible avec un rejet direct dans le milieu naturel. L'utilisation de telles filières pour le traitement de lactosérums est signalée par Yilmazer et Yenigün (1999) à l'état de pilote. Les rendements obtenus sont de l'ordre de 95% en DCO. Il n'est mentionné aucune information sur la taille des exploitations susceptibles d'être intéressées par ce type de filière.

## **4.2. Les cultures fixées sur supports fins**

Le but de ce travail est l'adaptation des procédés d'épuration à cultures fixées sur supports fins (CFSF) pour le traitement d'effluents concentrés. La relative simplicité d'utilisation et de maintenance dont bénéficie ce type de procédé, alliée aux bonnes performances qu'il présente en termes de traitement de la pollution organique, rend attrayante l'idée d'élargir leur capacité aux effluents plus concentrés. En effet, telles qu'elles sont utilisées actuellement, les CFSF sont principalement consacrées au traitement des eaux usées domestiques. Le Tableau 3 regroupe les critères de dimensionnement de ces filières.

Tableau 3. Bases de dimensionnement de filières à cultures fixées sur supports fins  
(d'après FNDAE 22, 1998)

	prétraitements	Domaine d'application conseillé	Charges surfacique appliquées
Infiltration percolation	Dégrillage, décanteur digesteur, stockage	200 à 1000EH	Hydraulique 10.0 cm j <sup>-1</sup> Organique 25g DBO <sub>5</sub> .m <sup>-2</sup> .j <sup>-1</sup>
Filtres plantés de roseaux	Dégrillage, stockage	50 à 1000EH	Hydraulique 7.5 cm j <sup>-1</sup> Organique 25g DBO <sub>5</sub> .m <sup>-2</sup> .j <sup>-1</sup>

En traitement d'effluents concentrés, les charges à traiter sont de l'ordre de la centaine d'EH en ce qui concerne la charge organique, les volumes sont de l'ordre du m<sup>3</sup>. L'utilisation en l'état des filières existantes conduirait à des problèmes de répartition de l'influent sur la surface d'infiltration. En effet à surface équivalente, les volumes envoyés sur un filtre seraient 10 fois moindres que pour les eaux usées domestiques. De plus, il est probable que la plage d'infiltration des filtres constitués de sable, colmaterait rapidement ; le développement bactérien à ces concentrations étant supposé bien supérieur.

#### 4.2.1. GENERALITES ET PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.

##### **4.2.1.1.Mécanismes épuratoires**

L'épuration par CFSF consiste à faire circuler l'effluent à travers un massif granulaire sur lequel s'est développée la biomasse épuratrice. Deux types de mécanisme sont mis en jeu :

- Mécanismes physiques
- Mécanismes biologiques

Les mécanismes chimiques de précipitation-dissolution et d'échange d'ions peuvent également être mentionnés. Rice (1971) cité par Guilloteau (1992) établit que seuls les sols de faible perméabilité sont potentiellement concernés par le colmatage chimique, écartant de cette manière tout risque pour des filtres à granulométrie grossière.

#### 4.2.1.1.1. Mécanismes physiques

Les MES grossières sont retenues à la surface du filtre par action purement mécanique. Les particules plus fines sont retenues par blocage entre les pores, interception et fixation sur les grains, ou encore interactions chimiques de type Van der Waals (Schmitt 1989)(Figure 2). Des réflexions théoriques appliquées aux supports granulaires montrent que la sédimentation est le mécanisme privilégié d'élimination des particules en suspension (Chachuat, 1998). La filtration s'avère particulièrement efficace, Thomas (1996) obtient l'élimination quasi totale de la pollution particulaire pour un effluent de fromagerie de plus de 1.2g de MES.L<sup>-1</sup> après quatre passages sur 80cm de filtre à pouzzolane.

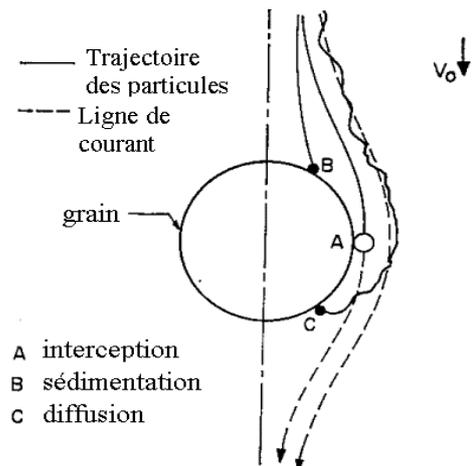


Figure 2. Principaux mécanismes de rétention de particule par filtration (Yao et al., 1971)

#### 4.2.1.1.2. Mécanismes biologiques

La biomasse qui se développe sur le support granulaire sous forme de biofilm est à la base de l'épuration par cultures fixées. L'épuration biologique aérobie se divise schématiquement en deux phases :

- Une phase rapide d'adsorption et d'accumulation des composés sous forme de réserves.
- Une phase plus lente de minéralisation et d'excrétion des composés minéraux. C'est durant cette phase qu'a lieu la majeure partie de la consommation d'oxygène.

On peut rajouter à ces deux phases, une étape de dégradation préalable et extracellulaire de la Matière Organique (MO) présente sous forme de macromolécules non directement assimilables, grâce à l'excrétion d'exoenzymes.

Pour garantir une bonne épuration biologique, deux points fondamentaux apparaissent dans le fonctionnement des filtres (Guilloteau 1992) :

- L'hydraulique : l'effluent doit pénétrer dans le massif et avoir un temps de contact suffisant avec la biomasse épuratrice pour garantir une bonne dégradation de la pollution organique.
- L'aération : l'oxygène doit pouvoir pénétrer à l'intérieur du massif et subvenir aux besoins des microorganismes aérobies responsables de la dégradation de la pollution.

#### 4.2.1.1.3. Fonctionnement

Afin, notamment, de répondre au second point précité, les CFSF fonctionnent selon le principe de l'alternance. Aux phases d'alimentation des filtres, succèdent des phases de repos d'une durée au moins égale (le double est préconisé), ce qui engendre la contrainte d'un fonctionnement sur deux, voire trois lits d'infiltration en parallèle. Durant la phase de repos, le stock d'oxygène du massif filtrant se reconstitue.

L'alternance permet également la gestion de la croissance biologique. Comme tous les procédés biologiques, l'oxydation de la MO s'accompagne d'un développement bactérien. Si cette production de boue n'est pas équilibrée par des processus régulateurs, elle provoque le colmatage du filtre. En phase de repos, l'absence d'apport de nourriture provoque l'autorégulation de la biomasse par respiration endogène. Les conditions d'infiltration au sein du massif sont ainsi préservées. Une bonne gestion de l'alternance alimentation repos doit permettre d'éviter le colmatage.

Lors des phases d'alimentation, la distribution des eaux usées à la surface des filtres s'effectue par bâchée. L'eau usée est stockée en amont du filtre et envoyée sur le filtre à fort débit ce qui permet une bonne répartition de l'influent. De plus ce fractionnement de l'alimentation permet d'augmenter les apports convectifs d'oxygène à l'intérieur du massif.

#### 4.2.2. TENTATIVE D'ADAPTATION AU TRAITEMENT D'EFFLUENTS CONCENTRES :

L'applicabilité des cultures fixées sur supports fins au traitement d'effluents plus concentrés a fait l'objet de plusieurs études. Le fonctionnement de ces filières se heurte alors à deux problèmes majeurs, la disponibilité en oxygène et le colmatage.

Gnagne (1996) en étudiant l'infiltration-percolation sur sable d'effluents d'abattoir ( $6\text{g DGO.L}^{-1}$ ) montre, qu'en conditions climatiques favorables, les charges hydrauliques traitables ne dépassent guère  $2\text{cm.j}^{-1}$ , ce qui ne va pas sans générer des difficultés pour obtenir une répartition homogène sur la plage d'infiltration. La croissance du biofilm provoque le comblement de la porosité des couches supérieures du massif filtrant. Les possibilités d'aération du massif par diffusion gazeuse sont alors drastiquement réduites. Lors d'essais de laboratoire, des dispositifs d'aération latérale qui maintiennent l'oxygénation du massif malgré le colmatage de la plage d'infiltration, permettent l'application d'une charge deux fois et demi supérieure.

Pour s'affranchir des limites liées à l'oxygénation naturelle des massifs et augmenter les charges appliquées, Schmitt (1989) étudie des dispositifs ventilés artificiellement. La création d'une dépression de quelques dizaines de centimètres à la base des filtres, permet l'apport journalier de dizaines de kilogrammes d'oxygène supplémentaires par mètre carré de massifs, quantités suffisantes pour assurer l'épuration d'eaux usées à forte charge. Des abattements en DCO de l'ordre de 90% sont rapportés avec des vinasses de lies de concentrations variant entre 4 et  $8\text{gDCO.L}^{-1}$ , appliquées à raison de  $1,1\text{kgDGO.m}^{-2}$  par jour moyen. Plus encore, avec des effluents du type vinasses de vin, qui présentent des DCO comprises entre 20 et  $30\text{g.L}^{-1}$ , appliqués à raison de  $1,5\text{kgDGO.m}^{-2}\text{.j}^{-1}$  (en jours moyens), les rendements épuratoires dépassent 95%.

Lahav et al. (2001) étudient également un système permettant une meilleure aération des massifs, mais dans le but d'améliorer le traitement de la pollution azotée cette fois. Ce système, qui repose sur l'utilisation d'une pompe passive qui augmente les échanges convectifs entre massif et atmosphère peut tout de même être cité ici.

Sun et al. (1999) étudient un système permettant de s'affranchir des problèmes de répartition homogène de l'effluent sur la surface du filtre, tout en augmentant l'oxygénation du massif (Figure 3). Leur pilote consiste en deux lits de gravier alimentés durant trois jours puis laissés au repos durant trois jours. L'alimentation se fait en noyant le massif, l'ouverture de l'exutoire du filtre fermé lors de l'alimentation, étant sous le contrôle d'un siphon. Le filtre ne se vide que lorsqu'une hauteur d'eau donnée est atteinte. Le ressuyage du filtre fait « effet piston » et provoque un apport d'oxygène au sein du massif. En six jours, les filtres reçoivent une charge de  $285\text{g DCO m}^{-2}\text{.j}^{-1}$ , la DCO moyenne de l'effluent en sortie est de  $0.58\text{g.L}^{-1}$ .

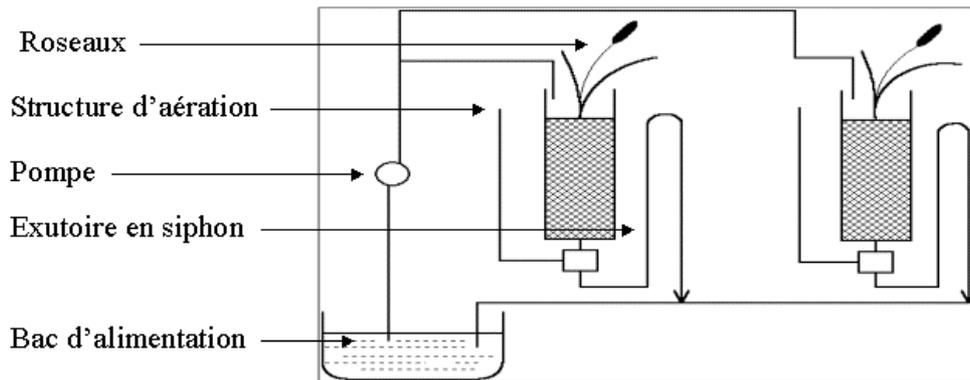


Figure 3. Pilote permettant le traitement de charge organique élevée (Sun et al., 1999)

Une autre voie d'adaptation consiste en l'augmentation de la granulométrie du matériau support utilisé. Des résultats encourageants ont été obtenus :

- Payrastre (1996) obtient en infiltrant  $100 \text{ gDGO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$  de matières de vidange des abattements supérieurs à 99,5% en DCO et 99,8% en  $\text{N-NH}_4^+$ , sans recyclage
- Thomas (1996) signale des rendements en DCO supérieurs à 90% sur des effluents de fromagerie concentrés à plus de  $10 \text{ gDCO.L}^{-1}$ , appliqués à raison de  $500 \text{ gDGO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$  sur des filtres de pouzzolane, selon un cycle qui prévoit 4 passages par jour
- Rideau (1996) mentionne le comportement chimiquement et biologiquement stable d'une colonne de gravier alimentée avec un effluent reconstitué de concentration  $10 \text{ gDCO.L}^{-1}$  et  $1 \text{ gN-NH}_4^+/\text{l}$  à raison de  $300 \text{ gDGO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$  ; des rendements de 90% sur la DCO et 73% sur l'azote ammoniacal sont obtenus suite à 5 recyclages quotidiens.

### 4.3. Le milieu poreux

#### 4.3.1. CARACTERISTIQUES

L'infiltration-percolation fonctionne selon les propriétés épuratrices des sols. Mais le support de l'épuration est alors un matériau granulaire rapporté, le sable étant le matériau le plus communément utilisé. On caractérise le milieu granulaire selon sa texture, dont dépendent la dimension des pores, leur distribution, la perméabilité et les capacités d'aération du massif (Guellaf, 1999). La texture repose sur la répartition des particules en fonction de leur géométrie, c'est à dire, la granulométrie.

La forme des grains conditionne leur agencement et ainsi, influence la dimension des pores et le comportement hydraulique du massif. La densité joue également un rôle sur la porosité en influant la compacité des massifs.

En conditions insaturées, le milieu poreux se caractérise par la juxtaposition de 3 phases (Figure 4). La colonisation du massif ajoute une quatrième phase, le biofilm.

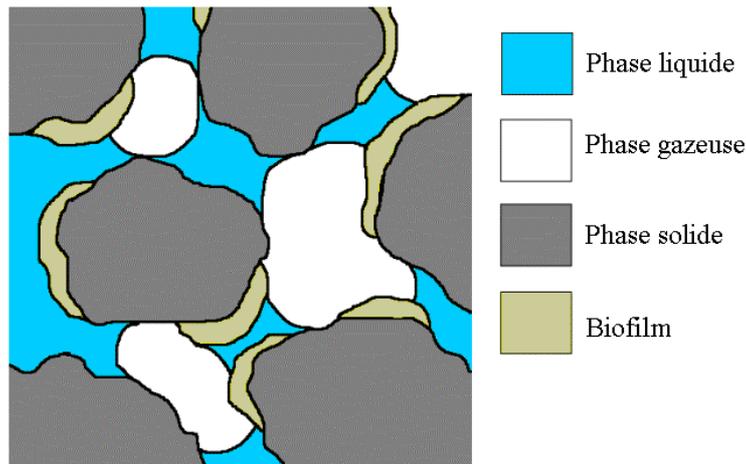


Figure 4. Illustration des quatre phases constitutives d'un milieu poreux non saturé colonisé.

A l'exception du support supposé inerte, le biofilm, la phase liquide et la phase gazeuse sont continuellement en interaction et la configuration qu'occupe chaque phase évolue en permanence (Chachuat, 1998).

#### 4.3.2. ECOULEMENT

##### 4.3.2.1. L'eau dans le milieu poreux

On distingue classiquement 3 types d'eau au sein des milieux poreux :

- L'eau gravitaire (libre, mobile) circule dans la macroporosité sous l'action de la pesanteur. Son écoulement peut être lent ou rapide selon l'humidité du massif.
- L'eau de rétention reste dans le sol après drainage de l'eau gravitaire
- L'eau de constitution qui rentre dans la composition chimique de la matrice n'est en principe ni échangeable, ni mobilisable.

Le biofilm se comporte comme une phase liquide immobile (Séguret, 1998) qui s'ajoute à l'eau stagnante.

##### 4.3.2.2. Ecoulement en conditions insaturées

En conditions insaturées, l'eau n'occupe qu'une partie des vides, une fraction s'écoule tandis qu'une fraction reste liée au support par capillarité. Le déplacement de la fraction mobile résulte des variations de son potentiel total  $H$  (ou charge hydraulique). Ce potentiel se compose notamment du potentiel gravitationnel  $H_g$ , déterminé par rapport à un niveau de référence et correspondant à l'énergie nécessaire pour élever une masse d'eau au-dessus de ce niveau. S'ajoute au potentiel  $H_g$ , le potentiel de pression  $H_p$  résultant de l'action des forces de capillarité et des forces d'adsorption. La référence retenue est la pression atmosphérique. Pour les milieux insaturés ce potentiel négatif est appelé suction.

$$H = H_g + H_p$$

*Equation 4.3-1*

L'eau se déplace des points où son énergie est la plus élevée vers les points où son énergie est la plus basse. Son transfert est régi par les phénomènes de convection et de dispersion. La loi de Darcy relie le déplacement de l'eau au gradient de charge hydraulique. La différence

fondamentale avec l'écoulement en milieu saturé réside dans le fait que la conductivité hydraulique  $K$  dépend ici de la teneur en eau  $\theta$ .

$$q = -K(\theta) \frac{\partial H}{\partial z} \quad \text{Equation 4.3-2}$$

Le développement du biofilm modifie la perméabilité du milieu, à la fois en agissant sur la porosité et sur l'humidité du massif.

#### 4.3.2.3. Transfert de solutés

Avant d'être assimilée et dégradée, la pollution présente dans l'effluent sous forme dissoute doit « atteindre » le biofilm. Pour cela, le substrat doit traverser une couche limite, zone de transition entre écoulement en film liquide et le biofilm (Chachuat, 1998). Le biofilm échange lentement du substrat avec l'écoulement principal. Le flux échangé dépend du gradient de concentration qui s'établit au sein du biofilm (Séguret, 1998).

#### 4.3.3. DISPONIBILITE EN OXYGENE

Les filières à cultures fixées sur supports fins sont des procédés d'épuration essentiellement aérobies. A ce titre, la disponibilité en oxygène est un facteur important de leur fonctionnement.

Trois mécanismes sont susceptibles d'apporter de l'oxygène dans le massif filtrant (Schmitt, 1989) :

- L'apport par dilution dans l'eau : il est grossièrement limité à 10 mg d'O<sub>2</sub> par litre de percolat et peut être considéré comme négligeable. En effet, le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau est dix mille fois plus faible que dans l'air (Bect, 2000)
- L'apport convectif lié aux mouvements d'air dans le sol : il est généré par les variations du stock d'eau dans le filtre. Les apports sont maximaux lorsqu'un volume de percolat est totalement remplacé par un volume d'air.
- L'apport diffusif lié au gradient de concentration d'oxygène entre l'atmosphère et le massif, créé par la consommation bactérienne.

La part relative jouée par ces deux mécanismes d'échange gazeux n'est pas arrêtée. L'apport convectif est parfois négligé devant l'apport diffusif (Chachuat, 1998 ; Gnagne, 1996). Lefèvre (1998) quant à elle, néglige les apports par diffusion au profit de la convection.

#### 4.3.3.1. La diffusivité

Le transfert d'oxygène par diffusion en milieux poreux s'exprime, comme dans l'atmosphère, grâce à la loi de Fick. Le coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'air  $D_0$  est alors remplacé par un coefficient de diffusion de l'oxygène dans le milieu poreux  $D$ .

$$J = -D \cdot \frac{\partial C}{\partial z} \quad \text{Equation 4.3-3}$$

$J$	flux diffusif d'oxygène par unité de surface [M.L <sup>-2</sup> .T <sup>-1</sup> ]
$D$	coefficient de diffusion de l'oxygène dans le milieu poreux [L <sup>2</sup> .T <sup>-1</sup> ]
$C$	concentration d'oxygène dans la phase gazeuse [M.L <sup>-3</sup> ]

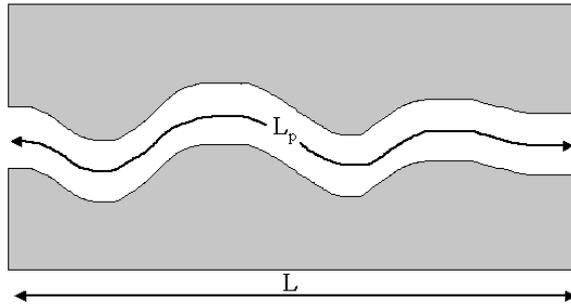
Il n'existe pas de loi générale permettant d'obtenir la valeur du coefficient de diffusion  $D$ . De nombreux auteurs donnent, selon les conditions expérimentales qu'ils ont rencontrées, des fonctions empiriques permettant d'estimer le coefficient de diffusivité à partir des

caractéristiques du milieu poreux (Xu et al.,1992). La diffusivité est le rapport  $Q$  entre le coefficient de diffusion d'un gaz dans le milieu poreux et dans l'air.

$$Q = \frac{D}{D_0} \quad \text{Equation 4.3-4}$$

$Q$  est fonction de différents paramètres du milieu, plus ou moins mesurables :

- La porosité.
- L'humidité.
- La tortuosité.
- La constrictivité.



La tortuosité est le rapport entre la longueur réelle  $L_p$  d'un pore et la longueur de l'élément du milieu poreux considéré  $L$ .

La constrictivité caractérise les variations de diamètre du pore.

Figure 5. Représentation de la tortuosité d'un pore

La plupart de ces fonctions ne tiennent compte que de la porosité et de l'humidité par l'intermédiaire d'un seul facteur, la porosité libre à l'air. On peut citer ici les deux fonctions les plus usitées dans l'étude des sols (Jin et Jury, 1996) qui sont :

La fonction de Penman (1940)

$$Q = 0.66\phi_a \quad \text{Equation 4.3-5}$$

La fonction de Millington-Quirk (1960)

$$Q = \frac{\phi_a^{10/3}}{\phi^2} \quad \text{Equation 4.3-6}$$

$\phi$  porosité totale du milieu [ad.]

$\phi_a$  porosité libre à l'air [ad.]

#### 4.3.3.2. Transfert d'oxygène vers le biofilm

Pour la plupart des auteurs, la disponibilité de l'oxygène pour le biofilm passe, comme pour les solutés, par le franchissement de la phase liquide stagnante.

Eckenfelder (1982) décompose le transfert de l'oxygène depuis la phase gazeuse vers la phase liquide en trois étapes :

- Une étape très rapide de transfert de l'oxygène à la surface du liquide
- Le franchissement de l'interface liquide-gaz ; il est admis que cette étape peut être représentée par la diffusion moléculaire à travers une fine épaisseur de liquide (de l'ordre de quelques molécules d'eau)(Chachuat, 1998).
- Le transfert de l'oxygène dans la masse du liquide par diffusion et convection.

Le franchissement de l'interface liquide-gaz est désigné comme l'étape limite du processus (Roques, 1979).

Suite au franchissement de la phase stagnante, l'oxygène peut alors pénétrer dans le biofilm. La Figure 6 représente les différents flux d'oxygène existant à l'intérieur du massif filtrant.

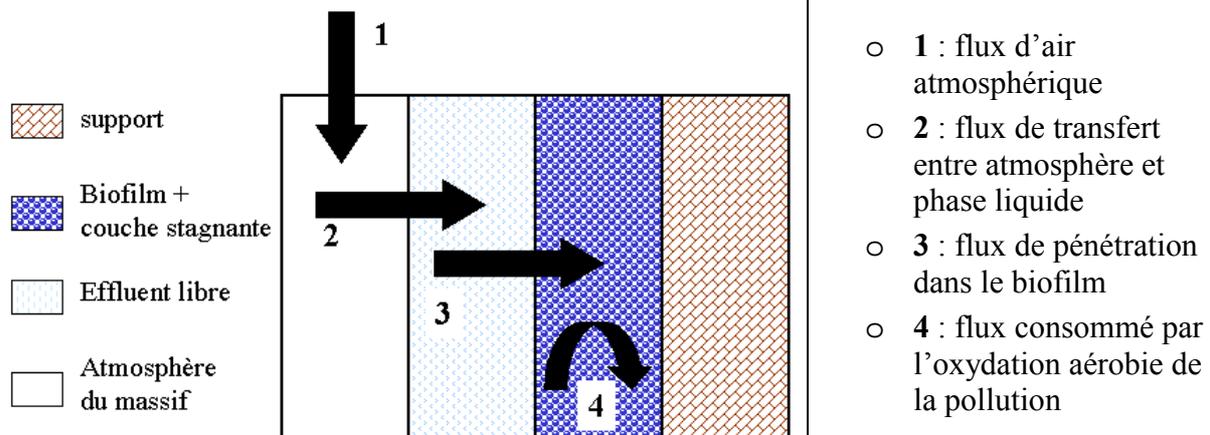


Figure 6. Schématisation des différents flux d'oxygène entre air atmosphérique et biofilm (d'après Cherier, 1991)

Zhu et al. (2000) montrent qu'en cas de non-continuité de la phase liquide stagnante le transfert direct de l'oxygène de la phase gazeuse au biofilm est possible. La pénétration de l'oxygène dans le biofilm ne serait alors plus limitée par la phase aqueuse. Ces observations sont réalisées avec un biofilm développé au sein d'un lit bactérien utilisé pour le traitement de gaz (composés organiques volatiles) c'est à dire, en milieu insaturé, comme c'est le cas en infiltration-percolation. Cependant, en infiltration-percolation, l'humidité est sans doute supérieure à celle rencontrée dans ce type particulier de lit bactérien.

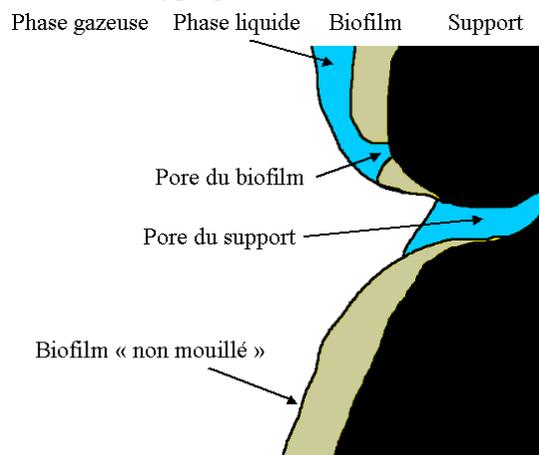


Figure 7. Représentation d'un biofilm non saturé (d'après Zhu et al., 2001)

La mesure du profil de concentration en oxygène dissous (OD) au sein du biofilm, à l'aide d'une micro-électrode, montre, en plus de la décroissance rapide de la concentration en OD avec l'augmentation de la profondeur, l'existence de zones profondes riches en OD. Ceci suggère l'existence de passages privilégiés de l'oxygène vers le biofilm, représentés sur la Figure 7 comme des pores du biofilm.

## 4.4. Les cultures fixées

### 4.4.1.1. Description du biofilm

Les biofilms sont essentiellement constitués des cellules microbiennes, d'exopolymères (exopolysaccharides) et d'eau. Les exopolymères peuvent représenter 50 à 90% du carbone organique présent dans le biofilm. Le biofilm peut donc être considéré comme un gel de

polymères à l'intérieur duquel se trouvent des microorganismes. Il présente une structure poreuse et très adsorbante (Christensen et Characklis, 1990). Les récents développements des techniques d'analyse et d'observation, ont permis de se rendre compte que le biofilm n'est pas un empilement régulier de cellules mais qu'il présente une grande hétérogénéité. La Figure 8 donne une représentation semble-t-il plus proche de la réalité de ce qu'est un biofilm : une accumulation d'amas cellulaires reliés entre eux par des fibrilles et parcourus par un réseau de canaux (Pierzo, 1996).

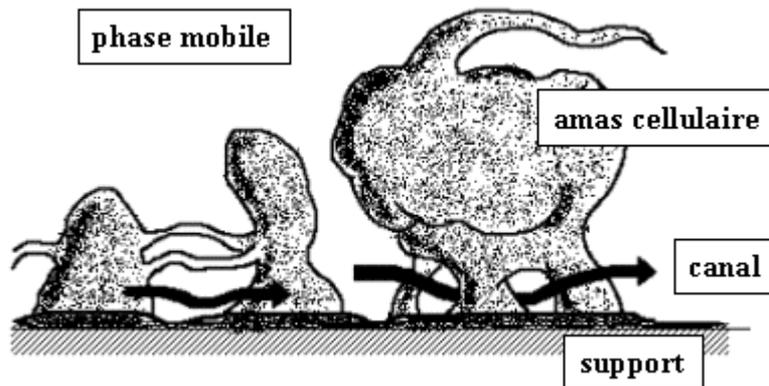


Figure 8. Représentation schématique du biofilm bactérien.

Représentation élaborée à partir des observations par microscopie laser confocale à balayage d'une large variété de biofilm (Costerton et al., 1995). Les flèches représentent le flux convectif à l'intérieur des canaux.

#### 4.4.1.2. Formation du biofilm

##### 4.4.1.2.1. Généralités

La plupart des interfaces solide-liquide (racines, canalisations, tube digestif, dents...) subissent une colonisation bactérienne sous la forme d'un biofilm. Cette capacité des bactéries à s'organiser sur une surface leur confère des avantages sur les populations planctoniques. La fixation garantit souvent une position stable à proximité d'une source de nourriture, une optimisation des transports de substrat vers le biofilm et des déchets vers l'extérieur (Criddle, 1991). Le biofilm ainsi formé est majoritairement constitué de deux composants : les microorganismes et des exopolymères (Christensen et Characklis, 1990). La formation du biofilm est un phénomène complexe se déroulant en plusieurs étapes influencées par des facteurs autant physico-chimiques que biologiques. Le nombre d'étapes présentées dans la littérature varie en fonction des auteurs et du niveau de détail auquel ils décrivent le phénomène. Quatre étapes majeures peuvent être retenues :

- Préconditionnement de la surface.
- Transport des cellules vers la surface.
- Adhésion.
- Croissance.

##### 4.4.1.2.2. Préconditionnement

Les molécules situées à la surface d'un solide, par leur position disposent d'un excès d'énergie qui les poussent à interagir avec les molécules dissemblables extérieures. Plongé dans un liquide, un solide acquiert une charge de surface soit par ionisation des molécules de surface, soit par adsorption d'ions (Crague, 1993, Annachhatre et Bhamidimarri, 1992). Dans

un délai très bref suite à l'exposition du solide au milieu aqueux, des macromolécules organiques sont adsorbées à sa surface.

#### 4.4.1.2.3. Transport

Le transport des cellules vers la surface s'effectue selon divers mécanismes et leurs combinaisons. Ce sont principalement les conditions hydrodynamiques qui régissent ce transport (Crague, 1993). En environnement calme, la gravité et la sédimentation jouent le plus grand rôle. En condition d'écoulements laminaires, la diffusion moléculaire devient le facteur prédominant. Les mouvements convectifs interviennent dans des conditions d'écoulements turbulents. La mobilité propre des cellules ne jouerait qu'un rôle plus réduit. Selon les auteurs elle n'interviendrait qu'à proximité des surfaces (Annachhatre et Bhamidimarri, 1992) ou seulement en environnement calme (Criddle, 1991). Les mouvements actifs d'une cellule sont motivés par chimiotaxie positive (vers une source de nourriture) ou négative (depuis une zone de présence d'une substance toxique).

#### 4.4.1.2.4. Adhésion

En milieu liquide, la surface des microorganismes ainsi que celle de la plupart des supports est chargée négativement (Annachhatre et Bhamidimarri, 1992). En première approximation, la théorie DLVO<sup>3</sup>, qui décrit les changements d'énergie libre d'interaction  $G_t$  en fonction de la distance séparant deux corps, peut être appliquée aux microorganismes en suspension. La

théorie DLVO suppose que la force totale d'interaction entre deux corps consiste en la somme de deux termes : les forces de Van der Waals et les interactions électrostatiques.

La Figure 9 représente les variations de  $G_t$  en fonction de la distance séparant la surface d'adhésion de la particule quand ces deux dernières ont une charge de même signe. La variation de  $G_t$  met en évidence l'existence d'une barrière d'énergie libre et d'un minimum à courte distance appelé minimum primaire. Un second minimum peut apparaître à grande distance, appelé minimum secondaire. Deux types théoriques de fixation sont alors possibles. Les cellules sont retenues au minimum secondaire de façon réversible, une fixation irréversible passant par le franchissement de la barrière d'énergie vers le minimum primaire (Crague, 1993). L'adhésion irréversible est liée à la production par les microorganismes de polymères extracellulaires qui jouent le rôle de ciment.

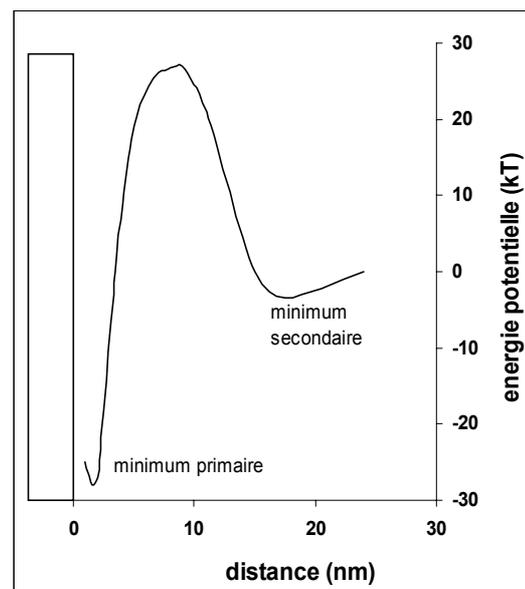


Figure 9. Variation de l'énergie libre d'interaction en fonction de la distance entre une particule sphérique et une surface d'adhésion (Annachhatre et Bhamidimarri, 1992)

#### 4.4.1.2.5. Croissance, colonisation

La colonisation a lieu par reproduction des cellules irréversiblement attachées. Le biofilm s'étend depuis des micro-colonies en formant un réseau de polymères (glycocalyx). Il est

<sup>3</sup> Théorie DLVO pour Drejaguin, Landau, Verway et Overbeck, (1941). Cette théorie décrit les mouvements de colloïdes.

alors possible de maintenir un micro-environnement à l'intérieur de cet enchevêtrement de polymères substantiellement différent des conditions environnantes.

#### 4.4.1.3. Facteurs d'influence sur la formation du biofilm

De nombreux facteurs cellulaires, de surface ou environnementaux sont cités dans la littérature comme ayant une influence sur l'adhésion microbienne. Le Tableau 4 regroupe les différents facteurs mis en évidence par différents auteurs (d'après Annachhatre et Bhamidimarri, 1992)

Tableau 4. Facteurs d'influence sur l'adhésion de biofilms

Influence sur l'adhésion microbienne	
<u>Facteurs cellulaires :</u>	
Hydrophobicité	augmente
Concentration	augmente
Espèce	espèce dépendante
<u>Conditions de surface :</u>	
Rugosité	augmente
Hydrophobicité	augmente
Surface spécifique	augmente ou sans effet
<u>Facteurs environnementaux :</u>	
Temps	augmente
Température	augmente

La présence de micro-crevasses et de rugosités permet semble-t-il, de favoriser l'adhésion initiale en protégeant des phénomènes de cisaillement hydraulique (Crague, 1993, Show et Tay, 1999). La température joue un rôle primordial dans le développement du biofilm, puisque pour des températures éloignées de l'optimum, la vitesse de multiplication des cellules est ralentie. Cela se traduit, au niveau du fonctionnement des lits bactériens par des démarrages plus lents et une accumulation importante de biosolides à des températures inférieures à 5°C. Les causes sont essentiellement biologiques, liées à la réduction de l'activité cellulaire et au ralentissement du broutage par la macrofaune (Crague, 1993).

On peut rajouter à ce tableau l'influence de l'hydrodynamique lors de la phase de transport (4.4.1.2.3).

#### 4.4.1.4. Intérêt des procédés utilisant les biofilms

Les procédés à cultures fixées possèdent des avantages par rapport aux procédés à cultures libres. Le glycocalyx qui entoure les microorganismes les protège des substances toxiques. L'hétérogénéité structurale du biofilm lui confère la possibilité d'abriter différents types de microorganismes dans différentes niches écologiques. Ainsi, une grande diversité d'organismes est permise et des bactéries non compétitives mais possédant des facultés spécifiques peuvent se développer (Bishop, 1997). Il a, par exemple, été prouvé que les bactéries nitrifiantes se développaient plus en profondeur au sein du biofilm, où l'oxygène est encore présent pour la nitrification, mais où elles n'entrent pas en compétition avec les souches hétérotrophes à croissance plus rapide.

#### 4.4.2. INFLUENCE SUR LE MILIEU

Le développement d'un film bactérien au sein du massif filtrant agit à deux niveaux sur les propriétés du milieu, au niveau de l'écoulement et des transferts gazeux. Cunningham (1991) montre que le développement d'un biofilm (*Pseudomonas aeruginosa*) sur un massif de billes

de verre ( $\varnothing$  1 mm) réduit sa porosité de 50% et sa perméabilité de plus de 90%. En travaillant avec des colonnes de sable, Taylor et Jaffé (1990) observent des réductions de perméabilité de trois ordres de grandeur suite au développement du biofilm. Le biofilm se comporte comme une zone humide stagnante (Séguret, 1998) supplémentaire et, de fait, en augmentant l'humidité du massif, il joue sur la perméabilité (Equation 4.3-2). En créant une zone d'échange supplémentaire de solutés avec l'écoulement principal, le développement bactérien modifie également le comportement hydrodynamique du filtre. En traçage en conditions saturées, cela se traduit par une augmentation de la traînée de la courbe de distribution des temps de séjour (DTS) obtenue et du temps de séjour moyen du traceur au sein du filtre.

Schwager et Boller (1997) observent une augmentation des temps de transport de traceur (NaBr) de près de 5 heures en comparant des résultats de traçages obtenus sur des filtres à sable vierge et colonisé. Ceci est attribué à la fois à la réduction de la porosité et à l'augmentation de la rétention d'eau dans l'horizon supérieur du massif, là où la biomasse se développe le plus.

L'augmentation de l'humidité du massif réduit la porosité libre à l'air et avec elle la diffusivité du milieu poreux (Equation 4.3-5 et Equation 4.3-6). Les échanges gazeux au sein du massif sont donc réduits.

#### 4.4.3. ACCUMULATION DE MATIERE ORGANIQUE, COLMATAGE

Les procédés à cultures fixées sur supports fins fonctionnent selon une alternance de phases d'alimentation et de repos. Au cours des périodes de repos, le biofilm non alimenté, régresse en partie, ce qui engendre en théorie une très faible production de boue. Ceci représente l'un des attraits importants de ce type de filières. Idéalement, la matière organique apportée par l'effluent est minéralisée par la biomasse qui, elle-même, se décompose durant les périodes de repos, par respiration endogène.

En pratique, les filtres sont le siège d'une accumulation de MO pouvant engendrer le colmatage. Différents facteurs contribuent à l'accumulation de « biosolides » en surface ou au sein des filtres. Les deux principales causes du colmatage des filtres, identifiées dans la littérature, sont la filtration des MES et la production excessive de boue au sein du massif. La seconde est évidemment liée à la charge organique appliquée.

##### **4.4.3.1. Accumulation de matière en suspension (colmatage physique)**

Le colmatage des filtres par accumulation de MES est le processus le plus souvent cité dans la littérature. Cela est sans doute dû au fait que la plupart des études mettent en jeu des matériaux filtrants relativement fins conduisant à une importante rétention des MES sur la surface d'infiltration.

Selon l'efficacité d'éventuels prétraitements, le filtre reçoit une quantité non négligeable de MES. Les plus grossières d'entre elles sont retenues en surface de filtre par des actions purement mécaniques, les particules plus fines sont retenues par blocage entre les pores, interception et fixation sur les grains (Chachuat, 1998). Elles s'accumulent sur la plage d'infiltration et forment à plus ou moins long terme une couche « colmatante » à perméabilité réduite.

Plus le matériau support est grossier, plus les MES pénétreront profondément. Le colmatage sera ainsi retardé mais plus épais (Lefèvre, 1988).

##### **4.4.3.2. Surproduction de boue (colmatage biologique)**

Le colmatage biologique est engendré par l'occupation de la porosité du matériau, par la biomasse et les sous produits issus du métabolisme bactérien. En théorie, la production de boue issue de la dégradation de la charge organique est compensée par la respiration endogène des bactéries durant les périodes de repos auxquelles sont soumis les filtres et le

broutage par les protozoaires. Si la production de boue devient supérieure au taux de décroissance de la biomasse ou si l'alternance des phases d'alimentation et de repos n'est pas correctement gérée, l'accumulation de boue peut survenir.

De plus, si des conditions anaérobies surviennent (même localement) le métabolisme microbien s'accompagne alors de la production de composés responsables de l'obstruction des pores (polysaccharides, dérivés d'acides uroniques et substances humiques) (Guilloteau, 1992, Siegrist et al., 1991). De tels composés sont très difficilement biodégradables (Lefèvre, 1988).

Nguyen (2000), en étudiant la composition de la MO accumulée au sein d'un filtre horizontal planté de roseaux en fonctionnement depuis 5 ans, estime à plus de 90 % la fraction de MO non biodégradable.

#### **4.4.3.3. Autres causes de colmatage**

D'autres causes de colmatages sont également citées par différents auteurs, elles sont souvent jugées plus marginales dans le contexte du traitement des eaux usées. Cependant, les mécanismes conduisant au colmatage étant encore mal connus, l'importance de ces facteurs est peut être sous-estimée. On peut citer, la précipitation chimique et la déposition de sels dissous dans l'espace poral, ainsi que la croissance de racines dans le cas des filtres plantés (Börner et al., 1998)

#### **4.4.3.4. Facteurs d'influences**

##### **4.4.3.4.1. Type de support**

Il semble évident que la taille du matériau support et sa distribution granulométrique influencent le phénomène de colmatage. Un matériau grossier supportera de fortes charges hydrauliques sans colmatage. L'accumulation de biosolides, responsables du colmatage des filtres, est moindre dans des granulométries grossières (Miller et al., 1994).

De plus, les capacités de ré-oxygénation des filtres sont supérieures avec des matériaux grossiers comparées à l'utilisation du sable (Platzer et Mauch, 1996) ; ainsi la respiration endogène pourrait être plus efficace, et la production de composés difficilement biodégradable moindre.

Il est nécessaire de trouver le bon compromis entre diffusion gazeuse et risque de colmatage d'un côté et qualité du traitement de l'autre. Une granulométrie trop grossière conduirait à une moindre surface de contact pollution-biofilm ainsi qu'un moindre temps de contact. Une production importante de MES serait également attendue.

##### **4.4.3.4.2. La charge en MES**

La concentration en matière en suspension de l'influent est évidemment un paramètre majeur du colmatage (colmatage physique). Peu d'informations sont disponibles dans la littérature concernant une charge maximale admissible. Une fourchette s'étalant de 8 à 20 gMES.m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup> est donnée mais elle correspond à des matériaux spécifiques de diverses expérimentations et ne peut être retenue comme repère (Bouwner et al., 1980).

##### **4.4.3.4.3. La charge organique**

La charge organique influence directement la production de boue au cœur du massif et, de fait, constitue un paramètre important responsable du colmatage des filtres. Dans le contexte de notre étude, l'utilisation d'effluent de synthèse dont la charge polluante est essentiellement sous forme dissoute, ce pourrait être le paramètre clé régissant le colmatage. Comme pour la charge en MES, peu d'informations sont disponibles pour la charge maximale admissible par

un filtre. Une grande variété de valeurs est trouvée dans la littérature allant de 5 gDCO.m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup> (Laak, 1986) à 80 gDCO.m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup> (Löffler, 1992).

#### 4.4.3.4.4. Stratégie d'alimentation

Les procédés à cultures fixées sur supports fins sont soumis à la règle de la double alternance : alimentation par bâchées et alternance de phases d'alimentation et repos. Pour parvenir à répartir équitablement sur toute la surface d'un filtre et favoriser l'aération du massif par des phénomènes de convection (Lefèvre, 1988), le volume d'influent est stocké puis alimenté par à-coups hydrauliques (bâchées). Le nombre de bâchées semble avoir une influence sur les capacités d'infiltration du substrat. Un nombre réduit de bâchées (2 à 3) de plus grand volume est préconisé pour prévenir l'apparition du colmatage (Kunst et Flasche, 1995, Bankolé, 2001).

La période de repos permet l'autolyse de la biomasse produite au cours de la phase d'alimentation. En théorie, elle doit être suffisamment longue pour permettre la restauration des conditions d'infiltration du massif. L'application d'une période de repos de durée au moins équivalente à la période d'alimentation est souhaitable et une durée double est conseillée (FNDAE N°22, 1998).

#### 4.4.3.4.5. Autres facteurs d'influence (Guilloteau, 1992)

La composition des eaux usées traitées semble également avoir une influence sur le développement du colmatage. Une eau présentant un rapport C/N élevé favoriserait la formation de polysaccharides, composés responsables de l'obstruction des pores. Les effluents d'élevage, peu concentrés en azote et présentant une forte pollution carbonée, sont typiquement des effluents au rapport C/N déséquilibré.

Le développement de bactéries anaérobies est aussi cité comme indicateur ou cause du colmatage.

#### 4.4.4. FILIERE DE TRAITEMENT ENVISAGEE

Le procédé développé et présenté ici, est inspiré du fonctionnement des filtres à sable utilisés en traitement d'eaux usées domestiques ; son principe d'alimentation alternée est le même. Le mode d'alimentation par bâchée est conservé. Des périodes de repos sensées permettre la régression du film biologique (respiration endogène) succèdent aux périodes d'alimentation. L'utilisation d'une granulométrie plus grossière doit permettre une meilleure aération du massif et ainsi prévenir les risques de colmatage. Un temps de contact minimum est nécessaire à l'assimilation du substrat par la biomasse épuratrice.

Dans un massif de sable, les vitesses d'écoulement sont généralement faibles devant les vitesses d'assimilation (Schmitt, 1989). Ici, afin de conserver un temps de contact suffisant entre la biomasse fixée et l'effluent à traiter malgré l'utilisation d'une granulométrie supérieure, on procède au recyclage du percolat issu du filtre. En une journée d'alimentation, l'effluent passe ainsi plusieurs fois au travers du massif avant d'être rejeté et remplacé par un nouvel effluent brut. Les matériaux utilisés sont le gravier et la pouzzolane.

Le principe pour l'instant retenu est une épuration n'utilisant qu'une seule étape de passages répétés sur le massif filtrant (absence de prétraitements et de clarificateur). L'effluent est toutefois collecté dans une cuve qui fait office de fosse tampon.

L'approche économique d'un tel procédé est réalisée par Sabalçagaray (2001). L'auteur distingue deux cas de figures : une mise en œuvre réalisée en auto-construction (comme ce fut le cas pour la station expérimentale du Pradel) et une mise en œuvre par une entreprise.

En auto-construction le coût d'investissement pour un élevage de 60 à 80 chèvres (environ 150 EH) s'élève à 9600 €. En construction par une entreprise, l'investissement est à tripler (32600 €). Le coût de fonctionnement annuel est estimé à 230 €.

#### **4.5. Modélisation des procédés à cultures fixées sur supports fins**

Bien que le fonctionnement et l'utilisation des procédés à cultures fixées sur supports fins se doivent d'être simples, les processus mis en jeu, que ce soit au niveau des phénomènes de transport dans le milieu insaturé ou des réactions biologiques impliquées, sont très complexes et encore mal appréhendés. La recherche dans ce domaine est, de plus, encore peu développée en raison des coûts qu'elle nécessite pour l'étude de procédés dits « rustiques » dont l'un des principaux intérêts est le caractère économique (Schwager et Boller, 1997).

Une bonne représentation des mécanismes en jeu, dans l'épuration par cultures fixées sur supports fins permettrait de mieux dimensionner les filières existantes (filtres à sable) qui présentent parfois une tendance au colmatage. D'un point de vue expérimental, le modèle est un outil quasi-irremplaçable dès lors qu'il s'agit de tester des comportements sur le long terme. Une fois correctement calibré, le modèle permet également de faciliter le choix des expérimentations à poursuivre.

Le modèle doit tenir compte de la complexité du milieu étudié (milieu poreux polyphasique) dans lequel les différentes phases sont en constante interaction. La représentation de l'épuration doit prendre en compte le transport des solutés dans un écoulement en conditions insaturées. Les variations de concentration en oxygène dont les carences momentanées sont identifiées comme la principale limite à la biodégradation, doivent être correctement décrites (Schwager et Boller, 1997). Les facteurs influençant le transport de l'oxygène sont nombreux et difficilement quantifiables, le principal est vraisemblablement le degré de saturation en eau du milieu qui varie dans le temps et l'espace. Le développement de la biomasse influence également grandement ce degré de saturation.

L'influence de la croissance bactérienne est encore peu (ou pas) prise en compte dans les modèles jusqu'ici proposés pour décrire l'épuration par infiltration (Schmitt, 1989). Le développement de la biomasse apparaît pourtant comme jouant un rôle crucial dans les modifications du milieu épurateur (réduction de la porosité, écoulement, transfert de gaz) au cours de son fonctionnement. Développement supposé d'autant plus important en fonctionnement avec des effluents concentrés et qui peut entraîner le colmatage du filtre. Tenir compte de l'accumulation de la biomasse au sein du massif poreux semble donc primordial en vue de simuler le fonctionnement des filtres à gravier ou pouzzolane.

La modélisation du compartiment biologique passe par la mesure de la biomasse accumulée dans les filtres au cours de leur fonctionnement.

#### **4.6. Techniques d'étude de la biomasse fixée**

En plus du suivi de paramètres globaux tels que l'humidité massique, la perte au feu et la teneur en carbone total, l'étude de l'accumulation bactérienne au sein des massifs filtrants passe par une analyse plus fine de la biomasse vivante.

##### 4.6.1. TECHNIQUES ADAPTEES A L'ÉCOLOGIE MICROBIENNE

L'étude des microorganismes dans leur environnement se heurte à deux problèmes majeurs. Les microorganismes sont souvent fixés à divers supports et ils se retrouvent dans des micro-environnements dans lesquels cohabitent différents types morphologiques et physiologiques.

Les méthodes adaptées à l'étude de ces structures sont celles ne nécessitant ni la mise en culture, ni le décrochage préalable des bactéries. La mise en culture ne permet pas de rendre compte de la diversité présente à l'origine dans le milieu naturel, les milieux de culture étant souvent sélectifs. Les méthodes nécessitant le décrochage préalable des bactéries induisent quant à elles un biais important sur les résultats (White, 1983), le décrochage étant bien souvent incomplet. Laurent et Servais (1995) montrent par estimation de la biomasse selon son activité exoprotéolytique que suite au traitement par ultrasons d'un sédiment, la biomasse non décrochée est égale à la biomasse décrochée.

Deux paramètres sont d'importance lors de l'étude de l'écologie microbienne, la biomasse et l'activité. Les techniques décrites ci-après permettent de mesurer ces deux paramètres.

#### **4.6.1.1. Estimation quantitative de la biomasse**

La plupart des méthodes de mesure de la biomasse qui ne font pas appel au dénombrement sont basées sur le dosage de composés plus ou moins spécifiques à la cellule bactérienne. Ces composés doivent répondre à trois exigences (Fontvieille et Maul, 1985):

- Se trouver dans les cellules en concentration constante par rapport à la biomasse totale et en quantité suffisante pour permettre un dosage précis.
- Pouvoir être extraits quantitativement des cellules, et plus généralement, des milieux dans lesquels vivent les cellules.
- Être rapidement dégradés après la mort cellulaire de façon à ne témoigner que de la biomasse vivante.

##### 4.6.1.1.1. Dosages des nucléotides adényliques ( ATP, ADP, AMP )

L'ATP (Adénosine Tri Phosphate) est un constituant fondamental de la cellule, dont le rôle biochimique et le caractère non conservatif laissent à penser qu'il représente un bon traducteur de la biomasse vivante. La quantité d'ATP dans une cellule varie peu en conditions environnementales stables (Guilloteau, 1992). Exprimée par unité cellulaire, la teneur en ATP est par contre très variable d'une espèce à l'autre (Fontvieille et Maul, 1985). Exprimée relativement au poids de carbone ou au poids sec, ces teneurs sont plus constantes dans la mesure où l'état physiologique des cellules est invariant. Le dosage de l'ensemble des nucléotides adényliques est, semble-t-il plus rigoureux pour estimer la biomasse.

Le dosage peut être résumé en 4 étapes :

- Libération de l'ATP par rupture des enveloppes cellulaires.
- Inhibition rapide des réactions enzymatiques détruisant l'ATP.
- Concentration dans un milieu tamponné autorisant le dosage ultérieur.
- Dosage par bioluminescence.

Le dosage proprement dit est basé sur l'émission de photons due à l'oxydation de la luciférine en présence d'une enzyme spécifique (la luciférase), d'ATP, d'oxygène et de cations bivalents ( $Mg^{2+}$ ).

##### 4.6.1.1.2. Dosage de l'acide muramique

L'acide muramique (AM) est un constituant spécifique des membranes des procaryotes. Ce composé peut être extrait de façon quantitative et mesuré par chromatographie en phase gazeuse-liquide. La quantité d'AM présent dans les différents groupes de procaryotes (cyanophytes, bactéries Gram<sup>+</sup> et bactéries Gram<sup>-</sup>) n'est pas la même.

#### 4.6.1.1.3. Dosage des phospholipides

Les phospholipides sont les constituants principaux des membranes cellulaires. Ils se retrouvent dans toutes les cellules vivantes et ne sont pas utilisés comme produit de stockage (White et al., 1979). Leur disparition rapide après la mort cellulaire en fait de bons indicateurs de la biomasse vivante (Frostegård et al., 1991, Frostegård et Bååth, 1996). De plus, cette mesure relativement simple, ne nécessite que des réactifs chimiques courants et un appareillage limité (Findlay et al., 1989).

#### 4.6.1.2. **Estimation de l'activité**

##### 4.6.1.2.1. Activité enzymatique extracellulaire

En milieu aqueux, la majeure partie de la MO est présente sous forme de composés à haut poids moléculaire qui ne peuvent être directement assimilés par les bactéries. De fait, l'hydrolyse de ces composés à l'extérieur de la cellule en composés de plus petite taille (acides aminés ou oligo-saccharides) est nécessaire. Pour cela les bactéries possèdent, attachées à leur surface, des exoenzymes. Des méthodes développées ces vingt dernières années permettent de mesurer l'activité enzymatique extracellulaire. Elles sont basées sur la mise en contact des bactéries avec un substrat de synthèse dont l'hydrolyse libère un composé fluorescent. La fluorescence est alors mesurée grâce à un fluoromètre (Laurent et Servais, 1992). Différentes activités enzymatiques peuvent être mesurées : phosphatase, peptidase ou glucosidase.

##### 4.6.1.2.2. Activité des systèmes de transporteur d'électrons

Cette méthode est basée sur l'introduction, dans le milieu étudié, de composés accepteurs d'électrons susceptibles d'entrer en compétition avec les intermédiaires métaboliques naturels de la chaîne respiratoire bactérienne. Le composé le plus couramment utilisé est le sel de tetrazolium nitrosubstitué (Fontvieille et Maul, 1985). Suite à leur réduction dans la chaîne respiratoire, ces composés se transforment en formazans de couleur rouge qui sont extraits des cellules par divers solvants organiques et dosés par spectrophotométrie.

##### 4.6.1.2.3. Respiration

D'un point de vue biochimique, la respiration est définie comme l'ensemble des réactions situées entre l'oxydation d'un donneur d'électrons (substrat) et la réduction d'un composé minéral de degré d'oxydation supérieur, l'accepteur final. Dans le cas de la respiration aérobie, ce rôle est tenu par l'oxygène.

La respiration peut être mesurée par divers composés rentrant dans la chaîne réactionnelle (substrats, accepteurs finaux, enzymes, produits intermédiaires ou d'excrétion), les méthodes les plus courantes sont basées sur la mesure de la consommation d'oxygène ou de production de dioxyde de carbone.

La méthode utilisée ici est basée sur le dosage titrimétrique de l'acide carbonique piégé dans une solution alcaline (soude). Cette technique est notamment utilisée à l'INRA de Dijon. La mesure de la respiration donne une indication de l'activité globale d'une microfaune ; elle renseigne également sur la qualité de la MO présente dans un milieu. Page et al. (1998) l'utilisent pour déterminer la biodégradabilité d'un effluent de féculerie épandu sur un sol cultivé.

# 5. MATERIEL ET METHODE

## 5.1. Description du pilote et de son instrumentation

### 5.1.1. DESCRIPTION DU PILOTE :

Le pilote est constitué de 4 colonnes situées dans un local couvert. Chaque colonne est constituée d'un assemblage de deux tubes de PVC atteignant une hauteur de 120cm (cf. Figure 10). Le diamètre intérieur est de 36 cm, la surface ménagée est donc d'environ 0.1 m<sup>2</sup>. Les colonnes sont équipées de quatre structures poreuses placées en quinconce sur la hauteur de la colonne tous les 14 cm (voir Figure 11). Ces structures permettent l'instrumentation des colonnes en y introduisant différents capteurs (oxymètre notamment). Elles permettent également la prise d'échantillon au sein des massifs filtrants.

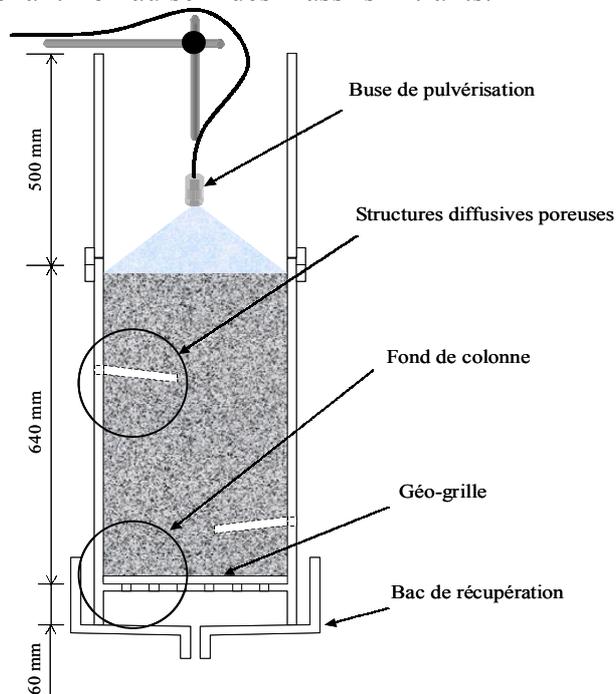


Figure 10. Schéma d'une colonne

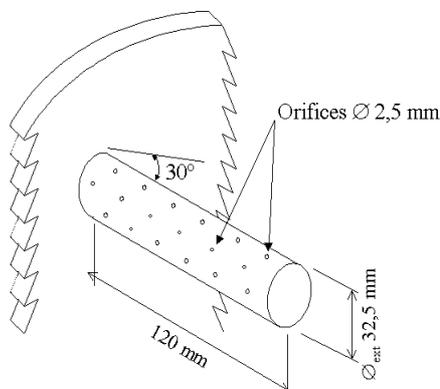


Figure 11. Détail d'une structure poreuse

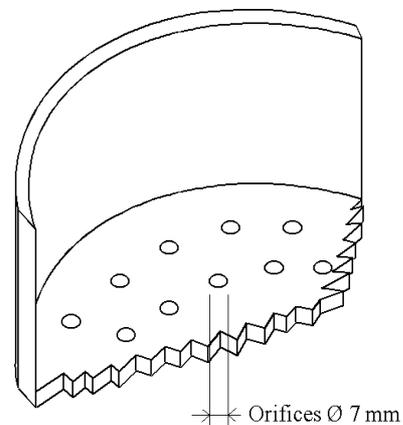


Figure 12. Détail du fond d'une colonne

En fond de colonne, sont disposées quatre « géo-grilles » qui empêchent le matériau filtrant d'être entraîné et d'obstruer les orifices d'évacuation de l'effluent (voir Figure 12). A chaque colonne correspond un bac d'alimentation A et un bac de recyclage R (cf. Figure 13 ). L'influent de synthèse est préparé dans le bac d'alimentation, il est envoyé vers la colonne grâce à une pompe à engrenage (marque MICROPUMP) et réparti à la surface du massif via une buse d'aspersion (modèle G3-1/8" commercialisé par SPRAYING SYSTEMS). Chaque bac A est équipé d'un moteur d'agitation permettant d'homogénéiser l'influent avant chaque aspersion et ainsi d'éviter qu'une fraction décantable ne se dépose.

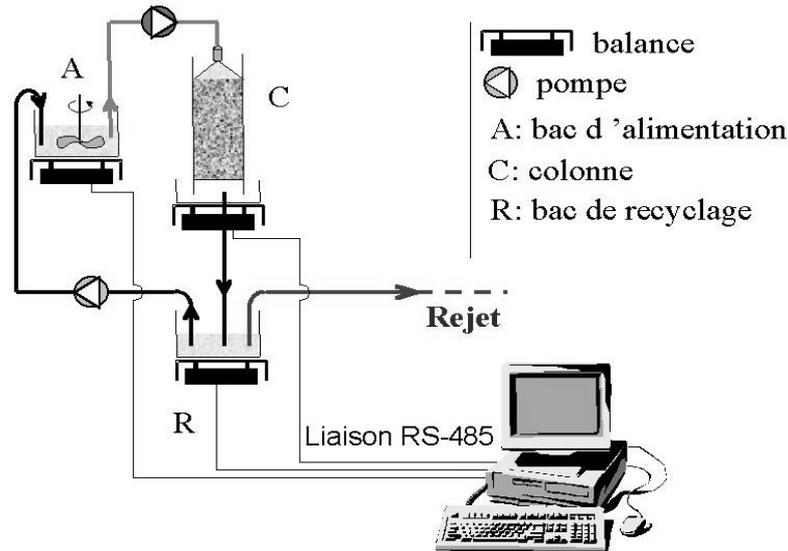


Figure 13. Schéma du pilote

L'effluent est collecté en sortie de colonne dans le bac de récupération et gravitairement transmis au bac R. Une pompe péristaltique procède au recyclage de l'effluent vers le bac A en vue d'une nouvelle alimentation. Le recyclage s'effectue juste avant l'alimentation. Entre deux bâchées, l'effluent est stocké dans le bac R.

La mise en marche des pompes et des agitateurs est commandée par des automates de marque CROUZET (type MAS 20RCA). La programmation des plages de fonctionnement des appareils et les plages d'attente permet de définir le rythme des bâchées lors des périodes d'alimentation du pilote. Chaque colonne dispose de son automate propre ce qui permet une grande souplesse d'utilisation.

#### 5.1.2. DISPOSITIF DE SUIVI MASSIQUE :

Le suivi massique des trois compartiments d'un filtre (colonne, bacs A et R) est réalisé grâce à un jeu de trois balances électroniques (marque NOBEL). Il est constitué de trois pesons de portée 150kg et 60kg (2 pesons de 60kg). Un second jeu de trois balances a été disponible à partir de novembre 2000. Il comporte un peson de 300kg et deux de 30kg. La précision des pesons de grande portée (150 et 300kg) est de l'ordre de 5 grammes, celle des autres est de l'ordre de 2 grammes.

Ce dispositif (cf. Figure 13) autorise des bilans hydriques entrée-sortie lors des bâchées et le suivi de la restitution de l'effluent dans le bac de recyclage.

En considérant le massif comme ressuyé quatre heures après une alimentation, l'évolution de la masse de la colonne entre deux bâchées traduit l'évolution du stock d'eau stagnante présent dans le massif. Cette évolution est liée à la teneur en biomasse du filtre. Ainsi, le suivi massique des colonnes lors d'un cycle de fonctionnement donne une image du développement

bactérien au sein du massif et de sa régression durant les phases de repos, sachant toutefois que les variations du stock d'eau constituent le facteur essentiel des fluctuations observées.

Le suivi à long terme de la masse d'une colonne permet d'observer l'évolution d'un massif consécutivement à la succession des cycles de fonctionnement. Il est alors possible de comparer différents cycles entre eux ainsi que différents rythmes d'alimentation.

### 5.1.3. INSTRUMENTATION :

L'humidité et la température du local sont enregistrées en continu grâce respectivement à des sondes HD860 (marque DELTA) et Pt 100. D'autres sondes de températures du même type peuvent être introduites dans les massifs. Les structures poreuses des colonnes peuvent également accueillir des sondes d'oxymètres PONSELLE O2W.

### 5.1.4. ACQUISITION ET STOCKAGE DES DONNEES :

L'ensemble des mesures effectuées sur le pilote (sondes colonnes, sondes locales, balances) est collecté par des modules d'acquisition Fieldpoint (NATIONAL INSTRUMENTS) placés en série. L'un d'eux, raccordé à un micro-ordinateur via une liaison RS-485, permet le stockage des données sur un disque dur. Le logiciel d'acquisition et de visualisation de données LABVIEW (NATIONAL INSTRUMENTS) permet le suivi en temps réel des différents paramètres mesurés.

## 5.2. Caractéristiques des supports utilisés

Deux types de supports sont utilisés. Il s'agit de gravier et de pouzzolane. Le gravier correspond à la fraction 2 à 5 mm d'un gravier commercialisé par l'entreprise *Granulats Rhône-Alpes* basée à Jassans-Riottier (01). Le sable utilisé à titre de comparaison provient de la même entreprise. La pouzzolane est une roche volcanique présentant une texture alvéolaire et une forte microporosité. Elle provient des *Carrières Ardéchoises de Pouzzolane* de Thueyts (07), c'est le même matériau qui est utilisé pour le garnissage des filtres de la station expérimentale du Pradel (07).

### 5.2.1. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES :

#### 5.2.1.1. Granulométrie :

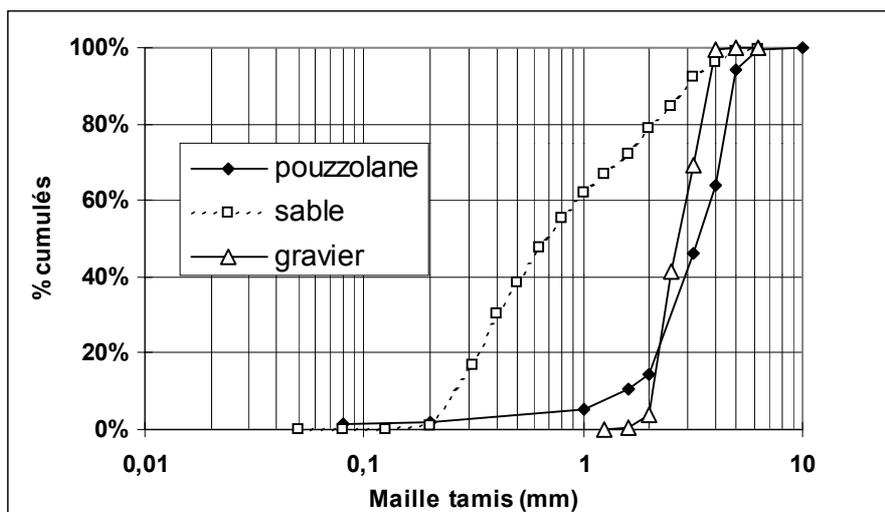


Figure 14. Courbes granulométriques des matériaux filtrants

Les courbes granulométriques des trois matériaux ont été établies par passages sur des colonnes de tamis (méthode normalisée NF-X 11.507). Ces courbes sont présentées sur la Figure 14. La courbe du sable, généralement utilisée en infiltration-percolation, est également représentée

### 5.2.1.2. Porosité

La porosité est estimée en mesurant le volume d'eau nécessaire à la saturation d'un volume donné de matériau. Une attention particulière est portée à ne pas emprisonner de gaz lors de l'immersion du matériau.

$$\phi = \frac{\text{Volume d'eau nécessaire à la saturation}}{\text{Volume du matériau saturé}} \quad \text{Equation 5.2-1}$$

$\phi$  porosité totale du matériau [ad.]

### 5.2.1.3. Densité et masse volumique

La masse volumique apparente d'un matériau est mesurée en effectuant le rapport masse sèche sur volume. Cette mesure prend en compte dans l'estimation du volume, les vides ménagés par la porosité du matériau. La masse volumique s'exprime en  $\text{Kg.m}^{-3}$ . L'augmentation de volume et de masse provoquée par l'introduction du matériau dans une éprouvette d'eau permet d'estimer sa masse volumique réelle, c'est à dire le rapport entre masse de matériau sec et le volume qu'il occupe sans prise en compte des vides. La densité s'obtient en faisant le rapport entre la masse volumique réelle du matériau et celle de l'eau.

$$d = \frac{\Delta \text{masse} / \Delta \text{volume}}{\text{masse volumique de l'eau}} \quad \text{Equation 5.2-2}$$

d densité du matériau [ad.]

### 5.2.1.4. Aire spécifique

L'aire spécifique  $A_s$  d'un matériau correspond à la surface totale des particules par unité de volume. L'hypothèse de la sphéricité des particules est couramment admise pour estimer  $A_s$ . La surface spécifique se calcule alors grâce au diamètre des particules.

$$a_s = \frac{\text{Surface de la particule}}{\text{volume de la particule}} = \frac{\pi d_p^2}{\pi \frac{d_p^3}{6}} = \frac{6}{d_p} \quad \text{Equation 5.2-3}$$

$d_p$  diamètre d'un grain [L]

$a_s$  surface spécifique d'un grain [ $\text{L}^{-1}$ ]

La connaissance de la distribution granulométrique permet d'accéder à l'aire spécifique du matériau.

$$A_s = (1 - \phi) \cdot \int_0^{+\infty} \frac{6}{d_p} \cdot f(d_p) \cdot dd_p \quad \text{Equation 5.2-4}$$

$A_s$  aire spécifique du matériau [ $\text{L}^{-1}$ ]

$f(d_p)$  fréquence du diamètre  $d_p$  observée dans la distribution granulométrique [ad.]

En considérant le diamètre géométrique moyen des mailles de deux tamis consécutifs et en négligeant la fraction résiduelle, il vient :

$$A_s = (1-\phi) \sum \frac{12}{(d_{i+1} + d_i)} \cdot \frac{m_i}{M} \quad \text{Equation 5.2-5}$$

- n nombre de tamis utilisés [ad.]
- $d_i$  diamètre de la maille du  $i^{\text{ème}}$  tamis [L]
- $m_i$  masse de tamisat récupéré entre le  $i^{\text{ème}}$  et le  $i+1^{\text{ème}}$  tamis [M]
- M masse totale de l'échantillon [M]

L'hypothèse de sphéricité des grains sous estime la valeur de la surface spécifique. Un facteur de forme  $\Gamma$  peut être introduit pour corriger cette erreur :

$$A_s = \frac{(1-\phi)}{\Gamma} \sum \frac{12}{(d_{i+1} + d_i)} \cdot \frac{m_i}{M} \quad \text{Equation 5.2-6}$$

Ce facteur de forme a été estimé sur le sable par Lakel (1995) entre 0.7 et 0.95. Il n'est pas connu pour les autres matériaux et donc considéré comme égal à 1. Le calcul de la surface spécifique ne tient pas compte de la microporosité des grains. Le résultat obtenu avec la pouzzolane est donc sous-estimé.

### 5.2.1.5. Mesure de la conductivité hydraulique à saturation

Le dispositif employé pour la mesure de la conductivité hydraulique à saturation est un perméamètre à charge fixe (voir Figure 15). La loi de Darcy exprime la relation qui existe entre le débit spécifique d'infiltration et le gradient de charge hydraulique. En milieu saturé, cette relation s'écrit :

$$q = -K_s \cdot \overline{\text{grad}H} \quad \text{Equation 5.2-7. loi de Darcy}$$

- q débit spécifique de l'alimentation [ $L \cdot T^{-1}$ ]
- $K_s$  conductivité hydraulique à saturation [ $L \cdot T^{-1}$ ]
- H charge hydraulique totale [L]

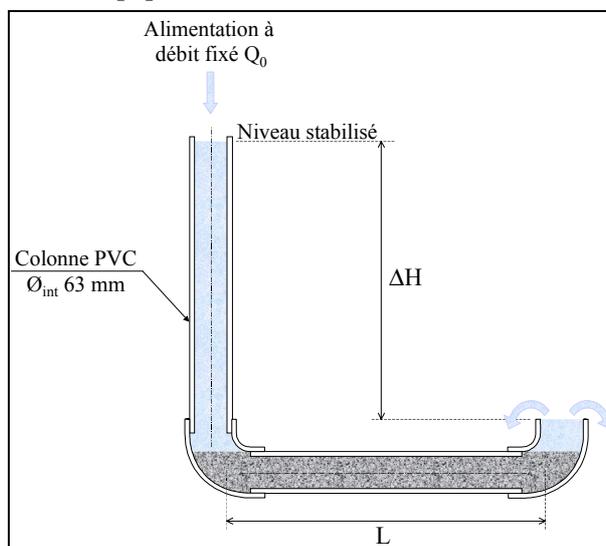


Figure 15. Dispositif de mesure de la conductivité hydraulique à saturation

Pour un perméamètre à charge fixe, le problème se simplifie de la façon suivante :

$$q = K_s \cdot \frac{\Delta H}{L}$$

*Equation 5.2-8. loi de Darcy appliquée au perméamètre à charge fixe*

L longueur de l'échantillon de matériau [L]

$\Delta H$  variation de la charge hydraulique [L]

Trois mesures sont effectuées par matériaux en faisant varier les différences de charge hydraulique  $\Delta H$ . L'expérience pour le sable et le gravier est réalisée par Chachuat (1998). Pour le sable, les valeurs obtenues fluctuent peu, la conductivité à saturation moyenne est estimée à  $0.24 \text{ cm}^{-1}$ . Pour le gravier et la pouzzolane, en revanche, une valeur stable n'a pu être obtenue. Avec l'augmentation des débits spécifiques d'infiltration, la relation en débit et gradient dévie progressivement de la relation linéaire évoquée par Darcy. Bear (1978) montre que la loi de Darcy est valide lorsque le nombre de Reynolds (qui exprime le ratio entre les forces inertielles et les forces de viscosité) est inférieur à 10.

$$\text{Re} = \frac{q \cdot d_p}{\nu}$$

*Equation 5.2-9. Nombre de Reynolds*

Re nombre de Reynolds [ad.]

$d_p$  diamètre des grains [L]

$\nu$  viscosité cinématique du fluides [ $\text{L}^2 \cdot \text{T}^{-1}$ ] ( $\nu = 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  pour de l'eau)

Avec du gravier ou de la pouzzolane, des débits spécifiques de l'ordre du centimètre par seconde donnent des nombres de Reynolds supérieurs à 100, les valeurs obtenues sont d'autant plus fortes que les matériaux sont grossiers ( $d_p$  grand). Ces considérations expliquent les divergences obtenues lors des essais avec le gravier et la pouzzolane pour des débits d'infiltration élevés.

Les débits délivrés par les buses d'aspersion étant faibles (environ  $0.03 \text{ cm}^{-1}$ ) on suppose que dans ces conditions la loi de Darcy s'applique. La conductivité hydraulique à saturation est donc estimée par extrapolation linéaire aux faibles débits. En procédant de la sorte, la conductivité hydraulique à saturation du gravier et de la pouzzolane est estimée à  $7 \text{ cm}^{-1}$  (voir Figure 16).

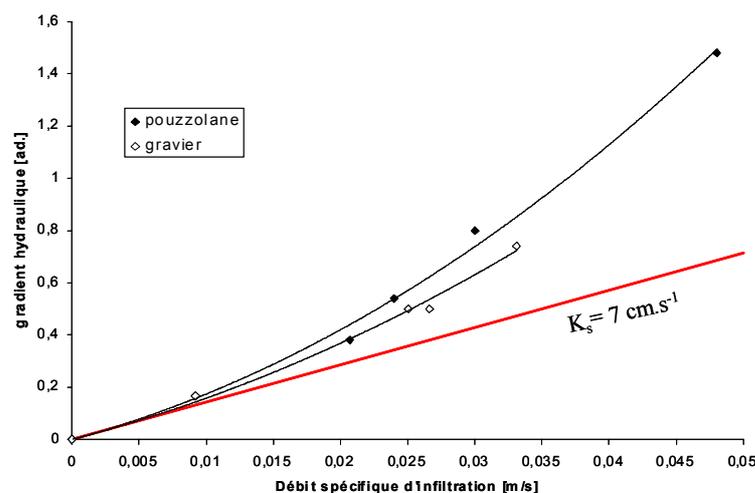


Figure 16. Extrapolation linéaire des courbes de conductivité hydraulique à saturation pour de faibles débits

Le Tableau 5 regroupe les principales caractéristiques des deux types de matériaux utilisés ainsi que celles du sable généralement utilisé en infiltration-percolation.

Tableau 5. Caractéristiques des matériaux utilisés.

	Sable	Gravier 2-5 mm	Pouzzolane 3-7 mm
d10* (mm)	0.25 < d10 < 0.40	2.07	1.51
d60* (mm)	< 1.00	2.92	3.80
CU(ad.)= d60/ d10	3.00 < CU < 6.00	1.41	2.52
densité (ad.)	2500	2600	2130
masse volumique apparente (kg m <sup>-3</sup> )	1620	1380	980
porosité (ad)	0.36	0.42	0.54
As (m <sup>-1</sup> )	6800	1030	1110

\* dx : diamètre de la maille de tamis qui laisse passer x % en masse des grains du matériau

### 5.2.2. TRACAGE EN REGIME PERMANENT :

Des traçages en régime permanent sont effectués afin de déterminer la distribution des temps de séjour (DTS) au sein des différents massifs. Des garnitures de 60 cm de gravier 2-5 mm et de pouzzolane ont été étudiées.

La distribution des temps de séjour est une notion parfaitement codifiée en chromatographie ou en génie chimique (Lefèvre, 1988). Séguret en donne la définition suivante :

Considérons un flux de matière composé de différentes « fractions » entrant dans un réacteur. Ces fractions sont définies comme des parties cohérentes du flux, qui peuvent être soit de simples molécules, soit des agrégats de matière de taille plus ou moins importante. Toutes les particules d'une même fraction séjournent un temps identique dans le réacteur. Mais, lorsque le flux de matière franchit l'entrée du réacteur en régime permanent, les différentes fractions du flux ne franchissent généralement pas la section de sortie du réacteur au même instant. De ce fait, le temps passé par les différentes fractions à l'intérieur du réacteur est variable. Ce phénomène peut être représenté par une distribution des temps de séjour. Le concept de DTS est l'invention de P. V. Danckwerts (1953).

Soit un système de volume constant  $V$ , dans lequel s'établit un régime d'écoulement permanent au débit  $q$ . Le temps de séjour "t" d'une fraction de matière est égal au temps qu'il lui a fallu pour parcourir la distance comprise entre l'entrée et la sortie du système. A l'entrée du système, considérons l'injection instantanée d'une masse  $M$  d'un traceur qui se conserve au cours de l'écoulement et qui n'était pas présent initialement. Si  $c_y(t)$  est la concentration moyenne du traceur dans le flux franchissant la section de sortie du système, alors  $qc_y(t)dt$  est égal à la masse de traceur qui a séjourné au sein du système dans la période comprise entre  $t$  et  $t+dt$ . La distribution des temps de séjour  $E(t)$  du traceur est obtenue en normalisant  $qc_y(t)$  :

$$E(t) = \frac{qc_y(t)}{\int_0^{\infty} qc_y(t)dt} = \frac{q}{M} c_y(t) \quad \text{Equation 5.2-10. Distribution des temps de séjour}$$

Par définition il en résulte que :

$$\int_0^{\infty} E(t)dt = 1 \quad \text{Equation 5.2-11. Distribution des temps de séjour 2}$$

Dans la mesure où le traceur est supposé se comporter comme le liquide en écoulement (traceur idéal),  $E(t)$  est aussi la DTS du liquide considéré.

A partir de la DTS ainsi déterminée, il est possible de définir :

- o Le temps de séjour moyen du liquide dans le réacteur :

$$t_s = \int_0^{\infty} tE(t)dt \quad \text{Equation 5.2-12. Temps de séjour moyen}$$

- o L'écart type de la distribution :

$$\sigma = \sqrt{\int_0^{\infty} (t - t_s)^2 E(t)dt} \quad \text{Equation 5.2-13. Ecart type de la DTS}$$

Le choix du traceur doit tenir compte des contraintes de mesure, ainsi que des moyens analytiques disponibles. Le traceur idéal, s'il existait, aurait les caractéristiques suivantes (Chachuat, 1998, Séguret, 1998) :

- o Utilisable en petites quantités.
- o Mesures et détection aisées, possibilité de mesure en continu.
- o Neutralité vis à vis des réactions dans le système.
- o Pas de toxicité.
- o Pas de rétention par la biomasse.
- o Prix de revient raisonnable.

Notre choix s'est porté sur le chlorure de sodium (NaCl) qui est simple d'emploi et peu coûteux. Les mesures s'accomplissent par l'intermédiaire d'un matériel de laboratoire courant (conductimètre) et peuvent être réalisées en continu. Les quantités de sel à mettre en œuvre sont relativement importantes ce qui limite son utilisation aux petits réacteurs. Séguret (1998) recommande au moins 500g de sel par m<sup>3</sup> de liquide afin de doubler la conductivité de base de l'effluent. La relation conductivité-concentration du traceur est établie par Chachuat (1998). Jusqu'à une concentration de 2g.L<sup>-1</sup>, la relation est linéaire ; à des concentrations supérieures, la mobilité des ions diminue progressivement et n'est plus directement proportionnelle à la concentration :

$$C_{NaCl} \leq 2g.L^{-1} \quad C_{NaCl} = 6 \cdot 10^{-4} \cdot \lambda_m$$

$$2g.L^{-1} \leq C_{NaCl} \leq 20g.L^{-1} \quad C_{NaCl} = 6 \cdot 10^{-4} \cdot \lambda_m + 9 \cdot 10^{-2} \cdot \lambda_m^2$$

$C_{NaCl}$  concentration en NaCl [M.L<sup>-3</sup>]  
 $\lambda_m$  conductivité mesurée [M<sup>-1</sup>.L<sup>-3</sup>.I<sup>2</sup>]

**Equation 5.2-14. Relation conductivité-concentration traceur**

Après établissement du régime permanent grâce au fonctionnement ininterrompu de la buse d'aspersion, le traceur est injecté. On utilise une solution de NaCl de 100 mL à une concentration de 100 g.L<sup>-1</sup>. L'emploi d'une solution fortement concentrée permet de raccourcir le temps d'injection et ainsi de se rapprocher des conditions idéales.

L'interaction du sel avec la biomasse pourrait constituer une limitation quant à son utilisation sur filtres colonisés. Toutefois son utilisation sur lit bactérien en fonctionnement (présence de

biomasse) n'est pas envisagée par Séguret (1998) uniquement car elle nécessiterait la mise en œuvre d'une quantité trop importante.

On portera une attention particulière à la vérification de la conservation de la masse du traceur lors des traçages sur filtre colonisé afin de s'assurer de la non-rétention de ce dernier par la biomasse.

Les DTS du gravier et de la pouzzolane présentent les mêmes formes (Figure 17) : cloche avec déformation importante de la partie terminale (« tailing »). Cette allure est caractéristique des écoulements ruisselants, elle traduit un transfert piston auquel s'ajoute un mélange retardé des solutés avec l'eau de la microporosité (Chachuat, 1998). Le pic de concentration du traceur est obtenu après 2min30 pour le gravier, il faut attendre 4min30 pour la pouzzolane. Les temps de séjour sont supérieurs dans la pouzzolane par rapport au gravier 2-5mm (387s contre 251s). Ces différences de comportement hydraulique s'expliquent par la différence de texture des deux matériaux. La forte microporosité de la pouzzolane lui confère un écoulement plus lent et plus dispersif ce qui devrait assurer un meilleur mélange des solutés avec l'eau de la microporosité. Avec un temps de séjour plus long et un mélange plus important, le massif de pouzzolane devrait conduire à des performances supérieures à celle du massif de gravier.

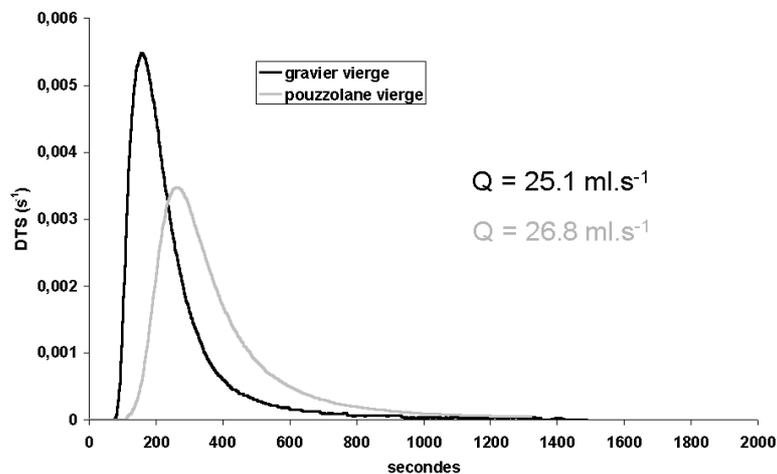


Figure 17. Comparaison courbes de DTS des massifs vierges de gravier et pouzzolane

## 5.3. Fonctionnement du pilote

### 5.3.1. PREPARATION DE L'EFFLUENT DE SYNTHESE :

L'effluent de synthèse est préparé quotidiennement à partir de lait et de lactosérum (petit lait) en poudre de façon à obtenir une concentration de 10 g.L<sup>-1</sup> en DGO. Les poudres sont mixées dans environ 2 L d'eau chaude, puis le mélange est complété avec de l'eau du robinet jusqu'à obtention du volume souhaité. La composition des poudres est donnée dans le Tableau 6.

Tableau 6. Composition des poudres entrant dans la préparation de l'effluent de synthèse

(mg.g <sup>-1</sup> de poudre)	DCO brute	DCO filtrée	DGO	MES	N-NK
lait	1136	1109	1322	5.6	41
sérum	1039	985	1130	14	20

Les proportions du mélange pour 1 litre d'effluent de synthèse préparé sont :

- 5.73 g de lait en poudre
- 2.15 g de lactosérum

Ceci conduit théoriquement à l'élaboration d'un « lait » ayant les caractéristiques suivantes :

Tableau 7. Caractéristique de l'effluent de synthèse

DCO brute (g.L <sup>-1</sup> )	DCO filtrée (g.L <sup>-1</sup> )	DGO (g.L <sup>-1</sup> )	N-NK (g.L <sup>-1</sup> )	MES (g.L <sup>-1</sup> )
8.74	8.55	10.00	0.28	0.06

En pratique, la variabilité de la composition des laits et lactosérums d'un sac à l'autre, conduit à une variabilité de la concentration de l'effluent d'entrée. On procède donc régulièrement à l'analyse de la concentration en DCO de l'effluent, afin de pouvoir connaître la charge polluante réellement appliquée sur les filtres.

### 5.3.2. RYTHME DE FONCTIONNEMENT :

Le fonctionnement du filtre est basé sur l'alternance de périodes d'alimentation et de repos. Les périodes de repos doivent permettre au filtre de récupérer des conditions propices à son bon fonctionnement. L'alimentation du filtre s'effectue par bâchée. Le volume d'effluent stocké dans le bac A est envoyé en peu de temps sur le filtre. Entre deux bâchées, le filtre s'égoutte. Le rythme choisi est d'une bâchée toutes les 4 heures. Un même volume d'effluent circule durant 24 heures en circuit fermé dans le pilote. Après 6 passages, le volume d'effluent est retiré du circuit et remplacé par un nouvel influent brut. Un effluent recueilli dans le bac de recyclage R suite à un seul passage sur le filtre est appelé P1. L'effluent rejeté au « milieu naturel » est appelé P6. Les différents rythmes de fonctionnement étudiés sont répertoriés dans le Tableau 8:

Tableau 8. Les différents rythmes de fonctionnement utilisés

Descriptif	Nomenclature
7 jours d'alimentation suivis de 7 jours de repos	7/7
3 jours d'alimentation suivis de 4 jours de repos	3/4
5 jours d'alimentation suivis de 9 jours de repos	5/9

Sur un période de 14 jours, on peut comparer les différents rythmes :

- o 7 jours de repos pour le rythme 7/7
- o 8 jours de repos pour le rythme 3/4
- o 9 jours de repos pour le rythme 5/9

### 5.3.3. CHARGES APPLIQUEES :

Quel que soit le rythme de fonctionnement, la charge polluante appliquée au cours d'un cycle (un cycle = alimentation + repos) est supposée égale à  $300\text{g de DGO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ . En revanche, la charge polluante appliquée lors d'un jour d'alimentation varie avec le rythme de fonctionnement. Le Tableau 9 récapitule les différents rythmes étudiés et les charges qui leur sont associées. La concentration de l'effluent de synthèse étant fixe, la charge est modifiée en jouant sur le volume des bâchées.

Tableau 9. Charges polluantes appliquées selon le rythme de fonctionnement choisi

Rythmes (alimentation/repos)	Charge polluante pour 1 jour d'alimentation	Volume des bâchées (L)
3j/4j	70 g DGO	7
7j/7j	60 g DGO	6
5j/9j	84 g DGO	8.4

### 5.3.4. SUIVI DES REJETS :

Des analyses physico-chimiques sont réalisées sur les effluents à différents stades de traitement. On mesure la DCO du lait reconstitué ainsi que celle de l'effluent après n (P1 à P6) passages. Les prélèvements sont effectués dans le bac R. Les DCO sont mesurées (méthode AFNOR NF T90-101) soit sur un échantillon brut, soit sur un échantillon préalablement filtré. Parallèlement des mesures de matière en suspension sont effectuées par filtration sur membranes (méthode NF-EN872: 1996). La demande chimique en oxygène constitue l'essentiel des indications recueillies sur la charge polluante des effluents.

Les intervalles de confiance fournis, sont calculés selon la formule donnée en Annexe 1.

La comparaison des performances des filtres est accomplie par test de conformité de moyennes. En cas d'homoscédasticité des variances, on effectue le test de Student-Fisher. Dans le cas inverse, et pour des effectifs supérieurs à 20, on effectue le test de Student-Fisher modifié en tenant compte du principe de l'erreur standard.

Les expressions « significatif », « hautement significatif » et « très hautement significatif » sont des termes consacrés. Une différence constatée au risque de première espèce  $\alpha = 0.05$  est significative ; hautement significative pour  $\alpha = 0.005$  et très hautement significative pour  $\alpha = 0.0005$  (voir Annexe 1).

## 5.4. Etude de la biomasse fixée

### 5.4.1. PRELEVEMENT DU SUPPORT, MESURE DE L'HUMIDITE ET DE LA PERTE AU FEU :

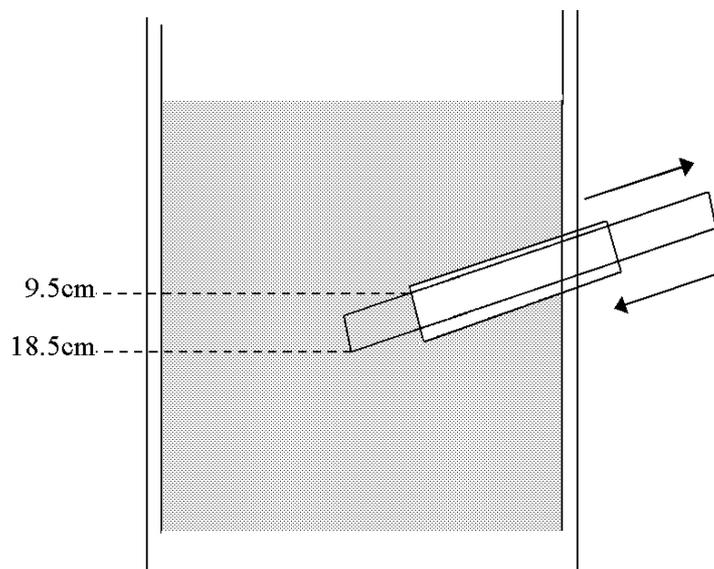


Figure 18. Carottage du support par l'orifice du haut d'une colonne

Les prélèvements sont réalisés via les 4 orifices des colonnes, par carottage avec un tube de PVC. Un prélèvement appelé « haut » contient du support extrait de 9.5 à 18.5 cm de profondeur (Figure 18). La localisation des différents prélèvements est donnée dans le Tableau 10. Parallèlement au carottage du massif, un échantillon de la surface du filtre est également prélevé.

Un prélèvement à un orifice donné correspond en fait à trois carottages successifs, entre lesquels le massif est homogénéisé à l'aide d'une tige métallique. On évite ainsi, dans la mesure du possible la création à l'intérieur du massif de « tunnels » suite aux carottages répétés. Les trois prélèvements sont regroupés et mélangés dans une capsule de pyrex. Trois sous-échantillons sont prélevés pour la mesure des phospholipides. La capsule est ensuite pesée, passée à l'étuve (105°C) durant 48h puis au four (550°C) de façon à déterminer l'humidité massique et la perte au feu (paf).

Tableau 10. Localisation des prélèvements

Nom des prélèvements	Profondeurs couvertes
Haut	9.5 à 18.5 cm
Medhaut	23.5 à 32.5 cm
Medbas	37.5 à 46.5 cm
Bas	51.5 à 60 cm

### 5.4.2. ANALYSES DES PHOSPHOLIPIDES :

L'effet d'une conservation des échantillons avant mesure (congélateur ou réfrigérateur) n'est pas unanimement reconnu par les auteurs (Frostegård et Bååth, 1996, Hill et al.,1993, White, 1983). Les échantillons sont donc analysés sans conservation, dans la foulée des prélèvements.

La mesure des phospholipides se déroule selon la méthode décrite par Findlay et al. (1989). Les lipides sont extraits du support par contact avec un mélange

méthanol–chloroforme–tampon. La modification des proportions du mélange par ajout d'eau et de chloroforme provoque la création de deux phases, la phase inférieure contenant les lipides est récupérée. Une digestion au persulfate est alors réalisée pour libérer les phosphates des phospholipides. L'analyse des phosphates est alors effectuée colorimétriquement selon la méthode décrite par Van Veldhoven et Mannaerts (1986). Les résultats sont exprimés en nanomoles de phosphate par g de matière sèche (différents facteurs de conversion existent dans la littérature pour exprimer les résultats en nombre de cellules ou en quantité de carbone).

De façon à estimer l'incertitude commise lors de l'analyse des phospholipides, un échantillon de gravier colonisé et homogénéisé (mélange manuel) a fait l'objet d'une série de mesures (n = 15). En considérant la variation des résultats comme uniquement due au protocole expérimental et non à la disparité de la colonisation, l'incertitude est de l'ordre de 6 %.

### 5.4.3. RESPIROMETRIE :

#### 5.4.3.1.Principe :

L'activité de la biomasse fixée est estimée par mesure du CO<sub>2</sub> dégagé issu de la respiration cellulaire. Le gaz carbonique est piégé dans de la soude pour être ensuite dosé par ajout d'acide.

#### 5.4.3.2.Piégeage :

L'échantillon de « sol » est mis en contact avec un récipient de soude dans une enceinte hermétiquement close conservée à température constante (20°C). Dans la pratique la mesure s'opère dans des bocaux de conserve «le parfait», le joint en caoutchouc étant par sécurité changé après chaque utilisation (voir Figure 19).

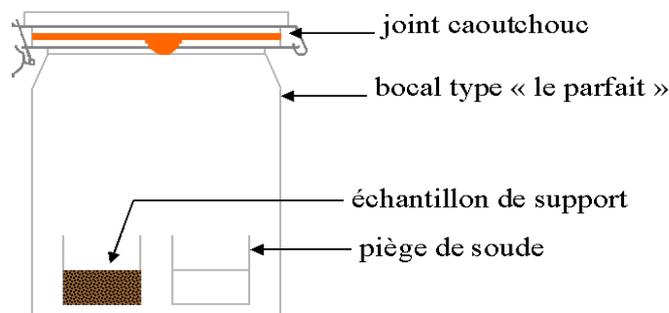
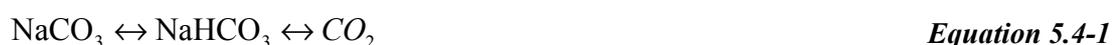


Figure 19. Dispositif expérimental

A t<sub>0</sub> l'échantillon est introduit dans le bocal. Le CO<sub>2</sub> piégé dans la soude est alors dosé à intervalle de temps régulier (changement du piège). Un bocal témoin est nécessaire (bocal sans échantillon) pour mesurer la quantité de CO<sub>2</sub> issu de l'atmosphère également piégé par la soude.

#### 5.4.3.3.Dosage :

Principe de la réaction :



Valeur approximative des pH à l'équilibre.

$$11 \leftrightarrow 8.2 \leftrightarrow 5$$

*Equation 5.4-3*

Le dosage se fait par ajout progressif d'acide à la burette dans la soude qui a servi au piégeage. On mesure ainsi le volume d'acide  $V_a$  nécessaire au passage de pH 11 à pH 5.

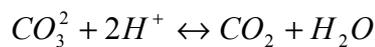
$$V_a \times C_a = M_a$$

*Equation 5.4-4*

$C_a$  concentration de l'acide utilisé.

$M_a$  nombre de moles d'acide utilisé.

2 moles d'acide dosent 1 mole de  $CO_2$  soit 12 g de carbone.



*Equation 5.4-5*

$$Q_c = 6 \times V_a \times C_a$$

*Equation 5.4-6*

$Q_c$  Quantité de carbone (g)

On observe ainsi l'augmentation de la quantité de carbone dégagé et piégé sous forme  $CO_2$  au cours du temps, jusqu'à l'asymptote  $C = C_0$ ,  $C_0$  étant la quantité de carbone dégradable.

Différentes études sur la minéralisation du carbone issu de produits organiques divers ont conduit à proposer des modèles d'ajustement non linéaires basés sur des cinétiques du premier ordre (Page et al., 1998). Ces modèles comportent soit un seul compartiment (un seul type de matière organique représenté) (voir Equation 5.4-7 et Figure 20) soit deux. Ces derniers prennent en compte un compartiment facilement minéralisable qui se dégrade selon une cinétique du 1<sup>er</sup> ordre et un second compartiment difficilement minéralisable (Equation 5.4-8).

$$C = C_0(1 - \exp(-kt))$$

*Equation 5.4-7*

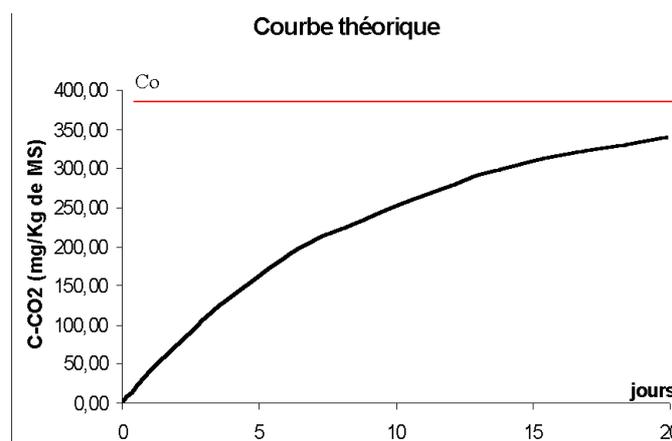


Figure 20. Courbe cumulée théorique

$$C = C_1(1 - \exp(-kt)) + Bt$$

*Equation 5.4-8*

Il est intéressant de comparer  $C_o$  déterminé par l'expérience de respirométrie et  $C_{tot}$  (quantité de carbone total). Le rapport  $C_o/C_{tot}$  donne la proportion de carbone biodégradable. L'évolution de ce rapport est intéressante à suivre dans le temps, elle permet de constater l'accumulation de matière biodégradable dans le filtre ou bien l'accumulation de matière non biodégradable.

#### 5.4.4. MESURES DU CARBONE ORGANIQUE (ANALYSEUR CHONS) :

Des mesures de carbone organique total sont effectuées, parallèlement aux tests de respirométrie, à l'aide d'un analyseur élémentaire CHONS (de marque FISIONS INSTRUMENTS EA1108). Les échantillons sont réduits sous forme de poudre à l'aide d'un mortier et d'un broyeur en agate avant d'être analysés. L'analyse est effectuée sur des échantillons de support prélevés en même temps que ceux servant aux expériences de respirométrie. La mesure est également réalisée sur des supports vierges. Les résultats présentés, exprimés en % (masse de carbone/masse de matériau sec), sont les résultats obtenus par analyses des supports auxquels on a retranché le carbone total présent sur le support vierge. La teneur en carbone total est en général bien corrélée avec la paf d'un sol (Tanner et Sukias, 1995). La relation mise en évidence entre paf et  $C_{tot}$  concerne également des mesures de paf auxquelles on retranche la paf des supports non colonisés.

### 5.5. Station expérimentale du Pradel

La station expérimentale du Pradel reçoit des charges variables (quotidiennement et selon la saison, en fonction de la production laitière caprine et du pic de lactation lié à la période de mise bas et à son étalement ou non). En moyenne, la charge organique est légèrement supérieure à celle appliquée sur les filtres pilotes (environ  $350 \text{ gDCO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ ). Pour diverses raisons, la programmation des recyclages est différente. Le fonctionnement de la pompe de recyclage, munie d'un contacteur de niveau, est autorisé pendant quatre périodes d'une heure réparties sur la journée d'alimentation. Si la hauteur d'eau dans la cuve de recyclage est suffisante, l'alimentation est autorisée et, en une heure il s'effectue plus d'un passage sur le filtre. Ceci signifie que toute comparaison détaillée avec le fonctionnement du pilote est impossible. Une approche des concentrations finales obtenues et des charges traitées est malgré tout permise.

Les résultats présentés sont issus de 2 massifs de  $15 \text{ m}^2$  chacun, mis en service fin 1998, constitués d'une épaisseur de 80 cm de pouzzolane en 2 couches de 40 cm, séparées par un système d'aération passive.

### 5.6. Modélisation

Pour prévoir l'aptitude des filtres à gravier à traiter des charges élevées d'effluents concentrés, une approche du comportement des massifs par modélisation est réalisée.

Un milieu poreux non saturé, au sein duquel s'est développée une population bactérienne, est constitué de quatre phases distinctes (voir Figure 4) :

- Les particules solides
- La phase liquide
- La phase gazeuse
- Le biofilm

A l'exception de la phase solide, supposée inerte, les trois autres phases sont en continuelle interaction. Le modèle élaboré se compose de quatre sous-parties :

- Sous-modèle d'écoulement.
- Sous-modèle de transfert des solutés.
- Sous-modèle de transfert gazeux.
- Sous-modèle de dégradation biologique.

Le schéma synoptique du modèle est représenté Figure 21

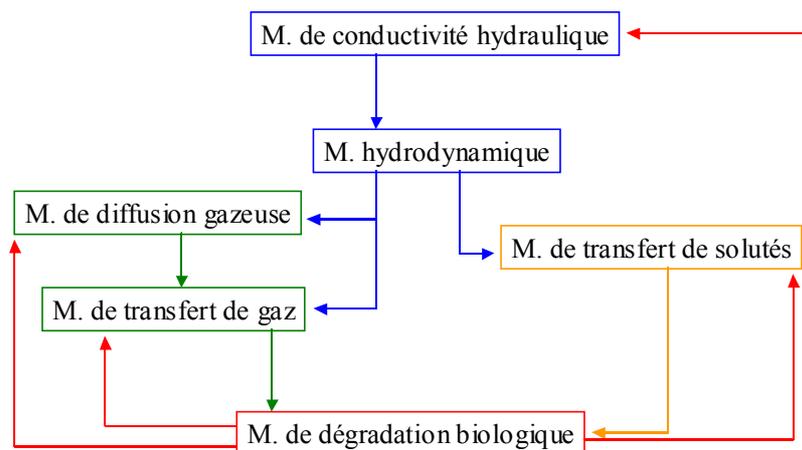


Figure 21. Synoptique du modèle

La description détaillée du modèle fait l'objet d'une publication spécifique (Boutin et al., 2001)

#### 5.6.1. MODELISATION DE L'ÉCOULEMENT :

Afin de tenir compte de l'existence des différents types d'eau présents au sein du milieu poreux, l'humidité du massif est définie selon Equation 5.6-1.

$$\theta = \theta^{mob} + \theta^{stag}$$

**Equation 5.6-1. Humidité totale**

$\theta$	humidité volumique totale du massif (ad.)
$\theta^{mob}$	humidité volumique mobile (ad.)
$\theta^{stag}$	humidité volumique stagnante (ad.)

Le biofilm est supposé se comporter comme une phase stagnante ajoutée. La définition de l'humidité stagnante prend en compte l'humidité résiduelle (retenue par le filtre vierge) et l'humidité retenue par le développement bactérien (Equation 5.6-2). Le modèle suppose qu'une partie de la biomasse est présente sous forme inerte afin de prendre en compte l'accumulation de matière organique au sein du filtre. Il est en première approche considéré que biomasses vivante et inerte contiennent la même quantité d'eau (utilisation d'un seul coefficient de volume massique  $\lambda$ ).

$$\theta^{stag} = \theta^{res} + \lambda(\rho^{biof} + \rho^{inert})$$

*Equation 5.6-2. Définition de l'humidité stagnante*

$\theta^{res}$	humidité volumique résiduelle (ad.)
$\lambda$	volume massique de la biomasse ( $L^3.M^{-1}$ )
$\rho^{biof}$	concentration de la biomasse ( $M.L^{-3}$ ) (en matière sèche)
$\rho^{inert}$	concentration de biomasse inerte ( $M.L^{-3}$ ) (en matière sèche)
$\lambda(\rho^{biof} + \rho^{inert}) = \theta^{biof}$	Humidité due à la présence du biofilm (ad.)

L'équation utilisée pour traduire l'écoulement en milieu poreux insaturé est celle de FOKKER-PLANCK (Equation 5.6-3). Par opposition au milieu plus fin (sable), l'écoulement en milieu gravillonnaire est essentiellement de nature gravitaire. L'hypothèse d'une diffusivité hydraulique faible et constante est généralement admise et est retenue ici (Chachuat, 1998). Plus encore, en négligeant les phénomènes de capillarité, le problème se réduit à un écoulement piston simple (Equation 5.6-4).

$$\frac{\partial \theta^{mob}}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left[ D_z(\theta) \frac{\partial \theta}{\partial z} - K(\theta) \right]$$

*Equation 5.6-3. Equation de Fokker-Planck*

K conductivité hydraulique ( $m^2.s^{-1}$ )

$$\frac{\partial \theta^{mob}}{\partial t} = - \frac{\partial}{\partial z} [K(\theta)]$$

*Equation 5.6-4. Equation simplifiée de l'écoulement*

En milieu poreux insaturé, la conductivité hydraulique est une fonction de l'humidité du massif. La relation conductivité hydraulique-teneur en eau est décrite par l'équation de KOZENY (Equation 5.6-5) :

$$K(\theta) = K_{s0} \left( \frac{\theta - \theta^{res}}{\phi - \theta^{res}} \right)^{n_0}$$

*Equation 5.6-5. Equation de Kozeny*

$\phi$	porosité du milieu ou teneur en eau du milieu saturé (ad.)
$n_0$	paramètre de traînée (caractérise le ressuyage)(ad.)
$K_{s0}$	conductivité hydraulique du milieu à saturation ( $m^2.s^{-1}$ )

Le paramètre de traînée varie beaucoup selon le type de matériau, entre 2 pour certains sables à 12 pour des argiles (Bect, 2000). De façon à tenir compte de l'influence du développement bactérien sur la perméabilité, l'Equation 5.6-5 est modifiée. Chachuat (1998) propose que le milieu se comporte comme si le biofilm était de l'humidité résiduelle supplémentaire. Cette hypothèse revient à translater la courbe  $K(\theta)$  de  $\theta^{biof}$  par rapport au cas du milieu vierge (voir Figure 22).

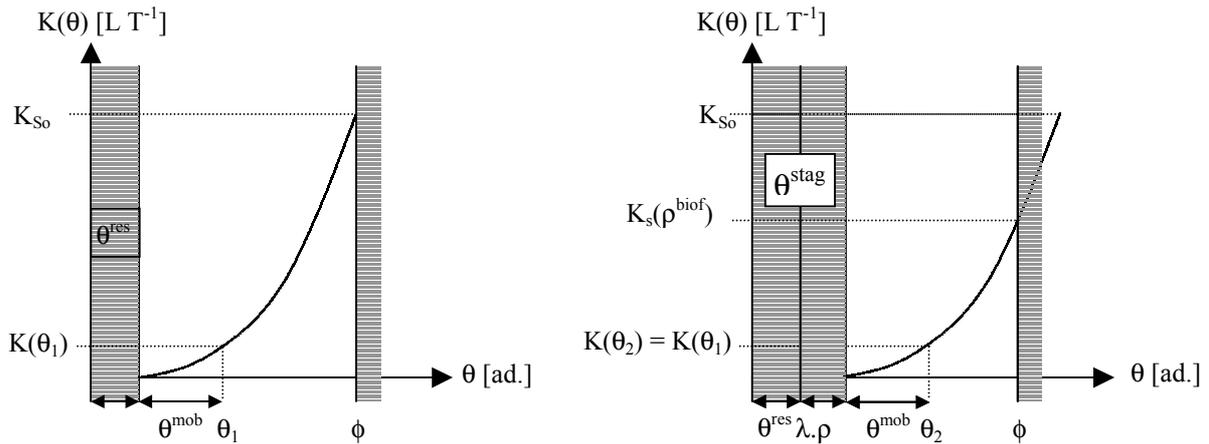


Figure 22. Prise en compte du biofilm dans l'établissement de l'équation de conductivité hydraulique : à gauche milieu vierge, à droite milieu colonisé (d'après Parouty 2001)

La Figure 22 illustre la prise en compte du biofilm dans l'établissement de la relation  $K=f(\theta)$ . L'expression suppose que la conductivité hydraulique à saturation du milieu poreux colonisé est la même que celle d'un même milieu vierge dont l'humidité totale serait :  $\theta = \phi - \lambda(\rho^{biof} + \rho^{inert})$

D'après cette hypothèse et d'après l'équation Equation 5.6-5, la conductivité hydraulique à saturation d'un milieu colonisé est :

$$K(\phi - \lambda\rho) = K_{S_o} \left( \frac{\phi - \lambda\rho - \theta^{res}}{\phi - \theta^{res}} \right)^{n_o} = K_{S_o} \left( \frac{\phi - \theta^{stag}}{\phi - \theta^{res}} \right)^{n_o} = K_{S_o}(\rho)$$

$$\rho = \rho^{biof} + \rho^{inert}$$

$K_{S_o}(\rho)$  Conductivité hydraulique à saturation en milieu colonisé

La conductivité hydraulique à saturation d'un milieu colonisé, pour une humidité  $\theta$  est :

$$K(\theta) = K_{S_o}(\rho) \left( \frac{\theta - \theta^{stag}}{\phi - \theta^{stag}} \right)^{n_o} \quad \text{Equation 5.6-6. Equation de Kozeny modifiée (1)}$$

Ce qui donne après simplification :

$$K(\theta) = K_{S_o} \left( \frac{\theta - \theta^{stag}}{\phi - \theta^{res}} \right)^{n_o} \quad \text{Equation 5.6-7. Equation de Kozeny modifiée (2)}$$

### 5.6.2. MODELISATION DES TRANSFERTS D'OXYGENE :

La modélisation ne s'occupe que de la concentration d'oxygène dans la phase gazeuse. Seuls les apports gazeux sont pris en compte, les apports dans la phase liquide (< 0.1% de la DCO appliquée) sont négligés (voir 4.3.3). L'équation décrivant le transfert d'oxygène est :

$$\frac{\partial[\phi_a \cdot C_{OXY}^{gaz}]}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left[ D_{OXY} \cdot \frac{\partial C_{OXY}^{gaz}}{\partial z} - q^{air} C_{OXY}^{gaz} \right] - R_{OXY} \quad \text{Equation 5.6-8. Concentration d'oxygène dans la phase gazeuse}$$

$\phi_a$  porosité libre à l'air ( $\phi_a = \phi - \theta$ ) (ad.)

$C_{OXY}^{gaz}$  concentration en oxygène dans la phase gazeuse (M.L<sup>-3</sup>)

$D_{OXY}$  coefficient de diffusion de l'oxygène dans le milieu poreux (L<sup>2</sup>.T<sup>-1</sup>)

$q^{air}$  débit spécifique d'air (L.T<sup>-1</sup>)

L'Equation 5.6-8 prend en compte les apports convectifs et diffusifs.

La fonction de diffusivité choisie est celle proposé par Currie (1960) :

$$D_{OXY} = D_0 \cdot A \cdot \phi_a^m \quad \text{Equation 5.6-9. Fonction de diffusivité}$$

$D_0$  coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'air à 273° K et à pression atmosphérique (cm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>)

A et m paramètres d'ajustement

Les échanges entre l'atmosphère du massif et le biofilm sont supposés assez rapides pour que les concentrations d'oxygène au sein de ces deux milieux soient proportionnelles. La relation entre concentration de l'oxygène dans la phase gazeuse et à l'intérieur du biofilm est décrite par la loi de Henry.

$$C_{OXY}^{gaz} = H \cdot C_{OXY}^{biof} \quad \text{Equation 5.6-10. Loi de Henry}$$

$C_{OXY}^{biof}$  concentration en oxygène à l'intérieur du biofilm (M.L<sup>-3</sup>)

H Constante de Henry (ad.)

### 5.6.3. MODELISATION DU TRANSFERT DES SOLUTES :

Comme pour le modèle d'écoulement, la distinction est faite entre phase mobile et phase stagnante. La dégradation de la pollution n'est supposée effective que dans la phase stagnante, là où se situe la biomasse fixée. Seuls les transferts de pollution dissoute sont représentés.

### 5.6.3.1. Fraction mobile :

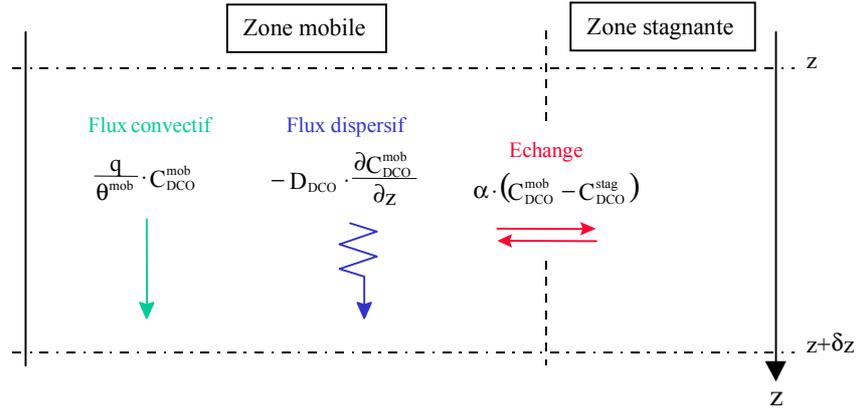


Figure 23. représentation du modèle de transfert des solutés

Dans la partie mobile, le flux massique de solutés est composé d'une partie convective proportionnelle au débit spécifique d'infiltration "q" et d'une partie dispersive proportionnelle au gradient de substrat dans la direction "z" via le coefficient de dispersion  $D_{DCO}$ . A cela s'ajoutent les échanges de solutés entre phase mobile et stagnante (voir Figure 23).

L'évolution de la concentration de substrat dans la phase mobile s'écrit :

$$\frac{\partial[\theta^{mob} \cdot C_{DCO}^{mob}]}{\partial t} = -\frac{\partial[q \cdot C_{DCO}^{mob}]}{\partial z} + \frac{\partial}{\partial z} \left[ D_{DCO} \cdot \theta^{mob} \frac{\partial C_{DCO}^{mob}}{\partial z} \right] - \alpha [C_{DCO}^{mob} - C_{DCO}^{stag}]$$

Equation 5.6-11. Concentration de substrat dans la phase mobile

- $C_{DCO}^{mob}$  concentration en DCO dans la phase mobile (M.L<sup>-3</sup>)
- $C_{DCO}^{stag}$  concentration en DCO dans la phase stagnante (M.L<sup>-3</sup>)
- $D_{DCO}$  coefficient de dispersion de la DCO dans la direction z (L<sup>2</sup>.T<sup>-1</sup>)
- $\alpha$  coefficient de transfert entre les deux phases (ad.)
- q débit spécifique d'infiltration (L.T<sup>-1</sup>)

Le débit spécifique d'infiltration se définit par la formule suivante :

$$q = -K(\theta) \cdot \left( \frac{\partial \psi(\theta)}{\partial z} - 1 \right) \quad \text{Equation 5.6-12. Débit spécifique d'infiltration}$$

$\psi(\theta)$  fonction de succion (m)

Il a jusqu'à présent été supposé que les phénomènes de succion étaient négligeables. Ceci permet d'aboutir à l'égalité entre K et q.

### 5.6.3.2. Fraction stagnante :

La distribution du soluté est supposée uniforme sur l'épaisseur du film liquide. Le flux de soluté est essentiellement dû aux échanges avec la phase mobile, auxquels il faut ajouter le terme de dégradation du substrat par la biomasse et le terme de dégradation de la biomasse elle-même.

$$\frac{\partial[\theta^{stag} \cdot C_{DCO}^{stag}]}{\partial t} = \alpha [C_{DCO}^{mob} - C_{DCO}^{stag}] - R_{DCO} + \delta \cdot Z \quad \text{Equation 5.6-13. Concentration de substrat dans la phase stagnante}$$

- $R_{DCO}$  terme de dégradation de la pollution par la biomasse (ad.)
- $\delta$  coefficient de transformation de la biomasse morte en DCO (ad.)
- Z concentration de la biomasse biodégradable après mort cellulaire (M.L<sup>-3</sup>)

#### 5.6.4. MODELISATION DU DEVELOPPEMENT DE LA BIOMASSE :

A peu d'exceptions près, la littérature décrit la biodégradation d'un substrat selon l'équation de Michaelis et Menten :

$$R = kC \left( \frac{C_s}{C_s + C_M} \right) \quad \text{Equation 5.6-1. Equation de Michaelis et Menten}$$

$$R = \frac{dC_s}{dt} \text{ taux de disparition du substrat} \quad C_s \text{ concentration du substrat}$$

$$k \text{ constante} \quad C_M \text{ constante de Michaelis}$$

$C$  concentration en biomasse ou enzyme

Cette équation traduit la transition graduelle entre une réaction du premier ordre et une réaction d'ordre nul. A forte concentration de substrat, le taux de sa disparition est indépendant de sa concentration. A faible concentration le taux de disparition est proportionnel à la concentration en substrat. Dans un système tel que les lits d'infiltration, la croissance des microorganismes est en général sous l'influence de plusieurs substances chimiques simultanément (Chachuat, 1998). Le développement des microorganismes est ici sous l'influence de la disponibilité en oxygène et en substrat.

##### 5.6.4.1. Consommation du substrat

Il est possible d'exprimer cette dualité en exprimant le terme puits du substrat de la façon suivante

$$R_{DCO} = \frac{\mu_m}{Y} \left[ \frac{C_{DCO}^{stag}}{K_{DCO}^{1/2} + C_{DCO}^{stag}} \right] \cdot \left[ \frac{C_{OXY}^{gaz}}{K_{OXY}^{1/2} + C_{OXY}^{gaz}} \right] \cdot \rho^{biof} \quad \text{Equation 5.6-14. Terme puits de substrat}$$

$\mu_m$  taux maximum de croissance des microorganismes (ad.)

$Y$  rendement de conversion du substrat en biomasse (ad.)

$K_{DCO}^{1/2}$  concentration de demi-activité par rapport à la DCO (M.L<sup>-3</sup>)

$K_{OXY}^{1/2}$  concentration de demi-activité par rapport à l'oxygène (M.L<sup>-3</sup>)

##### 5.6.4.2. Consommation d'oxygène

La consommation de l'oxygène résulte à la fois de la conversion du substrat en biomasse (Equation 5.6-15) et de la respiration endogène (Equation 5.6-16). Ces deux équations sont également basées sur la cinétique de Michaelis et Menten:

$$R_{OXY}^{conv} = \gamma \cdot \mu_m \left[ \frac{C_{DCO}^{stag}}{K_{DCO}^{1/2} + C_{DCO}^{stag}} \right] \cdot \left[ \frac{C_{OXY}^{biof}}{K_{OXY}^{1/2} + C_{OXY}^{biof}} \right] \cdot \rho^{biof} \quad \text{Equation 5.6-15. Consommation d'oxygène pour l'anabolisme}$$

$\gamma$  coefficient d'utilisation de l'oxygène pour la synthèse bactérienne (ad.)

$$R_{OXY}^{endo} = \beta \cdot K_d \cdot \left[ \frac{C_{OXY}^{biof}}{K_{OXY}^{1/2} + C_{OXY}^{biof}} \right] \cdot \rho^{biof} \quad \text{Equation 5.6-16. Consommation d'oxygène par respiration endogène}$$

$K_d$  coefficient d'autorégulation de la biomasse (ad.)

$\beta$  coefficient d'utilisation de l'oxygène pour le maintien des microorganismes (ad.)

Le terme général de respiration est donc :

$$R_{OXY} = \left[ \gamma \cdot \mu_m \left( \frac{C_{DCO}^{stag}}{K_{DCO}^{1/2} + C_{DCO}^{stag}} \right) + \beta \cdot K_d \right] \cdot \left( \frac{C_{OXY}^{biof}}{K_{OXY}^{1/2} + C_{OXY}^{biof}} \right) \cdot \rho^{biof}$$

**Equation 5.6-17. Consommation d'oxygène**

#### 5.6.4.3. Développement bactérien :

Le système d'équations relatives à l'évolution des concentrations de l'oxygène et de la DCO dans les différentes phases du système est complété par une équation bilan de la phase microbienne.

$$\frac{\partial \rho^{biof}}{\partial t} = Y \cdot R_{DCO} - K_d \left( \frac{C_{OXY}^{biof}}{K_{OXY}^{1/2} + C_{OXY}^{biof}} \right) \cdot \rho^{biof}$$

**Equation 5.6-18. Développement bactérien**

La décroissance est supposée essentiellement liée au besoin d'entretien des microorganismes, elle est fonction de la disponibilité en oxygène et de la quantité de biomasse. Bien que cette approche se vérifie sous conditions particulières, il n'est pas possible en général, d'interpréter  $K_d$  comme représentant un seul phénomène. La décroissance résulte en effet de la superposition de nombreux processus, comme la mort cellulaire et le détachement du biofilm (Chachuat, 1998). Pour exprimer le développement bactérien à partir de la concentration d'oxygène en phase gazeuse, on utilise une constante d'affinité modifiée :

$$K_{MOD}^{1/2} = H \cdot K_{OXY}^{1/2}$$

**Equation 5.6-19. Constante modifiée d'affinité vis à vis de l'oxygène**

L'Equation 5.6-18 devient ainsi :

$$\frac{\partial \rho^{biof}}{\partial t} = Y \cdot R_{DCO} - K_d \left( \frac{C_{OXY}^{gaz}}{K_{MOD}^{1/2} + C_{OXY}^{gaz}} \right) \cdot \rho^{biof}$$

**Equation 5.6-20. Développement bactérien (bis)**

L'accumulation de matière inerte issue du métabolisme bactérien est décrite grâce à l'équation suivante, par simple proportionnalité avec le terme de décroissance bactérienne :

$$\frac{\partial \rho^{inert}}{\partial t} = f \cdot K_d \left( \frac{C_{OXY}^{gaz}}{K_{MOD}^{1/2} + C_{OXY}^{gaz}} \right) \cdot \rho^{biof}$$

**Equation 5.6-21. Accumulation de matière inerte**

$f$  fraction de la biomasse accumulée suite à la mort cellulaire (ad.)

La concentration  $Z$  de substrat issu de la mort cellulaire est égale à :

$$Z = \delta \cdot f' \cdot K_d \left( \frac{C_{OXY}^{gaz}}{K_{MOD}^{1/2} + C_{OXY}^{gaz}} \right) \cdot \rho^{biof}$$

**Equation 5.6-22 .biomasse morte biodégradable**

$f'$  fraction de la biomasse biodégradable suite à la mort cellulaire (ad.)

$\delta$  Coefficient de transformation de la biomasse en DCO (ad.)

La valeur de  $f'$  est comprise entre 0 et  $1 - f$ , mais la somme  $f' + f$  n'est pas forcément égale à 1 car le terme de régression de la biomasse est un terme général qui englobe divers processus. Le terme  $\delta$  est le coefficient de transformation de la biomasse en DCO, on peut l'estimer à 2 g de DCO par g de biomasse selon la composition moyenne de l'extrait sec d'une cellule symbolisée par la formule  $C_5H_7O_2N$  (Parouty, 2001).

### 5.6.5. PARAMETRAGE

Les paramètres du modèle d'écoulement sont estimés expérimentalement. Les paramètres des modèles de transfert gazeux, de transfert de solutés et de dégradation biologique ont été, en première approche, choisis parmi des valeurs bibliographiques.

Le Tableau 11 récapitule les paramètres utilisés par le modèle, issus de la littérature ou de l'étude des milieux vierges. Pour les paramètres issus de la littérature, une fourchette, lorsqu'elle est disponible, est donnée, leur valeur ne sera retenue que lors de l'ajustement des simulations aux mesures (Chachuat 1998, Bect, 2000, Bancolé, 2001, Parouty, 2001).

Les paramètres mesurés, présentés ici (la porosité, la conductivité et l'humidité résiduelle), sont relatifs au massif de pouzzolane.

Tableau 11. Récapitulatif des paramètres utilisés par le modèle

Paramètres	Symboles	Valeurs retenues
Paramètre de la fonction de diffusivité	A [ad.]	1
Coefficient de dispersion de la DCO	$D_{DCO}$ [ $L^2.T^{-1}$ ]	0.043-0.061 $cm^2.h^{-1}$
Coefficient de diffusion de l'air	$D_0$	0.22 $cm^2.s^{-1}$
Constante de Henry	H [ad.]	28
Coefficient d'autorégulation de la biomasse	$K_d$ [ $T^{-1}$ ]	0.0275-0.2 $j^{-1}$
Concentration de demi-activité pour la DCO	$K_{DCO}^{1/2}$ [ $M.L^{-3}$ ]	0.1-0.15 $g.L^{-1}$
Concentration de demi-activité de L'oxygène dans le biofilm	$K_{OXY}^{1/2}$ [ $M.L^{-3}$ ]	$7.10^{-4}$ - $12.10^{-4}$ $g.L^{-1}$
Conductivité à saturation	K [ $L.T^{-1}$ ]	7 $cm.s^{-1}$
Paramètre de la fonction de diffusivité	m	1
Paramètre de traînée	$n_0$ [ad.]	2-12
Rendement de conversion de substrat en biomasse	Y [ad.]	0.1-0.4
Coefficient de transfert de la DCO	$\alpha$ [ad.]	0.0000055 $cm^2.s^{-1}$
Coefficient d'utilisation de l'oxygène pour le catabolisme	$\beta$ [ad.]	0.04
Coefficient d'utilisation de l'oxygène pour la synthèse	$\gamma$ [ad.]	1-1.7
Coefficient de transformation de la biomasse en DCO	$\delta$ [ad.]	2 g DCO /g de MVS
Humidité volumique résiduelle	$\theta^{res}$ [ad.]	8.7 %
Volume massique de la biomasse	$\lambda$ [ $L^3.M^{-1}$ ]	0.01-0.1 $L.g^{-1}$
Taux maximum de croissance bactérienne	$\mu_m$ [ $T^{-1}$ ]	4-10 $j^{-1}$
Porosité totale	$\phi$ [ad.]	0.54
Fraction d'accumulation de la biomasse	f [ad.]	8-20 %
Fraction de dégradation de la biomasse morte	f' [ad.]	60-80%

## **6. RESULTATS**

### **6.1. Fonctionnement du pilote**

Le pilote expérimental fonctionne sur deux périodes distinctes entre Mars 1999 et Septembre 2001. La première période dure 33 semaines. Pendant ce laps de temps, 3 colonnes sont mises en fonctionnement au rythme de 3 jours d'alimentation 4 jours de repos (3/4) :

- Une colonne P1 garnie de 60cm de pouzzolane (***P1a***)
- Une colonne G1 garnie de 60cm de gravier (***G1a***)
- Une colonne P2 garnie de 60cm de pouzzolane (***P2a***)

Toutes les colonnes fonctionnent alors à la même charge organique et hydraulique.

Durant la seconde période de fonctionnement, qui débute en Avril 2000 et qui s'achève en Septembre 2001, 5 colonnes sont testées au rythme 7/7 (le redémarrage du pilote se fait au rythme 3/4 durant 8 semaines avant passage au rythme 7/7) :

- La colonne P1 est redémarrée (***P1b***)
- La colonne G1 est redémarrée (***G1b***)
- La colonne P2 est redémarrée à une charge organique inférieure (60%) (***P2b***)
- Une colonne G2 garnie de 60cm de gravier est démarrée (***G2b***)
- Une colonne G3 garnie de 60cm de gravier est démarrée au rythme 5/9 en remplacement de la colonne P1. (***G3b***)

Entre ces deux périodes de fonctionnement, 168 jours se sont écoulés. Les colonnes ne subissent aucun traitement particulier durant cette période de repos.

Dans un souci de clarté, la nomenclature signalée en ***gras italique*** est adoptée par la suite. L'indexation ***Xa*** correspond à la première période de fonctionnement, ***Xb*** à la seconde. Lorsque cela est précisé, le rythme auquel la colonne fonctionne suit. Ex : P1b3/4 correspond à la colonne de pouzzolane redémarrée lors de la seconde période et fonctionnant au rythme 3/4. (*Remarque : l'indexation ***Xa*** correspond obligatoirement au rythme 3/4 ce type de fonctionnement ayant été le seul testé lors de la première période.*)

Chaque journée de fonctionnement au cours d'un cycle (3/4 ou 7/7) est nommée Jx, ainsi J1 désigne le premier jour de fonctionnement, J2 le deuxième et ainsi de suite. Au sein d'une même journée d'alimentation Jx, plusieurs bâchées sont effectuées. Leur désignation est Px. P1 correspond à l'effluent ayant passé une fois à travers le massif, P6 à celui ayant passé 6 fois. P6 correspond au rejet du système, le nombre de recyclages étant fixé à 5.

### **6.2. Suivi des performances du procédé**

#### **6.2.1. SUIVI DE LA CHARGE ORGANIQUE APPORTEE**

L'effluent de synthèse est préparé quotidiennement avec le plus grand soin. La variation de la composition des poudres utilisées (lait et lactosérum) entraîne malgré cela, et en plus du facteur opérateur, des changements de concentration du « lait » reconstitué. Un suivi de la concentration de l'effluent d'entrée est réalisé afin de déterminer la charge moyenne appliquée au pilote. De plus, le dispositif de balance fournit le volume réellement introduit sur le filtre et permet de connaître la charge polluante réellement apportée (voir Tableau 12).

Remarque : Le suivi du pilote étant déjà très lourd à assurer, nous ne nous sommes pas intéressés au suivi des performances vis à vis de l'azote (azote d'ailleurs marginale compte tenu de sa faible teneur relative dans l'eau usée reconstituée (voir Tableau 7, page 44)). En conséquence les charges ont été exprimées par rapport à la seule DCO, avec l'objectif de s'approcher de 300 g de DCO m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup>.

Tableau 12. Composition moyenne de l'influent de synthèse lors du fonctionnement du pilote

		DCO brute (mg.L <sup>-1</sup> )	DCO filtrée (mg.L <sup>-1</sup> )	MES (mg.L <sup>-1</sup> )	R = [(DCO brute - DCO filtrée)/MES]
Première période	Moyenne	9420	8350	370	3.18
	s (écart type)	854	881	129	1.59
	nombre de mesures	41	41	41	41
Seconde période	Moyenne	9160	8540	210	3.16
	s (écart type)	434	288	48	1.08
	nombre de mesures	38	5	5	5
Total	Moyenne	9390	8370	350	3.17
	s (écart type)	695	837	132	1.54
	nombre de mesures	79	46	46	46

Il n'existe pas de différence significative entre les DCO brutes des « laits » préparés lors de la première et de la seconde période. Le rapport  $R = [(DCO\ brute - DCO\ filtrée)/MES]$  est théoriquement caractéristique de la « qualité » des MES ou plus précisément de leur "charge polluante". En fait, dans tout effluent il persiste une fraction de la matière organique non dégradable dite "réfractaire" ou "dure" qui est vraisemblablement de 30 à 40 mg.L<sup>-1</sup> de DCO, on peut donc ajouter à R un terme "a" = [DCO dure/MES] qui peut être estimé à 0.2. On a en fait :

$$a+R = [(DCO\ dure + DCO\ des\ MES)/MES].$$

Le rapport R calculé dans les tableaux surestime donc la DCO attribuable aux seules MES. Le rapport R estimé pour les MES du lait est erroné, le rapport théorique maximal étant approximativement 2.9 pour un effluent de graisse (voir Annexe 3)

Qualitativement, on peut mentionner que les MES mesurées sur l'effluent reconstitué sont en fait une fraction colloïdale de l'effluent, la DCO particulière étant sans doute proche de zéro au vu de la méthode de préparation du « lait ». Cette particularité ajoute à l'imprécision de la mesure des MES par filtration (voir Annexe 3).

En tenant compte des concentrations réelles de l'influent, la charge moyenne reçue par les filtres est de 280 g de DCO m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup>. La charge envoyée sur la colonne P2 lors de la seconde phase de fonctionnement s'élève donc à 170 g de DCO m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup>

### 6.2.2. ETUDE PILOTE DES PERFORMANCES DU PROCEDE

La performance des filtres est jugée sur l'analyse physico-chimique des filtrats recueillis dans le bac de recyclage. Les prélèvements sont effectués 4 heures après la 6<sup>ème</sup> bûchée soit juste avant le début d'une nouvelle alimentation. L'analyse des matières en suspension (MES) est réalisée dans la foulée des prélèvements, tout comme, si elle a lieu, la filtration de l'effluent. Les échantillons bruts et filtrés sont acidifiés (ajout de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> jusqu'à pH 2) et conservés au froid (+ 4°C) jusqu'à la mesure de leur teneur en DCO.

Le suivi de la qualité physico-chimique des effluents est réalisé lors des deux périodes de fonctionnement du pilote. C'est à dire 230 jours en 1999 et 450 jours en 2000-2001.

### 6.2.2.1. Massif G1

#### 6.2.2.1.1. Démarrage du filtre :

La stabilisation des concentrations en sortie du filtre à gravier lors de la première phase de fonctionnement apparaît après 4 cycles d'alimentation. Ceci correspond à la mise en place de la biomasse épuratrice (voir Figure 24).

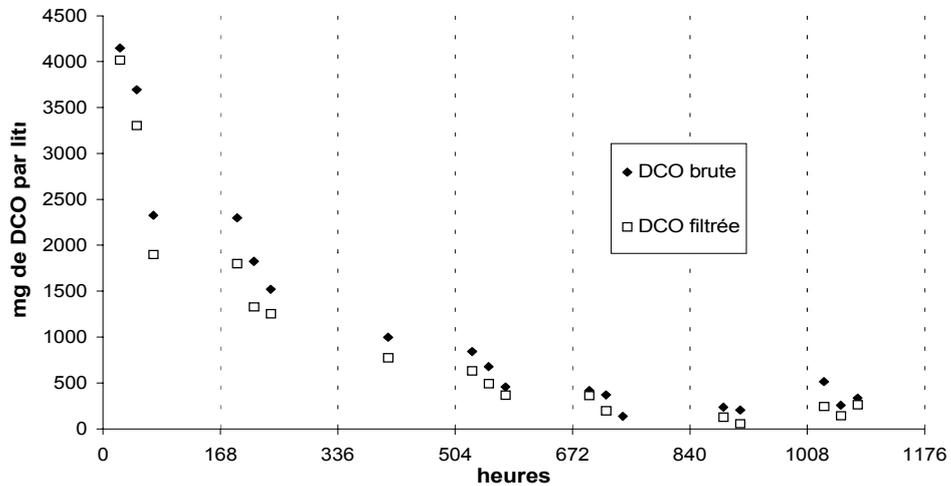


Figure 24. DCO des rejets issus du filtre G1a lors des 7 premières semaines de fonctionnement

#### 6.2.2.1.2. Performance du massif de gravier tout au long de son fonctionnement

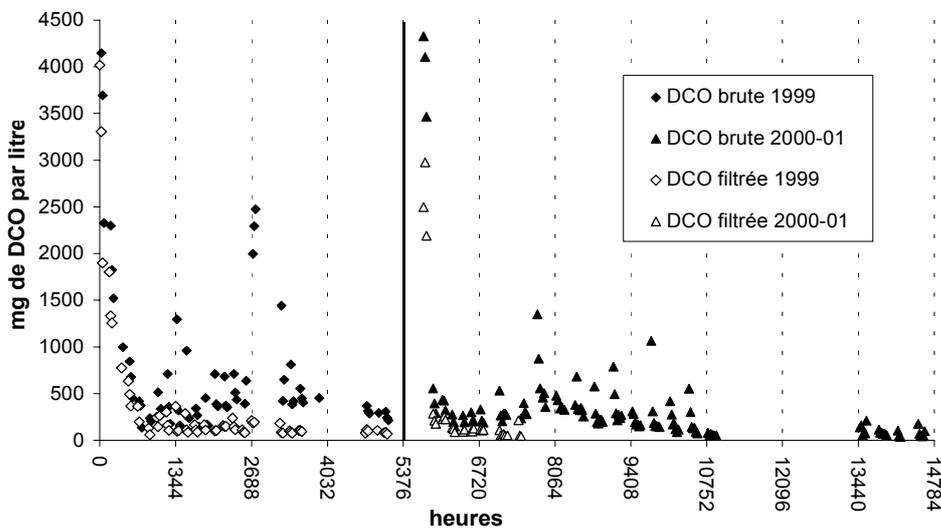


Figure 25. Suivi de la qualité des rejets du filtre (G1a et G1b)

La Figure 25 montre la qualité de l'effluent en sortie de filtre à gravier en terme de DCO tout au long de son fonctionnement. Les deux périodes de fonctionnement sont représentées comme consécutives, elles sont en fait séparées par une période de repos de 168 jours. En sortie de filtre, la DCO brute est en moyenne égale à  $487 \pm 104 \text{ mg.L}^{-1}$ . Ceci correspond à un rendement d'épuration de 95%. La qualité du rejet est fortement pénalisée par le relargage important de MES. Ces MES proviennent vraisemblablement du décrochage d'une partie du biofilm développé sur le support. Les premiers jours d'alimentation (J1) sont marqués par le lessivage des filtres, un important décrochage de biofilm, fragilisé au cours de la période de

repos, est observé. Ainsi, les J1 présentent une moindre qualité de traitement (voir Tableau 13). Ce phénomène s'accompagne de moindres volumes d'effluent récupéré lors du premier jour d'alimentation. En effet les J1 sont également marqués par une ré-humidification des massifs, ils se distinguent nettement des autres jours d'alimentation par des volumes ressuyés faibles. La Figure 26 montre la masse moyenne d'effluent récupéré dans le bac R suite aux différentes bâchées. On note la différence de masses récupérées les J1 et le reste de la semaine. Le volume appliqué sur les filtres est de 7 litres lors du fonctionnement 3/4 (points en blanc) et de 6 litres en fonctionnement 7/7 (points en noirs).

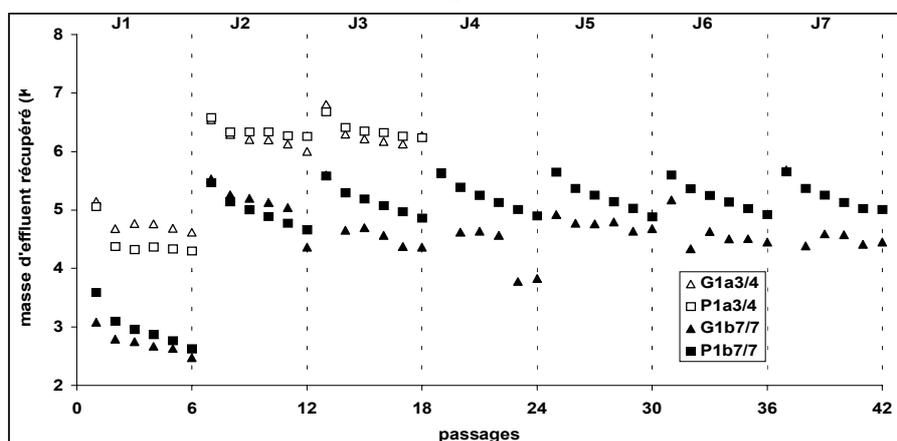


Figure 26. Masse moyenne d'effluent récupéré dans le bac R après chaque bâchée

Les périodes de démarrage et la mauvaise qualité des rejets qu'elles entraînent (première et seconde période de fonctionnement) influencent nettement la moyenne globale des performances (voir Figure 24).

Tableau 13. Performance moyenne, en concentrations, du filtre à gravier sur l'ensemble de son fonctionnement (G1a et G1b)

		DCO brute	DCO filtrée	MES
G1 total	Moyenne	487 mg.L <sup>-1</sup>	378 mg.L <sup>-1</sup>	345 mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	717	731	366
	nombre de mesures	185	90	96
G1 sans démarrage	Moyenne	345 mg.L <sup>-1</sup>	136 mg.L <sup>-1</sup>	336 mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	350	72	364
	nombre de mesures	172	77	86
A titre indicatif G1 sans démarrage sans les J1	Moyenne	309 mg.L <sup>-1</sup>	176 mg.L <sup>-1</sup>	253 mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	342	237	273
	nombre de mesures	142	61	62

#### 6.2.2.1.3. Evolution des performances du filtre à gravier

Les performances du filtre G1a3/4 sont figurées dans le Tableau 14. La charge quotidiennement appliquée est de 700g de DCO m<sup>-2</sup>. Le démarrage a lieu sur un massif vierge. Les résultats des 4 premières semaines de fonctionnement ne sont pas retranscrits ici pour ne pas tenir compte du démarrage du filtre.

Tableau 14. Performances du filtre G1a

	DCO brute	DCO filtrée	MES	R [DCOb-DCOf]/MES
moyenne	533 mg.L <sup>-1</sup>	143 mg.L <sup>-1</sup>	388 mg.L <sup>-1</sup>	1.29
s (écart type)	496	73	374	0.46
nombre de mesures	55	52	61	51

Durant la seconde période de fonctionnement deux rythmes d'utilisation sont expérimentés. Le redémarrage se fait au rythme 3/4, puis le rythme 7/7 jours est testé. Le Tableau 15 présente les caractéristiques de l'effluent du filtre G1b avant son premier colmatage. Les moyennes des trois paramètres mesurés intègrent le fonctionnement au rythme 3/4 et 7/7. La première semaine de fonctionnement est retirée du calcul des moyennes, pour ne pas tenir compte du démarrage. Le re-démarrage du filtre est en effet cette fois plus rapide et ne dure qu'une semaine.

Tableau 15. Performances du filtre G1b

	DCO brute	DCO filtrée	MES	R [DCOb-DCOf]/MES
moyenne	259mg.L <sup>-1</sup>	125 mg.L <sup>-1</sup>	210 mg.L <sup>-1</sup>	1.17
s (écart type)	208	70	312	0.27
nombre de mesures	118	26	25	25

Les performances des filtres G1a et G1b, en terme de DCO brutes, sont différentes (différence hautement significative entre 533 et 296 mg.L<sup>-1</sup>). La qualité du rejet s'améliore lors de la seconde période de fonctionnement. La concentration en DCO brute est divisée par un facteur proche de 2.

L'amélioration semble essentiellement due à la réduction de la concentration des MES (différence significative entre 388 et 210 mg.L<sup>-1</sup>), la différence observée au niveau des concentrations en DCO filtrées n'étant pas significative. Toutefois, le faible nombre d'analyses pour ces deux derniers paramètres et leur regroupement en début de période de fonctionnement ne permettent pas d'en être complètement sûr. Le rapport R n'évolue pas entre les deux périodes de fonctionnement. L'amélioration des performances globales (DCO brute) du filtre G1 est soit provoquée par le vieillissement du massif, soit par le changement de rythme d'alimentation. En effet plus de 80 % des mesures de DCO brute réalisées pour G1b, le sont durant le fonctionnement 7/7.

Le filtre G2b est mis en fonctionnement lors de l'année 2000, ceci principalement afin de mieux étudier la colonisation du massif. Les rejets de cette colonne sont tout de même suivis et les résultats sont présentés dans le Tableau 16. La période de démarrage n'est pas prise en compte.

Tableau 16. Performances du filtre G2b7/7

	DCO brute
Moyenne	479 mg.L <sup>-1</sup>
s (écart type)	442
nombre de mesures	89

Il n'existe pas de différence significative entre la qualité du rejet de G1a3/4 et celle de G2b7/7 pour des massifs de gravier d'âges comparables. Ceci tend à montrer que le changement de rythme d'alimentation n'est pas le responsable de l'amélioration des performances du massif. La maturation du filtre en serait à l'origine.

S'il n'est pas montré, au cours du fonctionnement de G1a, d'amélioration notable des performances du filtre, il semble que la qualité du rejet de G1b s'améliore au fil du temps lors du fonctionnement au rythme 7/7. La Figure 27 montre l'évolution de la qualité des rejets issus du dernier jour d'alimentation (J7) du filtre G1b.

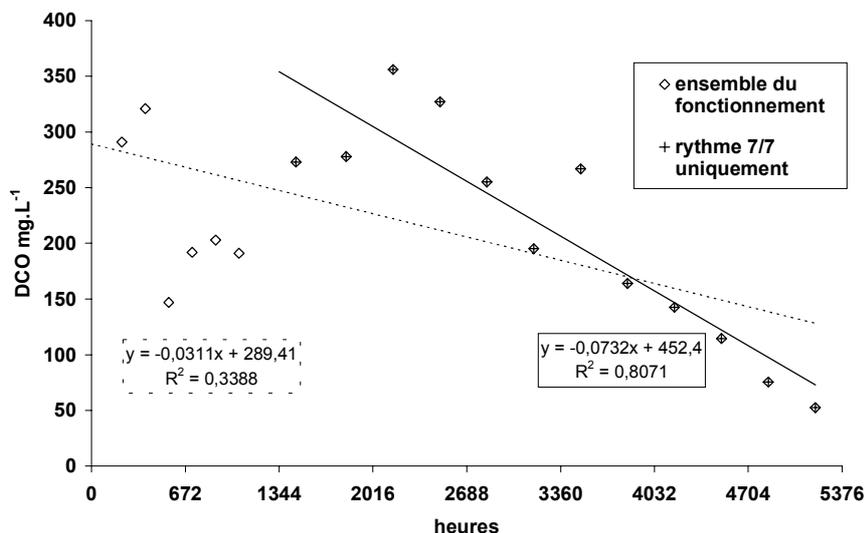


Figure 27. Évolution de la qualité du rejet de G1b au cours de son fonctionnement (seuls les J7 sont pris en compte)

#### 6.2.2.1.4. Cinétique de dégradation

En début de suivi, suite à la stabilisation des performances, des mesures de qualité sont effectuées sur chaque passage. Elles permettent de déterminer le bénéfice, en terme d'élimination de la DCO, apporté par chaque recyclage. Les résultats obtenus sur la colonne G1a pour la semaine 5 sont présentés dans le Tableau 17. La DCO est exprimée en masse, c'est à dire en tenant compte à la fois des concentrations de sortie et des volumes recueillis après chacune des bâchées (voir 6.2.3).

Tableau 17. Rendements d'élimination de la pollution carbonée obtenus sur G1a lors du J2 de la semaine 5

passages	DCO filtrée	DCO brute	Pollution éliminée		Rendement par passage	
	(g)	(g)	DCO filtrée	DCO brute	DCO filtrée	DCO brute
lait	56,00	56,91				
1	29,56	32,37	47,2 %	43,1 %	47,2 %	43,1%
2	18,07	20,29	67,7 %	64,4 %	38,9 %	37,3%
3	10,36	12,18	81,5 %	78,6 %	42,6 %	40,0%
4	4,05	5,54	92,8 %	90,3 %	60,9 %	54,5%
5	2,32	3,70	95,9 %	93,5 %	42,7 %	33,2%
6	1,20	2,26	97,9 %	96,0 %	48,4 %	39,1%

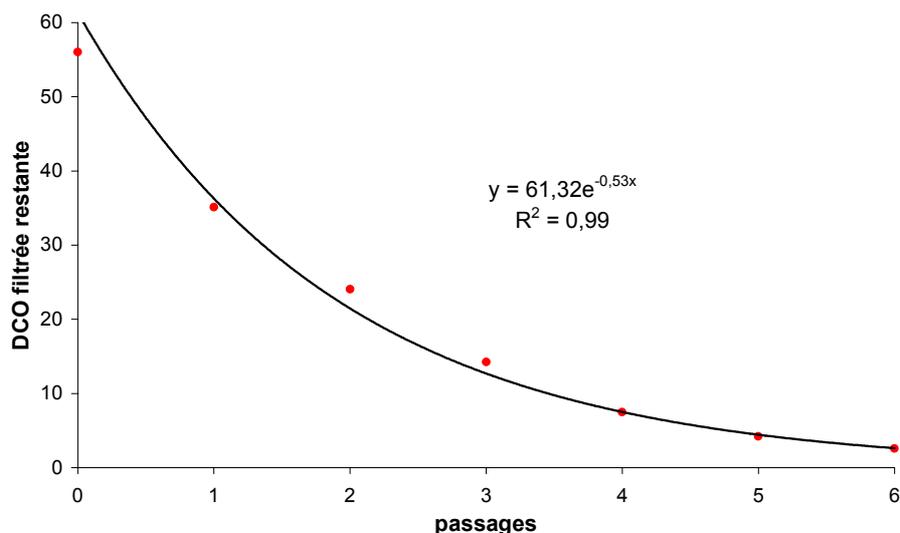


Figure 28. Evolution de la quantité de DCO filtrée de l'effluent au cours des différents passages au sein du massif de gravier (S5J1)

La Figure 28 montre l'évolution de la qualité de l'effluent (DCO filtrée) au fur et à mesure des recyclages lors de la semaine 5. Cette évolution est bien représentée par une fonction exponentielle ( $r^2 = 0,99$ ). En moyenne chaque passage abat 45% de la DCO filtrée et 41% de la DCO brute. Les rendements observés pour la semaine 5 étaient de 96% d'abattement sur la DCO brute et de 98% sur la DCO filtrée.

Un suivi aussi poussé des performances de la colonne n'a pas été reconduit, des mesures réalisées suite à un premier passage ont toutefois montré des rendements de 70 % sur la DCO brute (semaine 29, jour 2). Durant cette période de fonctionnement le rendement obtenu en DCO brute suite aux 6 passages était de 97%.

Le meilleur rendement obtenu lors du premier passage n'a pas d'incidence sur le rendement final. La cinétique de dégradation de la pollution carbonée a donc évolué au cours du fonctionnement de la colonne. Vraisemblablement avec le vieillissement du massif, l'essentiel de la dépollution est atteint lors des premiers passages.

## 6.2.2.2. Massif P1

### 6.2.2.2.1. Démarrage du filtre

La stabilisation des performances du filtre P1a s'obtient après seulement 1 cycle d'alimentation (voir Figure 29).

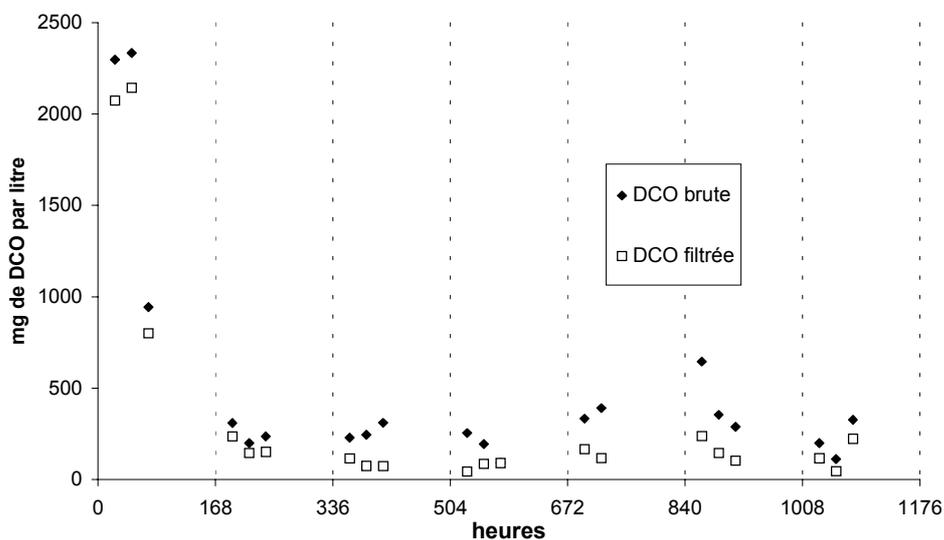


Figure 29. DCO des rejets issus du filtre P1a lors des 7 premières semaines de fonctionnement

### 6.2.2.2.2. Performance du massif P1 au cours des 2 périodes de fonctionnement

La Figure 29 montre la qualité de l'effluent en sortie de filtre P1 en terme de DCO tout au long de son fonctionnement. Comme pour la Figure 25 les deux périodes de fonctionnement sont représentées comme consécutives, elles sont en fait séparées par une période de repos de 168 jours. En sortie de filtre, la DCO brute est en moyenne égale à  $352 \pm 66 \text{ mg.L}^{-1}$ . Ceci correspond à un rendement d'épuration de 96%. L'ensemble des résultats obtenus lors du suivi du massif P1 est regroupé dans le Tableau 18. L'effluent de sortie présente une importante concentration en MES dont l'origine est probablement la même que pour le massif de gravier. Comme pour le massif de gravier, le lessivage des MES, concomitant des moindres volumes récupérés, pénalise la qualité des rejets des J1.

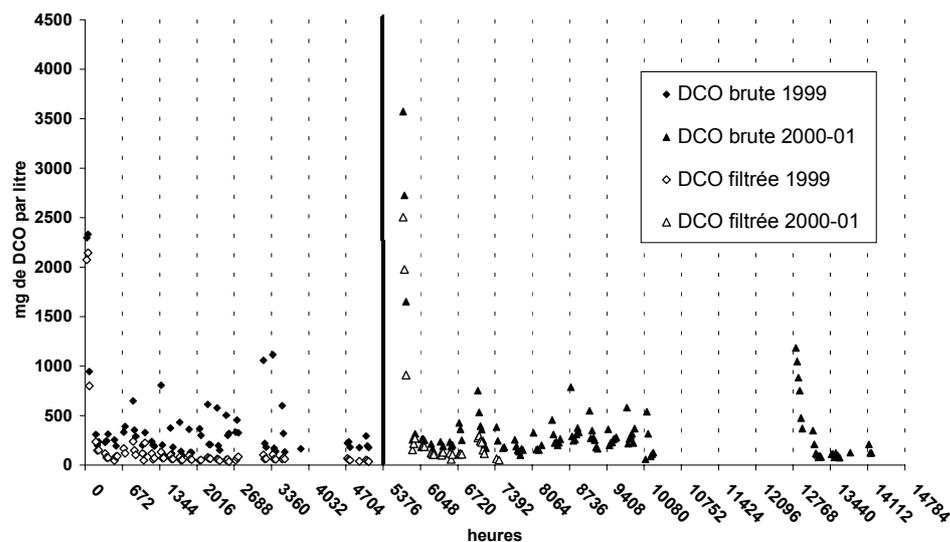


Figure 30. Suivi de la qualité des rejets des filtres P1a et P1b

Tableau 18. Performance moyenne du filtre à pouzzolane sur l'ensemble de son fonctionnement

		DCO brute	DCO filtrée	MES
Pouzzolane total	Moyenne	352 mg.L <sup>-1</sup>	207mg.L <sup>-1</sup>	200mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	437	437	192
	nombre de mesures	174	94	98
Pouzzolane sans démarrage	Moyenne	284 mg.L <sup>-1</sup>	103 mg.L <sup>-1</sup>	193 mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	197	61	186
	nombre de mesures	168	88	92
Pouzzolane sans démarrage, sans les J1	Moyenne	245 mg.L <sup>-1</sup>	97 mg.L <sup>-1</sup>	133 mg.L <sup>-1</sup>
	s (écart type)	163	62	81
	nombre de mesures	128	60	63

#### 6.2.2.2.3. Evolution des performances du filtre à pouzzolane

Les performances du filtre P1a sont figurées dans le Tableau 19. Les résultats de la première semaine de fonctionnement ne sont pas pris en compte.

Tableau 19. Performances du filtre P1a

	DCO brute	DCO filtrée	MES	[DCOb-DCOf]/MES
Moyenne	299 mg/L	83 mg/L	214 mg/L	1.25
s (écart type)	204	46	205	0.60
mesures	63	62	66	53

Le Tableau 20 présente les résultats des analyses réalisées sur l'effluent issu du filtre P1b. Comme pour G1b, les moyennes présentées dans le Tableau 20 tiennent compte de deux rythmes de fonctionnement (3/4 et 7/7). L'essentiel des valeurs pour le paramètre DCO brute provient du fonctionnement 7/7. Les moyennes des paramètres DCO filtrée et MES sont basées sur des valeurs regroupées en début de fonctionnement et tiennent peu compte du fonctionnement au rythme 7/7 (8 valeurs sur 26).

Tableau 20. Performance du filtre P1b

	DCO brute	DCO filtrée	MES	[DCOb-DCOf]/MES
Moyenne	275 mg/L	150 mg/L	141 mg/L	1.30
s (écart type)	125	69	116	0.73
mesures	75	26	26	25

La qualité du rejet du massif de pouzzolane, en terme de DCO brute, n'évolue pas significativement entre les deux périodes de fonctionnement. En terme de DCO filtrée, les performances du filtre se sont même détériorées (différence très hautement significative) lors de la seconde phase de fonctionnement tandis qu'il y a eu diminution de la teneur en MES (différence significative). Toutefois, le faible nombre d'analyses et surtout leur regroupement en début de période de fonctionnement mettent en doute la représentativité des moyennes pour les mesures de la DCO filtrée et de MES. La « qualité » des MES, caractérisée par le rapport R ne varie pas entre les deux périodes de fonctionnement.

#### 6.2.2.2.4. Cinétique de dégradation

Tout comme pour le massif de gravier, un suivi plus poussé de la qualité de l'effluent aux différents passages a été réalisé en début de fonctionnement. Chaque passage abat en moyenne 45 % de la DCO filtrée, le premier passage abattant à lui seul 63 %. La cinétique de dégradation de la pollution est plus rapide que pour le gravier. La constante de vitesse de l'exponentielle est en effet supérieure (0.86 contre 0.53 ; voir Figure 28)

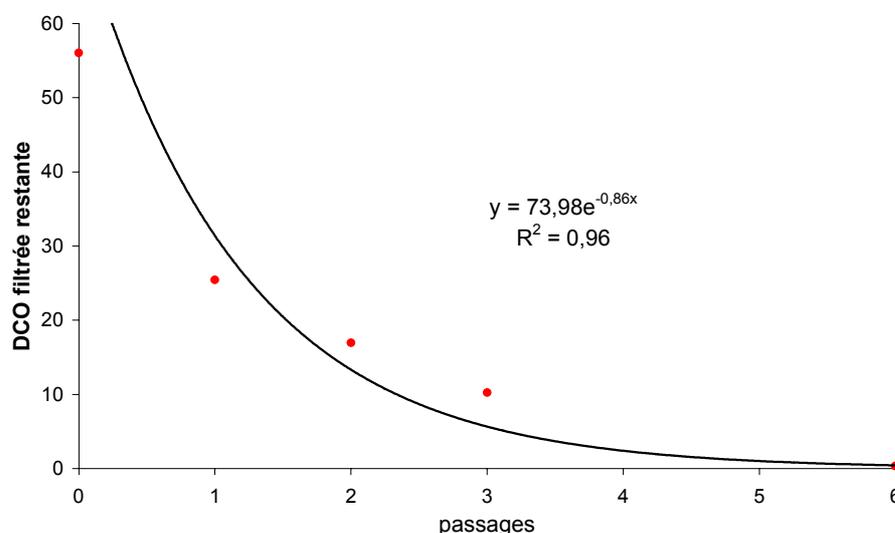


Figure 31. Évolution de la quantité de DCO filtrée de l'effluent au cours des différents passages au sein du massif P1a

#### 6.2.2.3. Comparaison des deux types de support

Le massif de pouzzolane atteint son niveau moyen de performance beaucoup plus vite que le massif de gravier. La mise en route de la colonne gravier dure 4 semaines, celle de la colonne pouzzolane, 1 semaine.

Sur l'ensemble du suivi, les performances du filtre à pouzzolane sont significativement meilleures que celles du filtre à gravier pour les paramètres DCO brute et MES. Il n'est pas mis en évidence de différence concernant la DCO filtrée. En ne tenant pas compte des phases de mise en route des filtres (4 semaines pour le gravier, 1 pour la pouzzolane), on réduit la

variance de l'ensemble des mesures et on montre, que pour les 3 critères, la qualité du rejet du massif de pouzzolane est significativement supérieure.

Le démarrage plus prompt du massif de pouzzolane peut être expliqué par une meilleure adhésion du biofilm sur le support. La texture microporeuse de la pouzzolane faciliterait le développement du biofilm et limiterait son décrochement. Ceci expliquerait en partie les meilleures performances d'ensemble du filtre à pouzzolane et notamment les différences de concentration en MES entre les deux types de support (respectivement  $336 \pm 78 \text{ mg.L}^{-1}$  et  $200 \pm 39 \text{ mg.L}^{-1}$  pour le gravier et pour la pouzzolane). Cependant la texture du support et la possibilité d'adhésion plus ou moins grande des microorganismes qu'elle permet n'est sans doute pas la seule responsable des différences de performances observées. Les différences de comportement hydraulique, observables sur support vierge, jouent également très certainement un rôle. De même, le meilleur mélange observé sur la pouzzolane peut expliquer la cinétique de dégradation plus rapide constatée avec ce type de support.

Sur la première période de fonctionnement, en ne tenant pas compte des phases de démarrage, les 3 critères utilisés indiquent de meilleures performances épuratoires pour le filtre à pouzzolane. Lors de la seconde période de fonctionnement, l'amélioration de la qualité des rejets du filtre à gravier induit un rapprochement des performances entre les 2 types de support. La différence entre la qualité des rejets des deux types de massif n'est alors plus significative. L'amélioration des performances épuratoires du filtre à gravier est, soit due au vieillissement du massif, soit au changement de rythme de fonctionnement (passage au rythme 7/7). La comparaison des deux massifs de gravier (G1a3/4 et G2b7/7) pour des périodes d'âges similaires mais fonctionnant à des rythmes différents laisse à penser que le rythme n'a pas d'influence significative sur la qualité du rejet. La colonne G2b7/7, ne présente pas des performances épuratoires, en terme de DCO brute, différentes de celle de la colonne G1a3/4 (voir Tableau 14 et Tableau 16).

La « qualité » des MES issues des filtres à gravier et pouzzolane est globalement la même, et est caractérisée par un rapport R égal à 1.26. Ces MES ne sont pas les mêmes que celles présentes dans l'influent de synthèse, il est vraisemblable qu'elles proviennent très majoritairement du décrochage sporadique du biofilm.

#### **6.2.2.4. Influence de la charge sur les performances du procédé**

Durant la seconde période de fonctionnement, la colonne P2b a été alimentée à  $170 \text{ g de DCO m}^{-2} \cdot \text{j}^{-1}$ . Ceci correspond à 60% de la charge organique envoyée sur les autres colonnes. Lors de l'alimentation au rythme 7/7, la valeur moyenne de la DCO brute du rejet en sortie de colonne P2b est de  $69 \pm 6 \text{ mg.L}^{-1}$ . La DCO de l'effluent provenant de cette colonne est donc significativement plus faible que pour la colonne P1b la même période. Ses performances sont également meilleures en terme de rendement (calculés en masse) : 97.9% pour P1b et 99.0% pour P2b (différence très hautement significative). D'une manière générale, l'effluent dont la qualité est très constante, présente une grande limpidité avec une quasi-absence de MES. Le fait que les performances du procédé varient en fonction de la charge, laisse à penser que le fonctionnement à  $300 \text{ g de DCO m}^{-2} \cdot \text{j}^{-1}$  conduit à une surcharge des filtres.

#### **6.2.3. PRISE EN COMPTE DES VOLUMES RESSUYES**

Le dispositif expérimental permet le suivi de la masse d'effluent rejeté lors des différents passages. On peut ainsi estimer le volume d'effluent en sortie de filtre et calculer le rendement d'une colonne en terme de masse de pollution. Ceci permet de tenir compte des différences de volume d'effluent existant entre les jours d'alimentation. En effet, les J1 présentent, du fait de la ré-humidification du filtre, un volume d'effluent moindre par rapport aux jours suivants. La Figure 32 montre sur la période de fonctionnement 7/7 de la colonne de pouzzolane les rendements calculés en masse et en concentration. On remarque la singularité

des J1 qui présentent une différence relativement importante entre leurs rendements en masse et en concentrations. Le Tableau 21 regroupe les rendements calculés sur les différentes colonnes au cours de leur fonctionnement

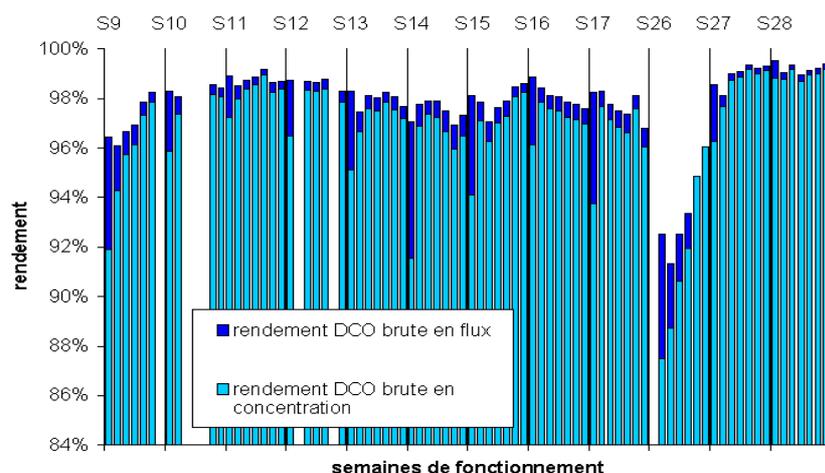


Figure 32. Rendements épuratoires du massif P1b calculés en masse et en concentration

Les rendements en masse ne sont mesurables que lorsque les volumes de sortie sont connus, c'est à dire, lorsque le bac R est placé sur une balance électronique. Les moyennes de rendement en masse sont donc basées sur un nombre de valeurs moindres que les moyennes de rendements en concentrations. La valeur de rendement moyen obtenue pour G1b7/7 est très vraisemblablement surestimée. En effet le bac R de cette colonne n'est pesé que lors de deux cycles de fonctionnement, qui plus est, en phase de colmatage.

Calculés en masse, les rendements entre G1a et P1a ne sont plus significativement différents. Au contraire, les rendements en masse de P1b7/7 s'améliorent de façon à devenir significativement meilleurs que ceux de P1a3/4.

Tableau 21. Rendements épuratoires moyens calculés lors du fonctionnement des colonnes

	Rendement concentration	Nombre de mesures	Rendement en masse	Nombre de mesures
G1a3/4	94.3 %	55	96.7 %	29
P1a3/4	96.7 %	63	96.9 %	21
G1b7/7	96.9 %	118	99.0 %	13
P1b7/7	96.8 %	75	98.0 %	36
P2b7/7	98.7 %	149	99.0 %	56

#### 6.2.4. CAMPAGNE DE MESURES SUR LE SITE DU PRADEL

La station expérimentale du Pradel est l'objet de deux campagnes de mesures, en septembre 99 et juin 2000. Les résultats de ces campagnes sont présentés ici de façon très succincte à titre de comparaison.

Tableau 22. Rendements épuratoires en masse mesurés au Pradel après 4 passages sur des massifs filtrants de pouzzolane de 80 cm de hauteur

	Charge entrée station	Rendement épuratoire
Septembre 1999	310 g DCO m <sup>-2</sup> .J <sup>-1</sup>	97.9%
Juin 2000	330 g DCO m <sup>-2</sup> .J <sup>-1</sup>	98.2%

### 6.2.5. CONCLUSION

Les rendements du procédé sont bons (>95 %), toutefois, en raison de la forte concentration de l'influent, la concentration de l'effluent de sortie reste relativement importante (parfois > 500mg.L<sup>-1</sup>). La qualité des rejets est pénalisée par un important relargage de MES (environ 400mg.L<sup>-1</sup>).

Globalement les performances du filtre à pouzzolane en terme de concentration sont supérieures à celles du gravier avec notamment un démarrage plus prompt. Lors de la seconde phase de fonctionnement, cette différence de niveau de performance tend à disparaître, sans doute grâce à la réduction de la concentration en MES des effluents issus du filtre à gravier.

Le rythme de fonctionnement et les volumes spécifiques d'alimentation qu'il induit, ne semblent pas avoir d'influence majeure sur les performances des filtres. Les massifs G1a3/4 et G2b7/7 présentent en effet des qualités de rejet similaires. Le vieillissement des filtres conduit par contre à l'amélioration des performances en terme de quantité de pollution émise (voir Tableau 21). L'évolution différente des rendements, qu'ils soient calculés en concentration ou en masse, souligne l'importance de l'évolution des volumes ressuyés des massifs. La colonisation des massifs et le développement du biofilm entraînent en effet une réduction des volumes moyens émis par les colonnes entre les deux périodes de fonctionnement. D'une restitution d'environ 90 % des volumes d'entrée pour les deux types de support lors de la première période de fonctionnement, on passe à la restitution d'environ 80 % des volumes appliqués lors de la seconde période de fonctionnement (moyennes calculées sans tenir compte des J1). Ainsi, l'amélioration de rendement épuratoire est la conséquence d'un développement bactérien grandissant (voir Tableau 23).

Tableau 23. Proportion du volume d'entrée retrouvé en sortie de filtre (fin de 6<sup>ième</sup> passage)

	Période a	Période b
Massif de pouzzolane	86 % (n=15)	78 % (n=46)
Massif de gravier	87 % (n=20)	76 % (n=20)

## 6.3. Influence du biofilm sur l'écoulement

### 6.3.1. TRAÇAGES EN REGIME PERMANENT EN MILIEUX COLONISES

Les traçages ont tous été effectués durant la première période de fonctionnement, au cours des semaines 12 et 13 d'alimentation, respectivement pour le gravier et la pouzzolane. Ils se sont déroulés durant la période de repos des filtres. La colonisation du massif de gravier se traduit par un écrasement de la courbe de DTS et une augmentation de la déformation terminale (voir Figure 33). Le biofilm échange lentement du traceur avec l'écoulement principal, et se comporte comme une zone stagnante, ce qui accentue la traînée sur la queue des courbes de DTS (Séguret, 2000). Le temps de séjour moyen et la dispersion augmentent ( $t_s$  passe de 251 s à 315 s,  $\sigma$  passe de 408 s à 2134 s). Ainsi le mélange entre eau mobile et eau stagnante est plus important qu'en milieu vierge.

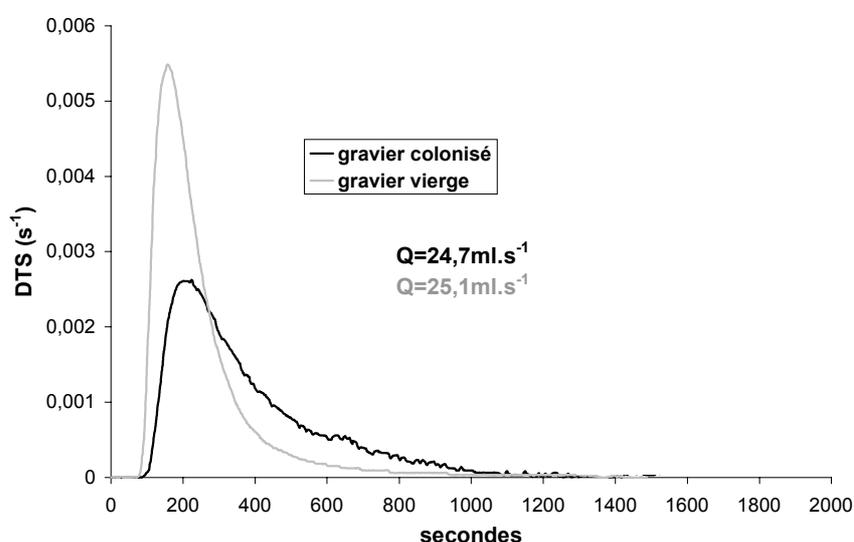


Figure 33. Comparaison courbes de DTS des massifs vierge et colonisé de gravier

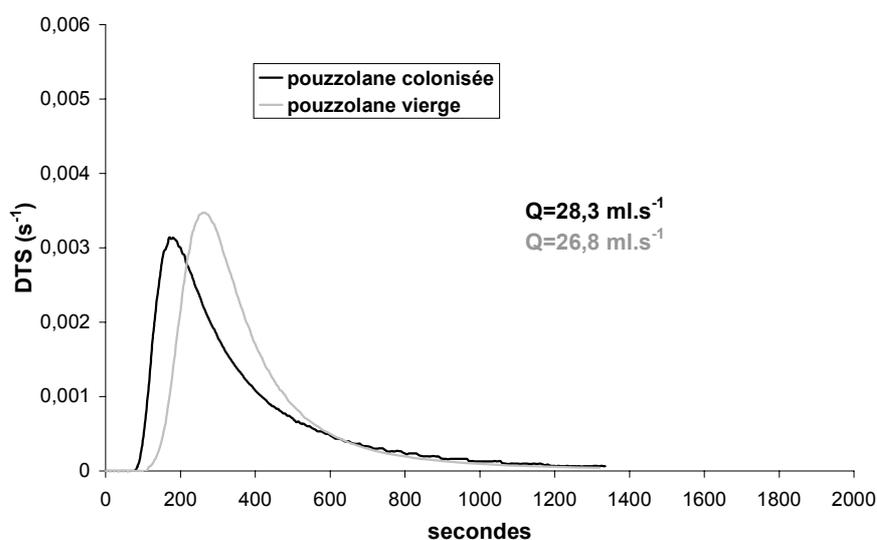


Figure 34. Comparaison courbes de DTS des massifs vierge et colonisé de pouzzolane

Pour le massif de pouzzolane, la présence du biofilm n'a pas d'effet évident sur les temps de séjour (voir Figure 34). Le biofilm tapisserait la microporosité du support et gommerait sa spécificité hydraulique. L'augmentation de la teneur en eau stagnante compenserait ce changement. Il en résulte des temps de séjour comparables (387 s en milieu vierge contre 370 s en milieu colonisé).

Le présence du biofilm nivelle les comportements hydrauliques des deux types de support, en tapissant la microporosité de la pouzzolane et en créant une zone d'échanges retardés avec l'eau mobile (voir Figure 35).

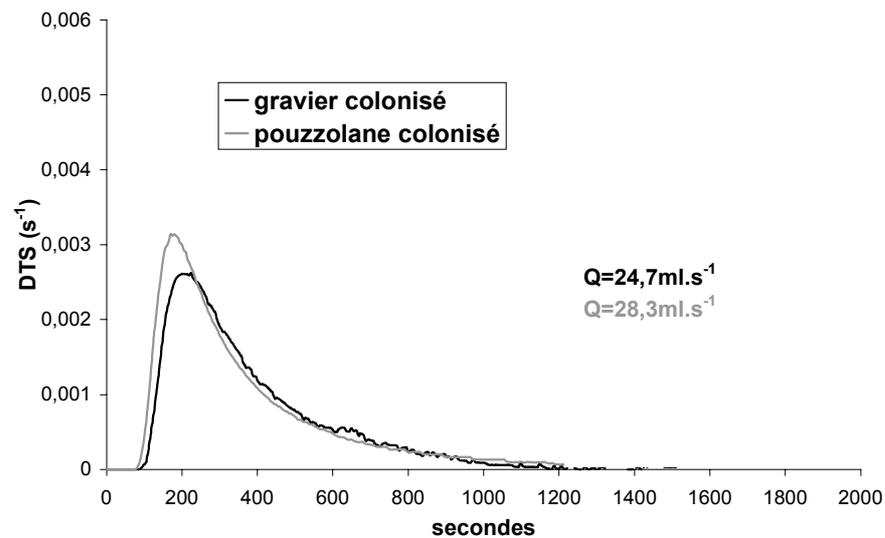


Figure 35: Comparaison courbes de DTS des massifs colonisés de gravier et pouzzolane

### 6.3.2. SUIVI DE L'EVOLUTION DU TEMPS DE PASSAGE DE L'EFFLUENT AU TRAVERS LES MASSIFS

Le dispositif de balances permet de déterminer précisément (à deux secondes près) les temps de début d'alimentation et les temps de percées des percolats. Il est ainsi possible de suivre l'évolution des durées de passage de l'effluent au sein des massifs à différents moments du fonctionnement du pilote. L'augmentation des temps de passage traduit la réduction de la perméabilité du milieu. Au cours du fonctionnement du pilote, les débits d'aspersion diminuent suite à l'usure des pompes d'alimentation et des buses. Cette variation des débits d'alimentation cantonne ces observations en début de fonctionnement des massifs. L'augmentation des durées de passages n'est alors imputable qu'à des modifications des caractéristiques internes des massifs et non aux conditions d'alimentation.

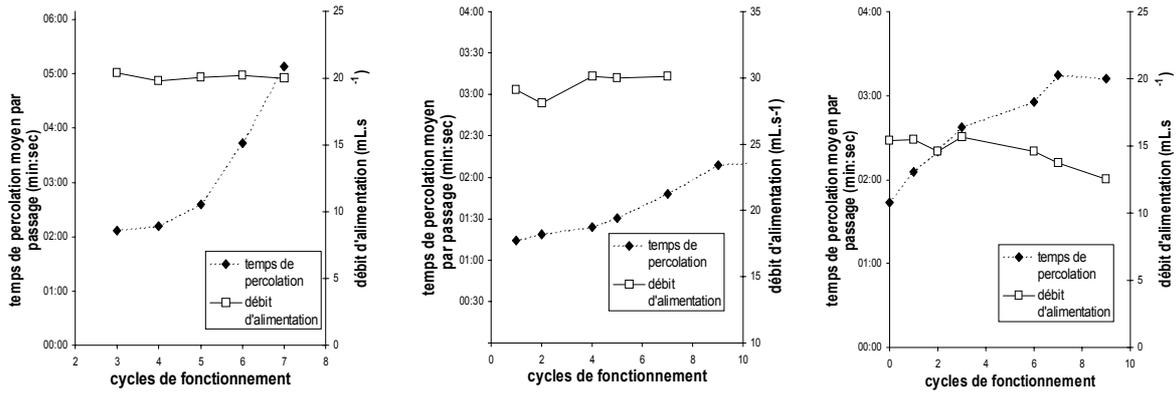


Figure 36. Evolution des temps avant percolation des effluents au cours du fonctionnement des massifs (de gauche à droite : P1b ;G1a ;G3b)

La Figure 36 représente l'évolution du temps moyen de percolation par cycle de fonctionnent pour différents massifs. Les valeurs indiquées correspondent à la moyenne des durées de passages de toutes les bâchées d'une même période d'alimentation (42 ou 18 bâchées selon le rythme de fonctionnement).

## 6.4. Suivi massique des colonnes

La balance électronique placée sous la colonne permet de suivre ses variations de masse au cours de son alimentation. La Figure 37 montre le suivi massique d'une colonne au cours d'une journée d'alimentation. On distingue les à-coups hydrauliques que représentent les bâchées puis les ressuyages des filtres.

En considérant les massifs filtrants ressuyés suite à quatre heures de repos (voir Figure 38), le suivi de la masse des colonnes juste avant une bâchée, permet de rendre compte de la variation du volume d'eau stagnante présent au sein du filtre (points rouges).

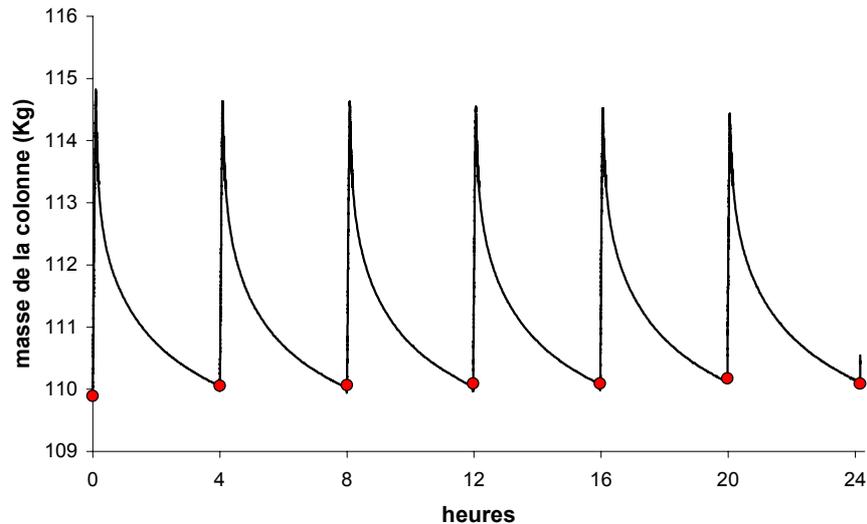


Figure 37. Variation de la masse d'une colonne lors d'un jour d'alimentation

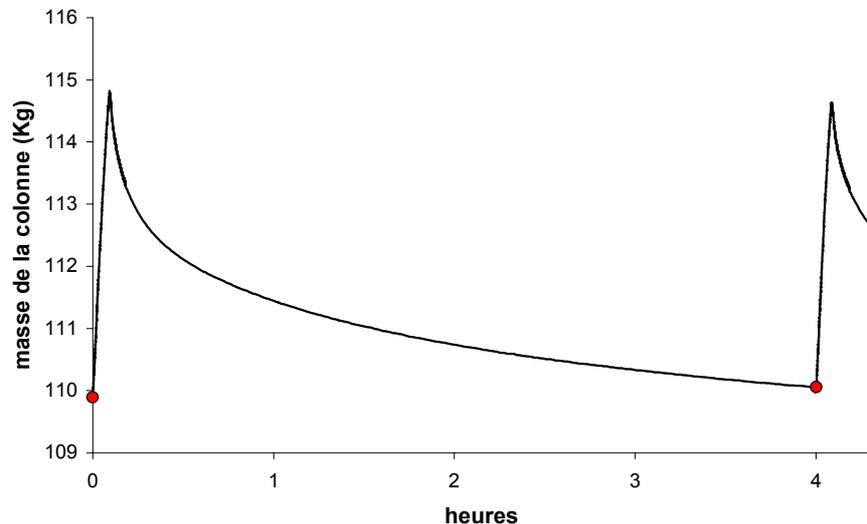


Figure 38. Variation de masse de la colonne lors d'une bâchée

La Figure 39 ne représente que les masses mesurées juste avant une alimentation (ou une mesure toutes les quatre heures lors de la phase de repos) et permet de suivre l'évolution du stock d'eau stagnante au sein du massif. Les bâchées ne sont alors plus représentées. Les variations du stock d'eau stagnante sont essentiellement dues, mis à part lors de la première bâchée, au développement ou à la régression du biofilm. Il est ainsi possible d'obtenir une

image globale de la variation de la biomasse au sein des massifs. Au cours de la première bûchée, le filtre se ré-humidifie suite à la période de repos. En première approche, sur la durée d'un cycle de fonctionnement (ici 14 jours représentés) il est possible d'estimer la croissance bactérienne en masse humide (2).

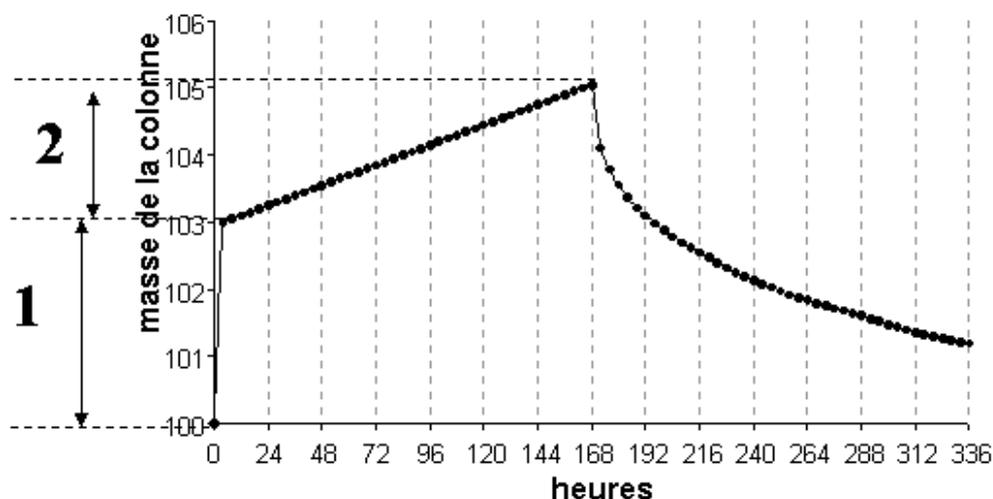


Figure 39. Représentation schématique des variations de masse d'un filtre durant un cycle de fonctionnement

1 : réhumidification du massif lors de la première bûchée

2 : croissance bactérienne linéaire au cours de la phase d'alimentation

La Figure 39 est schématique et, si elle est proche de la réalité dans le cas du fonctionnement au rythme 7/7, la phase de croissance linéaire est plus difficilement distinguable au rythme 3/4.

Les informations fournies par le suivi massique sont globales et n'intègrent pas la très probable hétérogénéité des massifs.

#### 6.4.1. ESTIMATION DU TAUX DE CROISSANCE.

Tableau 24. Estimation des taux de croissance de la biomasse

	support		période		rythme	
	pouzzolane	gravier	1999	2000	3/4	7/7
n	21	9	15	15	20	10
moyenne(g.h <sup>-1</sup> )	<b>11,3</b>	<b>11,4</b>	<b>10,6</b>	<b>12,0</b>	<b>11,9</b>	<b>10,0</b>
s	3,8	4,3	4,2	3,6	4,5	1,6
$s_1^2/s_2^2$	1,3		1,3		7,9	
t <sub>obs</sub> ou u <sub>obs</sub>	0,07		0,96		1,66	
t <sub>théo</sub> ou u <sub>théo</sub>	2,042		2,042		1,96	
différence significative	non		non		non	

Suite à la première bûchée, l'augmentation de masse de la colonne est presque continue et il est possible d'en estimer la pente par simple régression linéaire (voir Figure 39). Cette régression est réalisée sur l'ensemble du suivi des colonnes. Lorsque le coefficient de corrélation est correct ( $r^2 > 0.5$ ), la pente est prise en compte pour le calcul d'une pente

moyenne. Dans le cas inverse, le cycle de fonctionnement correspondant est ignoré. Sur toute la durée de l'expérience, rythmes d'alimentation et types de support confondus, les massifs gagnent en moyenne durant les phases d'alimentation :  $11,3 \pm 1,5 \text{ g.h}^{-1}$  ( $n=30$ ).

En différenciant les types de support, les périodes de fonctionnement et les rythmes de fonctionnement, on estime un taux de croissance par catégorie. Les résultats sont figurés dans le Tableau 24. Il n'est pas mis en évidence de différences significatives entre les types de support, les périodes ou les rythmes de fonctionnement.

Ni le type de support, ni l'âge des massifs, ni le rythme de fonctionnement ne semblent avoir d'influence significative sur le taux de croissance de la masse des massifs.

Malgré le fait que les rythmes de fonctionnement impliquent des charges polluantes en entrée de pilote différentes, la différence de taux de croissance estimé, bien qu'elle existe ( $11.9$  contre  $10 \text{ g.h}^{-1}$ ), n'est pas significative. Au rythme 3/4, les massifs ( $0.1 \text{ m}^2$ ) reçoivent quotidiennement en période d'alimentation  $70 \text{ g}$  de DCO ; seulement  $60 \text{ g}$  au rythme 7/7. Ramené à l'heure de fonctionnement, on apporte  $2.92 \text{ g}$  de DCO au rythme 3/4 contre  $2.50$  au rythme 7/7.

Ainsi, environ  $4 \text{ g}$  de biomasse humide sont créés par  $\text{g}$  de DCO apportée. Ce qui correspond, en première approximation ( $90 \%$  d'humidité pour la biomasse) à  $0.4 \text{ g}$  de matière sèche produite pour  $1 \text{ g}$  de DCO reçue. Ce bilan est du même ordre de grandeur que celui généralement admis pour les cultures libres de type boues activées.

#### **6.4.1.1. Fonctionnement à 60% de la charge organique (colonne P2)**

La même estimation du taux de croissance effectuée sur la colonne de pouzzolane P2 fonctionnant à 60% de la charge donne  $5,2 \pm 1,5 \text{ g.h}^{-1}$  ( $n=11$ ). La production de MS par  $\text{g}$  de DCO reçue est sensiblement la même que pour les colonnes fonctionnant à  $280 \text{ g DCO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$  ( $3.6 \text{ g}$  de biomasse humide créées par  $\text{g}$  de DCO apportée).

#### 6.4.2. EVOLUTION A LONG TERME : ACCUMULATION DE MASSE

Les périodes de repos ménagées entre les alimentations, ne permettent pas au massif de conserver sa masse initiale. Il ne semble pas s'instaurer d'équilibre entre croissance et respiration endogène du biofilm. On assiste à une accumulation linéaire de matière au sein des filtres (voir Figure 40 à Figure 45) due, soit à une accumulation de biomasse, soit à une accumulation de MO peu (voire non) biodégradable.

Les points représentés Figure 40 à Figure 45 correspondent aux masses des massifs seuls (masse de la colonne à laquelle on a retranché la masse de la colonne vide) mesurées juste avant la reprise de l'alimentation. Ils représentent donc une masse de massif complètement ressuyé. Le démarrage de l'alimentation, premier point représenté, se fait sur filtre humide. Pour la première période de fonctionnement (G1a et P1a), le massif est vierge.

L'accumulation linéaire ne semble commencer qu'après une période de démarrage dont la durée varie selon le type de support. Pour le G1 (voir Figure 40) il faut 63 jours avant de constater une augmentation continue de la masse du massif. Sur les figures sont représentées deux régressions linéaires, l'une prenant en compte l'ensemble de la période (trait plein), l'autre n'étant effectuée qu'à partir du moment où la masse du massif semble croître de façon continue (trait pointillé). Moins de données sont disponibles pour la pouzzolane mais il semble que l'accumulation commence suite à 28 jours de fonctionnement (voir Figure 41). Lors de la seconde période de fonctionnement, les mêmes colonnes sont réutilisées. L'accumulation linéaire débute suite à 56 jours pour le gravier (voir Figure 42), elle a déjà commencé suite à 9 cycles d'alimentation pour la pouzzolane, soit 70 jours (voir Figure 43).

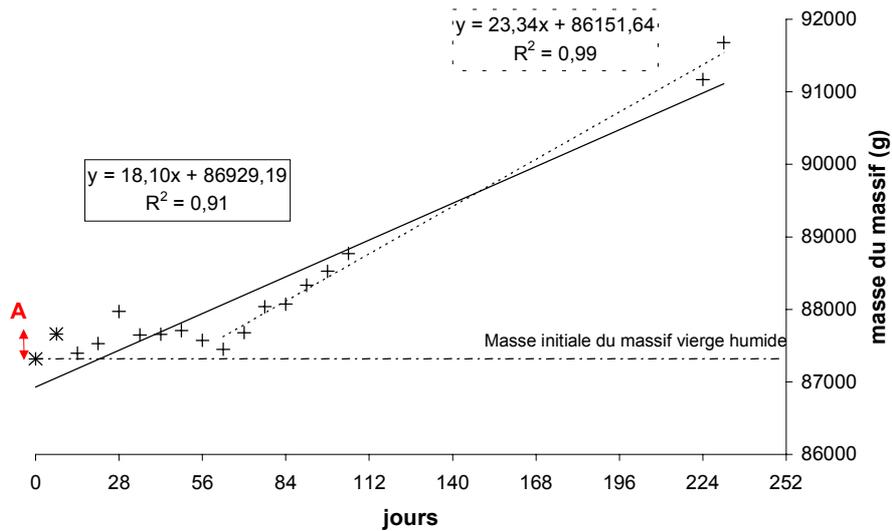


Figure 40. Evolution de la masse de la colonne G1a

Lors du démarrage de l'expérience, la colonne G1 fait l'objet de l'essentiel du suivi massique. A partir de la semaine 15, la masse du massif de pouzzolane est mesurée. La Figure 41 correspond à l'agrégation des données issues des colonnes P1 (semaines 15 à 21) et de la colonne P2. La colonne P2 est mise en fonctionnement dans le but d'observer le démarrage d'un massif de pouzzolane.

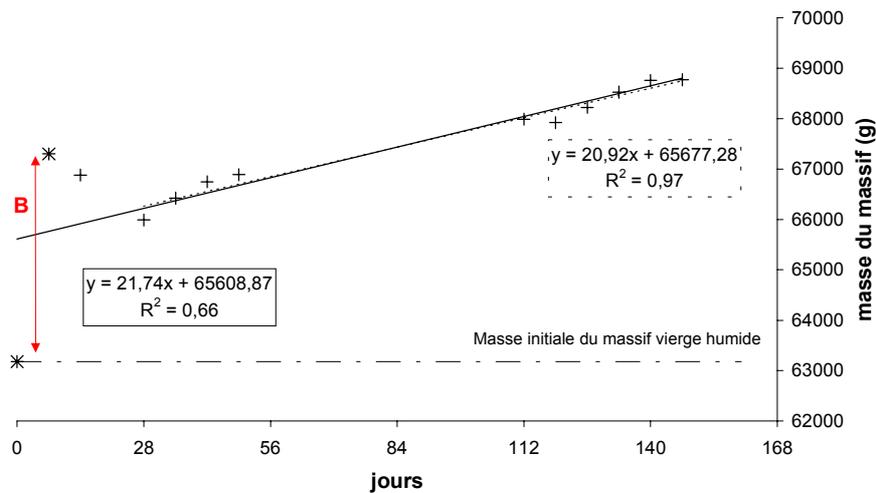


Figure 41. Evolution de la masse de la colonne P1a

On constate, en comparant les Figure 40 et Figure 41 que le démarrage (intervalles A et B figurés en rouge) de la pouzzolane s'accompagne d'une « prise de poids » très rapide qui montre la croissance rapide du biofilm au sein de la pouzzolane. En effet, on l'a dit, le démarrage s'effectue sur des massifs humides, la brusque augmentation de masse ne correspond donc pas à l'humidification des massifs. Ceci est à mettre en relation avec les performances du procédé également supérieures pour P1a lors du démarrage.

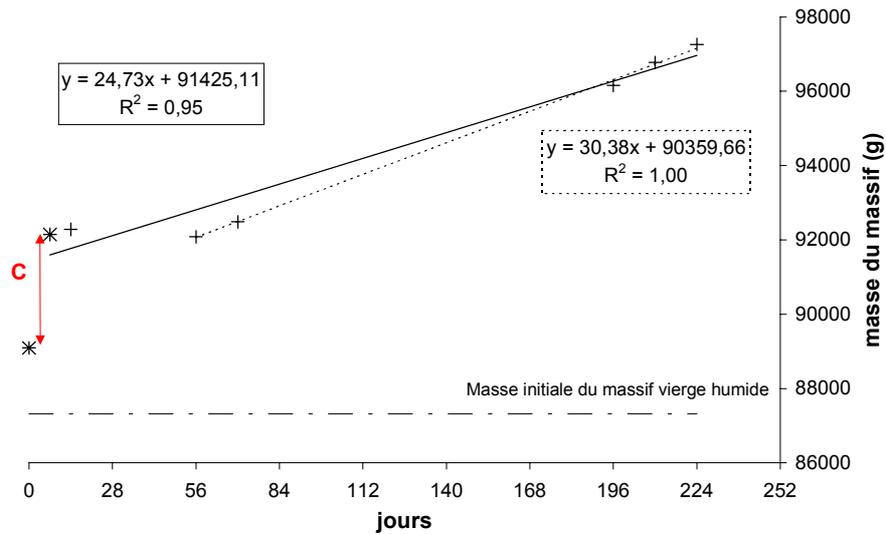


Figure 42. Evolution de la masse de la colonne G1b

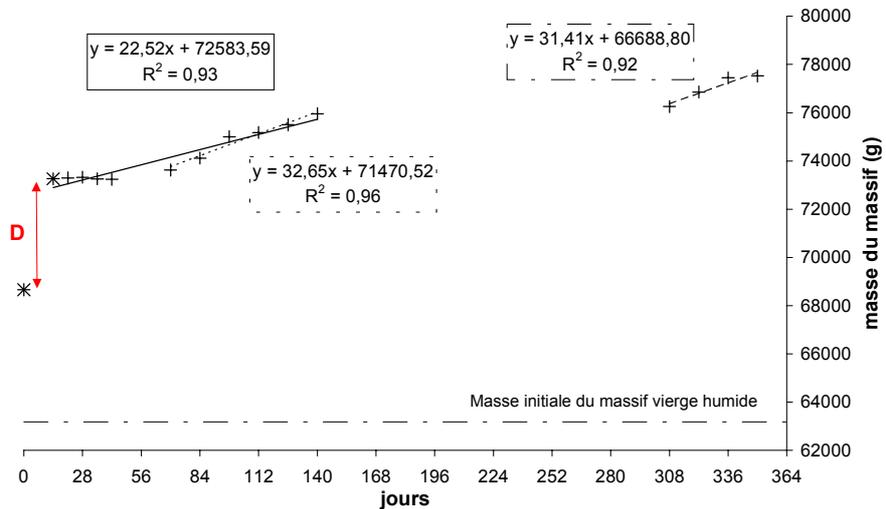


Figure 43. Evolution de la masse de la colonne P1b

Lors de la reprise du fonctionnement, le gravier comme la pouzzolane présentent cette brusque augmentation de masse témoin d'une croissance rapide de la biomasse (voir Figure 42 et Figure 43). Le biofilm se développe plus rapidement au sein de massifs ayant déjà subi une colonisation (intervalles C et D).

La Figure 43 présente l'évolution de la masse de la colonne de pouzzolane avant et après son colmatage. En effet ce massif a colmaté au cours du cycle 18 (182<sup>ième</sup> jour), il a été réalimenté par la suite. On constate que le taux d'accumulation reste sensiblement le même avant et après colmatage.

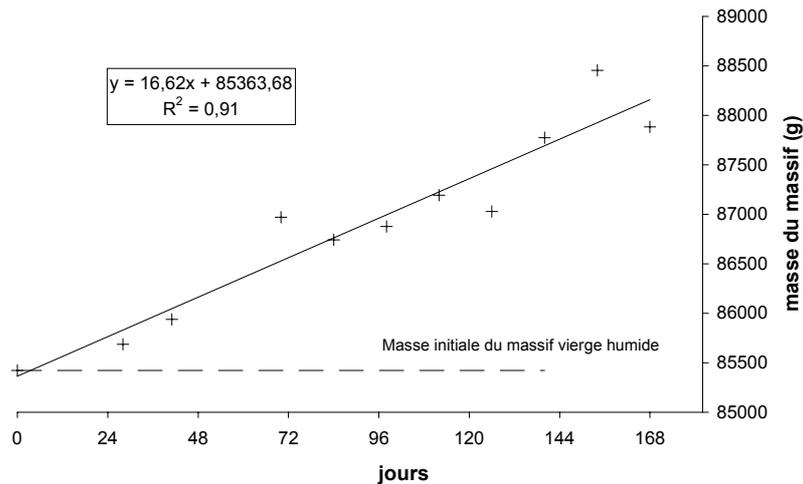


Figure 44. Evolution de la masse de la colonne G3b

La Figure 44 représente l'évolution de la masse du massif G3b alimenté au rythme 5/9.

Une fois démarrée, l'accumulation se poursuit jusqu'au colmatage des filtres. Le taux d'accumulation varie en fonction du rythme d'alimentation, le support ne semble avoir qu'une faible influence (en dehors de la période de démarrage). Au rythme de fonctionnement 3/4, la colonne de gravier gagne 23 g de matière humide par jour, la colonne de pouzzolane 21 g. Ce taux augmente lors du fonctionnement à 7/7 en passant respectivement à 30 g.j<sup>-1</sup> et 32 g.j<sup>-1</sup> pour le gravier et la pouzzolane.

Comme pour le taux de croissance de la biomasse, il n'est pas mis en évidence d'effet support, par contre, le rythme de fonctionnement influence clairement le taux d'accumulation de MO au sein des filtres. Au rythme 3/4, P1a et G1a voient leur masse augmenter au rythme d'environ 20 g.j<sup>-1</sup>, ce rythme passe à 30 g.j<sup>-1</sup> au rythme 7/7. La répartition d'une même charge organique (280 gDCO.m<sup>-2</sup>.j<sup>-1</sup>) sur une durée plus courte (6 jours) et l'allongement concomitant de la phase de repos (8 jours) semblent favoriser la dégradation de la MO et ralentir son accumulation. Ceci semble confirmé par le fonctionnement du massif G3b5/9 dont le rythme d'accumulation est d'environ 15 g.j<sup>-1</sup> alors qu'il est de 23 g.j<sup>-1</sup> pour G1a3/4.

Les colonnes reçoivent 28 g de DCO par jour. Pour 1 g de DCO reçu, les filtres accumulent environ 1 g de MO (0.7 g au rythme 3/4, 1.1 g au rythme 7/7). En masse sèche cela correspond environ à une accumulation de 0.1 g par jour (humidité de la MO estimée à 90%).

Si on se rapporte au taux de croissance estimé (11.3 g.h<sup>-1</sup>) et au rythme d'alimentation, on peut estimer la biomasse produite non dégradée au cours de la période de repos :

o Rythme 3/4 :

Croissance durant alimentation :  $11.9 \times 24 \times 3 = 857$  g

Accumulation durant cycle de fonctionnement :  $20 \times 7 = 140$  g

Fraction de la biomasse accumulée : 16 %

o Rythme 7/7 :

Croissance durant alimentation :  $10.0 \times 24 \times 7 = 1680$  g

Accumulation durant cycle de fonctionnement :  $30 \times 14 = 420$  g

Fraction de la biomasse accumulée : 25 %

On peut également estimer le taux de décroissance moyen de la biomasse à 7.5 g.h<sup>-1</sup> pour les deux rythmes.

Malgré un fonctionnement à une charge organique très inférieure ( $170 \text{ gDCO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ ), la colonne P2 présente le même type d'évolution que les autres colonnes avec une accumulation de MO au taux de  $22 \text{ g.h}^{-1}$ . L'estimation de la part de la biomasse accumulée par rapport à celle produite est très défavorable avec 35%.

En produisant moins de biomasse, la colonne P2 en accumule proportionnellement plus.

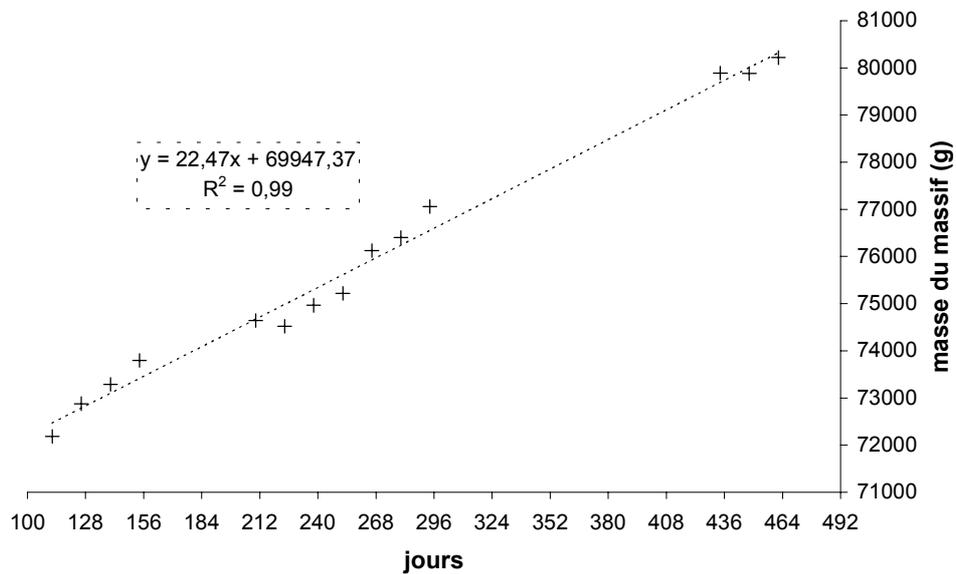


Figure 45. Evolution de la masse de la colonne de pouzzolane P2b

La Figure 46 représente la variation de masse relative des colonnes G1 et P1 au cours des deux périodes de fonctionnement. On y voit le démarrage plus rapide de la pouzzolane, le récupération des massifs au cours de la période de repos et leur colmatage. Le massif de pouzzolane, placé sur une balance, est ré-alimenté suite au colmatage de manière à mesurer la quantité de MO responsable du dysfonctionnement.

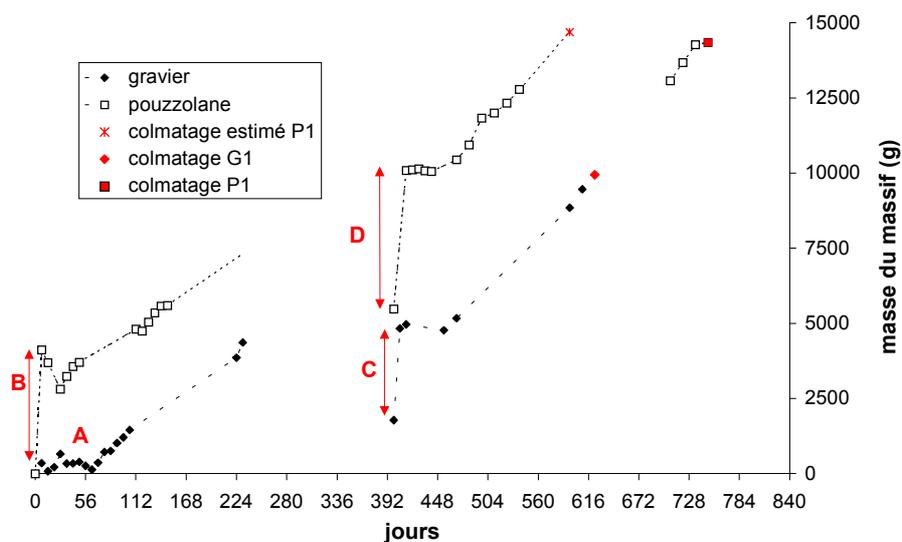


Figure 46. Accumulation de MO au sein des massifs de gravier et pouzzolane sur l'ensemble de leur fonctionnement.

En assimilant la MO accumulée à de l'eau stagnante, il est possible d'estimer le volume occupé par cette MO (1g de MO correspond à 1 ml). En ajoutant ce volume à l'humidité stagnante d'un massif vierge, il est possible d'obtenir une idée de l'humidité volumique totale des massifs. De là, par différence avec la porosité initiale (54 % pour la pouzzolane, 42 % pour le gravier), on estime la porosité restante au sein des massifs. La Figure 47 présente l'évolution de la porosité des deux massifs (G1 et P1) durant les deux périodes de fonctionnement. Le colmatage intervient à 19 % de porosité pour le gravier, 21 % pour la pouzzolane.

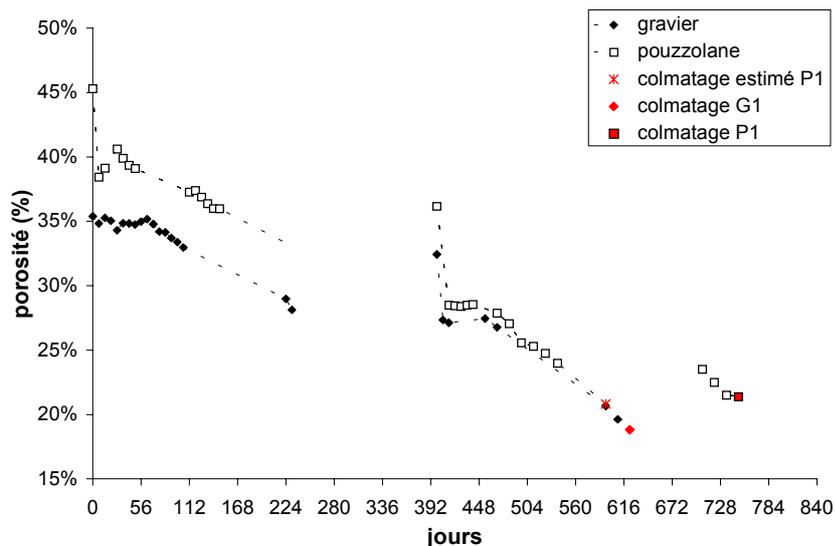


Figure 47. Estimation de la porosité restante au sein des massifs au cours de leur fonctionnement

En connaissant le taux d'accumulation de la MO au sein des filtres et la masse à laquelle les massifs colmatent, il est possible d'estimer la durée de vie d'un filtre.

- Gravier 3/4 : 500 jours
- Gravier 7/7 : 390 jours
- Gravier 5/9 : 700 jours
- Pouzzolane 3/4 : 570 jours
- Pouzzolane 7/7 : 370 jours
- Pouzzolane 7/7 P2 : 540 jours

Ces durées de vie semblent incompatibles avec une utilisation économique de ce type de procédé, le changement de support nécessaire engendrant des coûts de fonctionnement sans doute rédhibitoires pour le monde agricole. On note que la réduction de la charge appliquée ne se traduit pas par un allongement proportionnel de la durée de vie (si c'était le cas la durée de vie du massif P2 serait :  $370 / 0.6 = 617$  jours).

En supposant une relation simple entre le nombre de jours d'alimentation et le taux d'accumulation de MO, à partir des trois rythmes expérimentés sur le gravier, il est possible d'estimer le taux d'accumulation auquel serait sujet un filtre fonctionnant au rythme 7/14. Ce rythme correspond à l'utilisation de trois filtres en alternance, alimenté chacun une semaine et laissé au repos deux semaines. Rapporté à un temps de fonctionnement comparable (6 semaines) le nombre de jours de repos varie selon les rythmes : 27 jours de repos pour le rythme 5/9, 24 pour le rythme 3/4, 21 pour le rythme 7/7 et 28 pour le rythme 7/14. La relation taux d'accumulation de MO, nombre de jours de repos apparaît linéaire (sur trois points  $r^2 = 1$ ) et prévoit une durée de vie pour le rythme 7/14 de 820 jours.

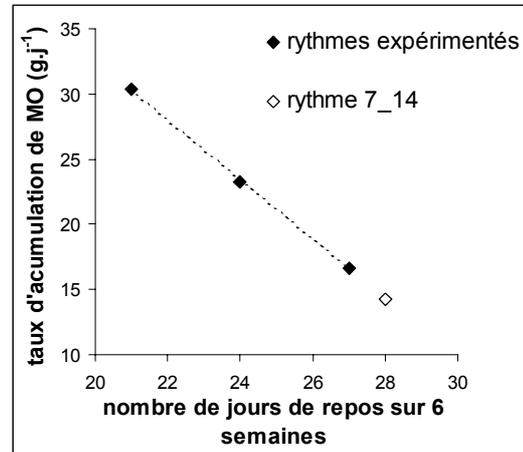


Figure 48. Relation rythme d'alimentation / taux d'accumulation de MO pour le massif de gravier.

#### 6.4.3. DEVENIR DE LA POLLUTION AU SEIN DES MASSIFS

L'accumulation de MO constatée pour toutes les colonnes montre que le procédé, malgré l'application du principe d'alternance, est producteur de boues, en quantité non négligeable. Il en résulte, aux charges appliquées ici, un comblement relativement rapide de la porosité du massif.

Connaissant les charges appliquées, la variation de masse des colonnes et les charges rejetées, il est possible d'effectuer un bilan de fonctionnement des filtres. Pour chaque massif, durant la phase d'accumulation linéaire de MO observée précédemment, un bilan entrée-sortie sur la base de la quantité de DCO est réalisé (voir Figure 49). La quantité de DCO accumulée est estimée à partir de la masse de MO (MS). On suppose que l'équivalence MS-DCO est la même que pour les MES retrouvées dans les effluents traités, à savoir, 1 g de MES correspondant à 1.26 g de DCO. La quantité estimée de DCO, appliquée et rejetée, est la moyenne des flux entrant et sortant, au cours de la période étudiée. Le pourcentage de pollution décomposée est obtenu en complétant à 100 %. En raison du nombre restreint de balances, ce bilan n'est pas effectué sur le même nombre de jours pour tous les massifs :

- Gravier 3/4 : 168 jours
- Gravier 7/7 : 168 jours
- Pouzzolane 3/4 : 119 jours
- Pouzzolane 7/7 : 70 jours
- Pouzzolane 7/7 P2 : 350 jours

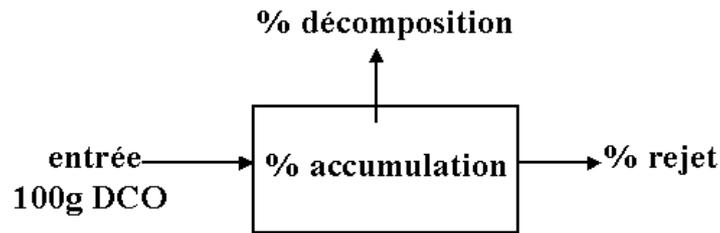


Figure 49. Représentation du devenir de la pollution appliquée aux filtres

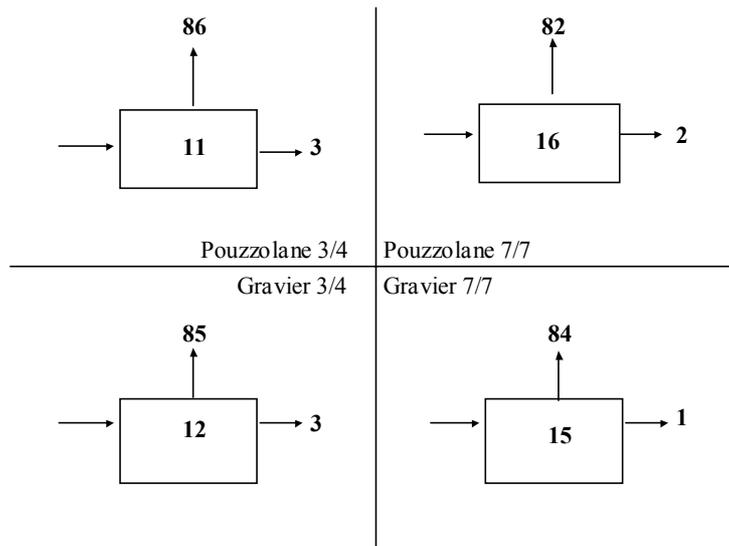


Figure 50. Devenir de la pollution appliquée aux différents filtres utilisés

Plus de 10 % de la pollution reçue est stockée au sein des massifs (voir Figure 50).

Le fonctionnement au rythme 7/7 est le siège d'une accumulation de pollution supérieure au sein des massifs, ceci au détriment de la minéralisation pour la pouzzolane et au bénéfice de la qualité des rejets pour le gravier. Cette représentation schématique a essentiellement pour but de mettre en évidence le fait qu'une part non négligeable de la pollution appliquée est stockée au sein des massifs (Ménoret et al., 2001). Les différences de répartition de la DCO au sein des trois postes (accumulation, décomposition, rejets) entre les massifs, sont plus difficilement interprétables au vu des approximations consenties.

La Figure 51 montre le bilan réalisé sur la colonne P2. On constate que cette colonne bien qu'alimentée à une charge inférieure ( $170 \text{ gDCO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ ) stocke proportionnellement plus de pollution en son sein.

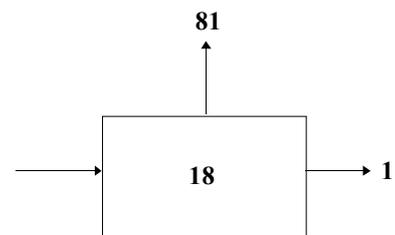


Figure 51. Devenir de la pollution appliquée au massif P2

#### 6.4.4. CONCLUSION

Les bons rendements, en terme d'abattement de la pollution, mesurés pour le procédé s'expliquent en partie par un stockage important de MO au sein du massif filtrant (11 à 18 % de la DCO appliquée). La charge polluante reçue est, semble-t-il, facilement transformée en boue dont la minéralisation est incomplète. Ce stockage provoque le colmatage des filtres.

Le rythme de fonctionnement semble avoir une importante influence sur le taux d'accumulation de la matière organique ( $20\text{g}\cdot\text{j}^{-1}$  pour le rythme 3/4,  $30\text{g}\cdot\text{j}^{-1}$  pour le rythme 7/7) alors que la charge appliquée a un effet plus limité. Le taux d'accumulation est équivalent entre le fonctionnement à  $280\text{gDCO}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{j}^{-1}$  au rythme 3/4 et le fonctionnement à  $170\text{gDCO}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{j}^{-1}$  au rythme 7/7. Il semble donc préférable de maximiser les périodes de repos en appliquant de plus grands volumes d'effluent sur des périodes plus courtes.

Le démarrage plus prompt de la pouzzolane déjà constaté lors de l'étude des performances des filtres, est dû à une colonisation plus rapide de ce type de support. La texture particulière de la pouzzolane ainsi que son comportement hydraulique sont sans doute à l'origine de ce rapide développement de la biomasse. Passée ce stade, l'influence du support n'est pas mise en évidence en ce qui concerne l'accumulation de MO au sein des massifs.

L'étude du support colonisé devrait permettre de caractériser cette matière organique et de mieux appréhender les différences observées ici.

## 6.5. Etude du support

Au cours de leur fonctionnement, les massifs sont l'objet de prélèvements de support grâce notamment aux orifices latéraux ménagés dans les colonnes. Ces prélèvements s'effectuent à 5 niveaux différents (surface, haut, milieu haut, milieu bas et bas) (voir 5.4.1).



Figure 52. Gravier (en haut) et pouzzolane avant et après utilisation dans les colonnes G1 et P1 (support vierge à droite)

La Figure 52 montre les supports utilisés avant et après fonctionnement au sein des colonnes G1 et P1. On constate l'importante accumulation de MO qu'ont subi les filtres au cours de leur utilisation. Les prélèvements montrés ici ont été effectués en surface de massif.

### 6.5.1. ETUDE DE LA COLONISATION DU MASSIF DE GRAVIER (G2)

#### 6.5.1.1. Evolution de l'humidité massique

La Figure 53 représente la variation de l'humidité massique du gravier mesurée à différentes hauteurs au cours du fonctionnement de la colonne G2. L'augmentation de l'humidité massique au sein du massif traduit le développement de la biomasse, le biofilm étant essentiellement composé d'eau. Jusqu'à environ 70 jours de fonctionnement, le massif présente une répartition homogène de l'humidité à l'exception de la surface. La surface est l'horizon le plus exposé à l'évaporation et présente durant ce laps de temps l'humidité la plus faible (environ 2 %). A toutes les autres hauteurs, la teneur en eau augmente jusqu'à atteindre environ 12 %. A partir de 70 jours de fonctionnement, les horizons commencent à se

différencier, l'humidité devenant relativement plus importante dans les horizons supérieurs (voir Figure 54). La surface du massif connaît une augmentation importante de son humidité à partir du 100<sup>ième</sup> jour de fonctionnement (passage de 2 à 16% environ en 4 semaines). A partir de ce moment la teneur en eau du support évolue peu et se répartit de façon décroissante selon la profondeur (voir Figure 54).

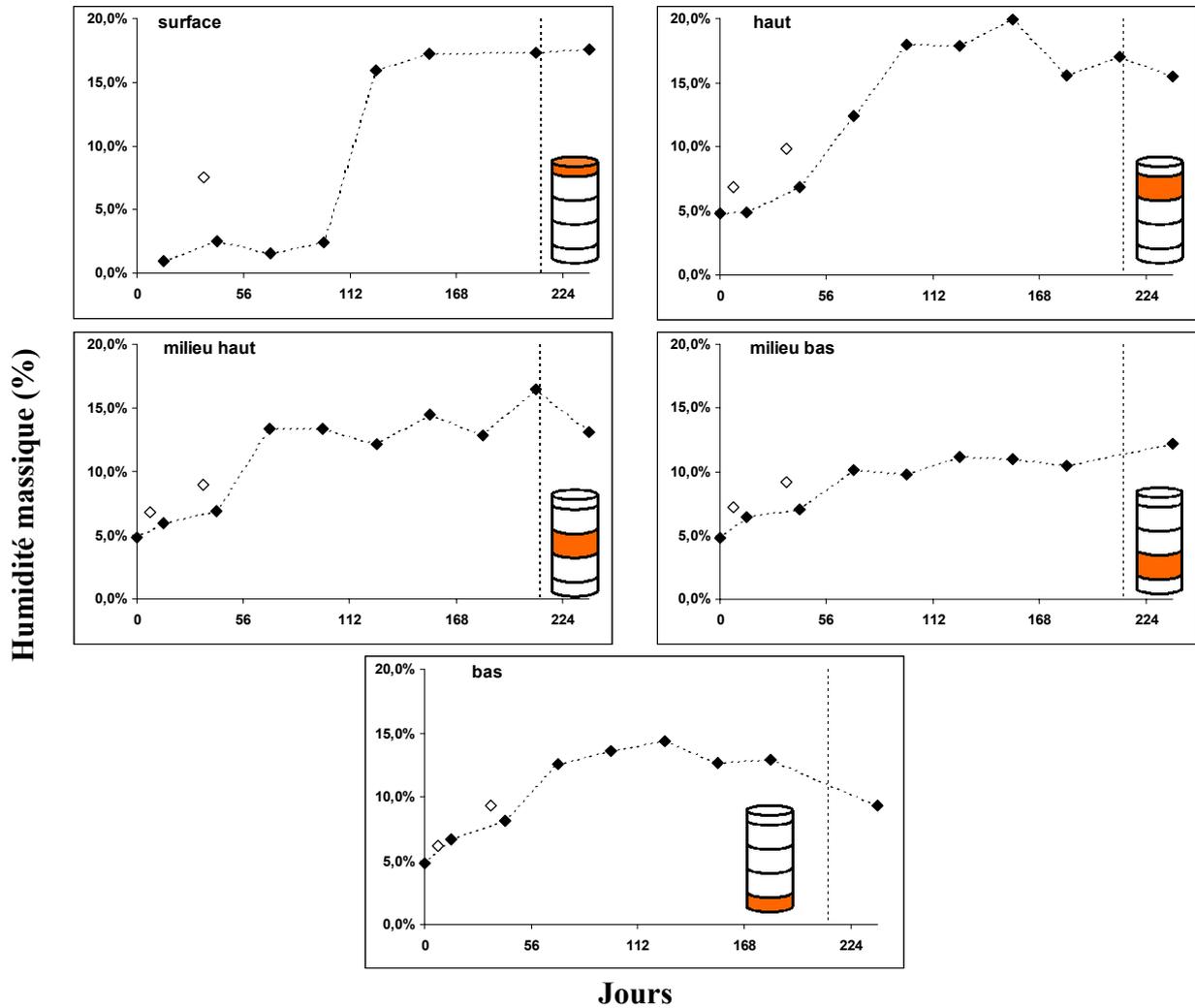


Figure 53. Evolution de l'humidité massique du support G2 à différents horizons

En noir : mesures effectuées juste avant une période d'alimentation.

En blanc mesures effectuées juste après une période d'alimentation.

La ligne verticale pointillée (212 jours) correspond au début du colmatage du massif.

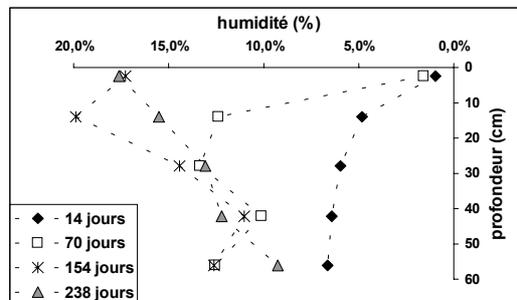


Figure 54. Répartition de l'humidité au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement

### 6.5.1.2. Evolution de la teneur en MO

La Figure 55 représente la variation de la teneur en MO du gravier [mesurée via la perte au feu (paf)] à différentes hauteurs au cours du fonctionnement de la colonne G2. Comme pour l'humidité massique, la teneur en MO semble augmenter à tous les horizons (excepté la surface) jusqu'au jour 70 pour ensuite se stabiliser aux trois horizons inférieurs, à environ 1.5 %. L'augmentation se poursuit à l'horizon « haut » jusqu'à 150 jours, puis la tendance s'inverse et la quantité de MO décroît. L'horizon « surface » présente le même type d'évolution pour la paf que pour l'humidité, avec une augmentation tardive et brusque à partir du 100<sup>ième</sup> jour (de 1.1 à 2.6 % en 4 semaines) après quoi la teneur en MO se stabilise.

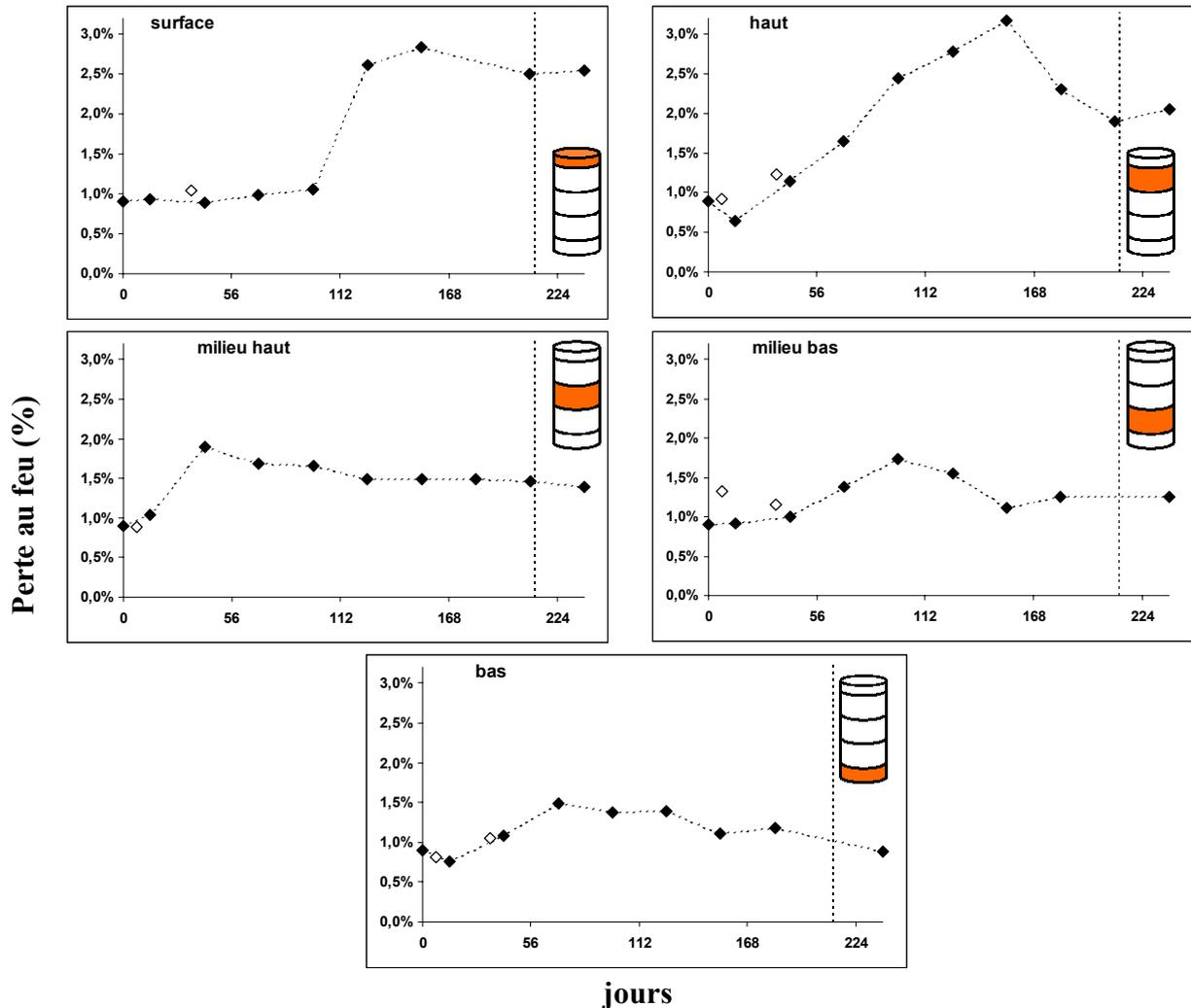


Figure 55. Evolution de la teneur en MO (perte au feu) au sein du massif G2 à différents horizons

En noir : mesures effectuées juste avant une période d'alimentation.

En blanc mesures effectuées juste après une période d'alimentation.

La ligne verticale pointillée (212 jours) correspond au début du colmatage du massif.

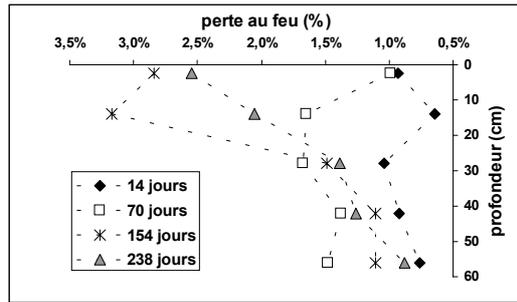


Figure 56. Répartition de la MO au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement

La répartition de la MO en fonction de la profondeur évolue comme celle de l'humidité, passant d'une répartition uniforme sur toute la hauteur du massif à une décroissance selon la profondeur (Figure 56). Les variations du profil d'humidité du massif sont liées aux variations de la teneur en MO. Cette dernière retenant une grande quantité d'eau. La relation paf-humidité est montrée Figure 57.

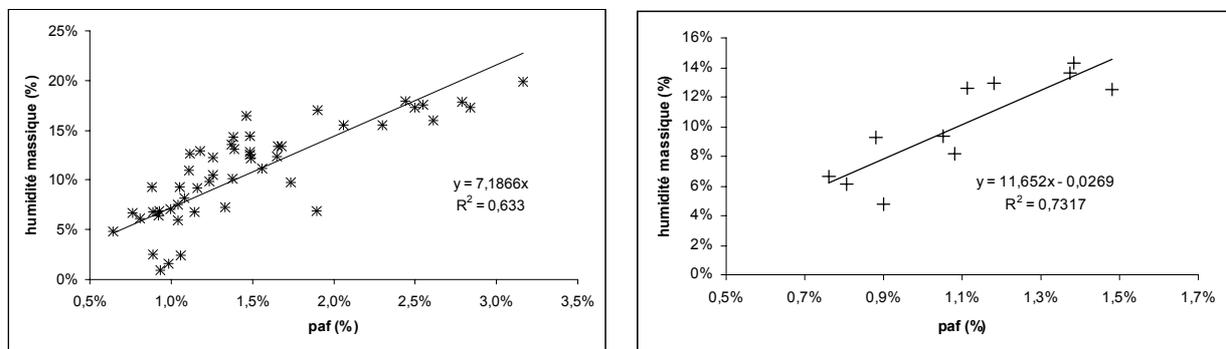


Figure 57. Relation humidité-teneur en MO au sein du massif G2

A gauche mesures réalisées sur l'ensemble de la colonne, à droite uniquement en bas de colonne.

La relation MO-humidité n'est pas la même selon la profondeur du support. En fond de colonne, la MO présente une teneur en eau plus importante que celle des horizons supérieurs (environ 12 % d'humidité par % de paf pour le « bas » contre 7 % pour les horizons supérieurs). Ce constat est visuellement confirmé lors des prélèvements de support. En fond de colonne, les graviers sont toujours d'aspect « mouillé », ils sont recouverts d'une pellicule d'eau. Sans doute, en fond de colonne, l'eau n'est pas ressuyée et stagne en absence d'évaporation. Il est possible que ce constat soit le fait d'une plus grande difficulté pour l'eau à se ressuyer ; peut être à cause des forces de capillarité plus importantes qu'escompté au regard de la granulométrie du support.

### 6.5.1.3. Evolution de la biomasse

La Figure 58 représente la variation de la teneur en biomasse au sein du gravier (mesurée via la quantité de phospholipides) à différentes hauteurs au cours du fonctionnement de la colonne G2. Comme pour les deux autres paramètres la biomasse croît de façon homogène sur toute la hauteur du matériau (surface exceptée) jusqu'à 70 jours de fonctionnement. Pour les trois horizons inférieurs, ces 70 jours de fonctionnement semblent correspondre à l'apogée de la teneur en biomasse, celle-ci régressant dès lors pour « bas » et « milieu bas » ou suite au 130<sup>ième</sup> jour pour « milieu haut ».

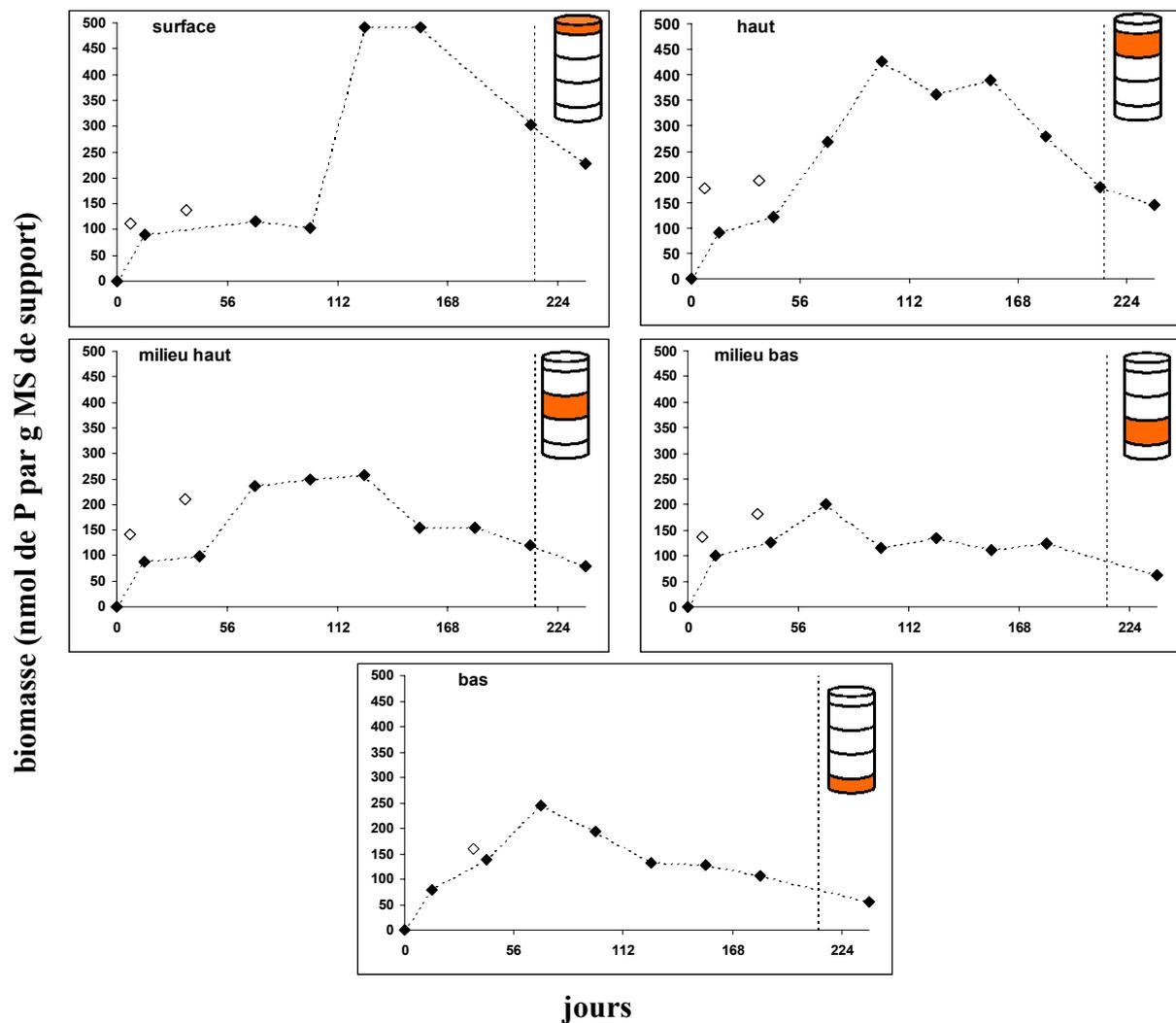


Figure 58. Evolution de la biomasse (phospholipides) au sein du massif G2 à différents horizons

En noir : mesures effectuées juste avant une période d'alimentation.

En blanc mesures effectuées juste après une période d'alimentation.

La ligne verticale pointillée (212 jours) correspond au début du colmatage du massif.

En haut de colonne, la croissance se poursuit jusqu'au jour 100. Le déclin s'amorce à partir de 150 jours de fonctionnement. En surface, la colonisation est retardée et soudaine. Entre 120 et 150 jours, c'est à cet horizon que la biomasse est la plus développée (490 nmol P.g<sup>-1</sup>MS de support). Le déclin s'amorce également vers le 150<sup>ème</sup> jour. Tout comme pour l'humidité et la paf, la répartition de la biomasse évolue au cours du temps pour passer d'une répartition relativement homogène à une prédominance en haut de massif (voir Figure 59).

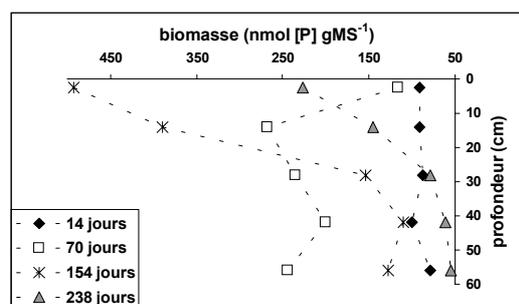


Figure 59. Répartition de la biomasse au sein du massif G2 à différents moments de son fonctionnement

Il existe une corrélation entre biomasse et MO (voir Figure 60), celle ci peut être légèrement améliorée ( $r^2=0.74$  contre 0.69) en ne tenant pas compte des mesures réalisées suite au jour 154, c'est à dire en ne prenant pas en compte la phase de déclin de la biomasse.

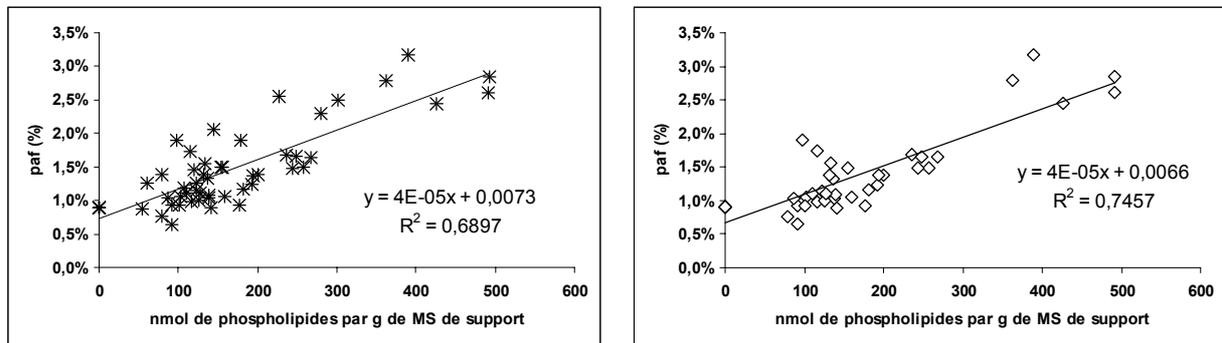


Figure 60. Relation biomasse-teneur en MO au sein du massif G2

A droite, non prise en compte des mesures réalisées après le jour 154

#### 6.5.1.4. Conclusion

La colonisation du massif de gravier se réalise en premier lieu, uniformément sur toute la hauteur du matériau. La granulométrie grossière du support garantissant des apports d'oxygène profonds et des vitesses d'écoulement importantes, permet ce développement homogène. La surface du massif n'est pas colonisée sans doute pour des raisons d'humidité insuffisante, cette couche subissant une forte évaporation. En infiltration percolation sur sable, la granulométrie fine et les besoins en oxygène des microorganismes cantonnent la biomasse majoritairement dans les 15 premiers centimètres (Guilloteau, 1992).

Le développement du biofilm entraîne l'augmentation de la teneur en MO et de l'humidité du massif. La biomasse et la MO, essentiellement composées d'eau influencent les capacités de rétention du matériau et contrôlent la répartition de l'humidité.

Par la suite, (après 70 jours de fonctionnement) le développement a lieu essentiellement dans les couches supérieures du massif. La moindre oxygénation de la partie inférieure ainsi que la rétention de la pollution en haut de massif sont sans doute à l'origine de cette répartition acquise. La colonne présente alors un profil décroissant de répartition de la biomasse. Au final, le développement tardif mais important en surface provoque vraisemblablement le colmatage du massif. C'est en effet cet horizon qui présente l'humidité et le taux de MO les plus élevés (17.3 % d'humidité et 2.5 % de paf).

La relation MO-biomasse change au cours du fonctionnement du filtre. La Figure 61 montre l'évolution du rapport biomasse / MO au sein du massif, autrement dit, la part de MO vivante au sein de la MO totale. On constate que suite au maximum de développement de la biomasse, la MO s'appauvrit en MO vivante.

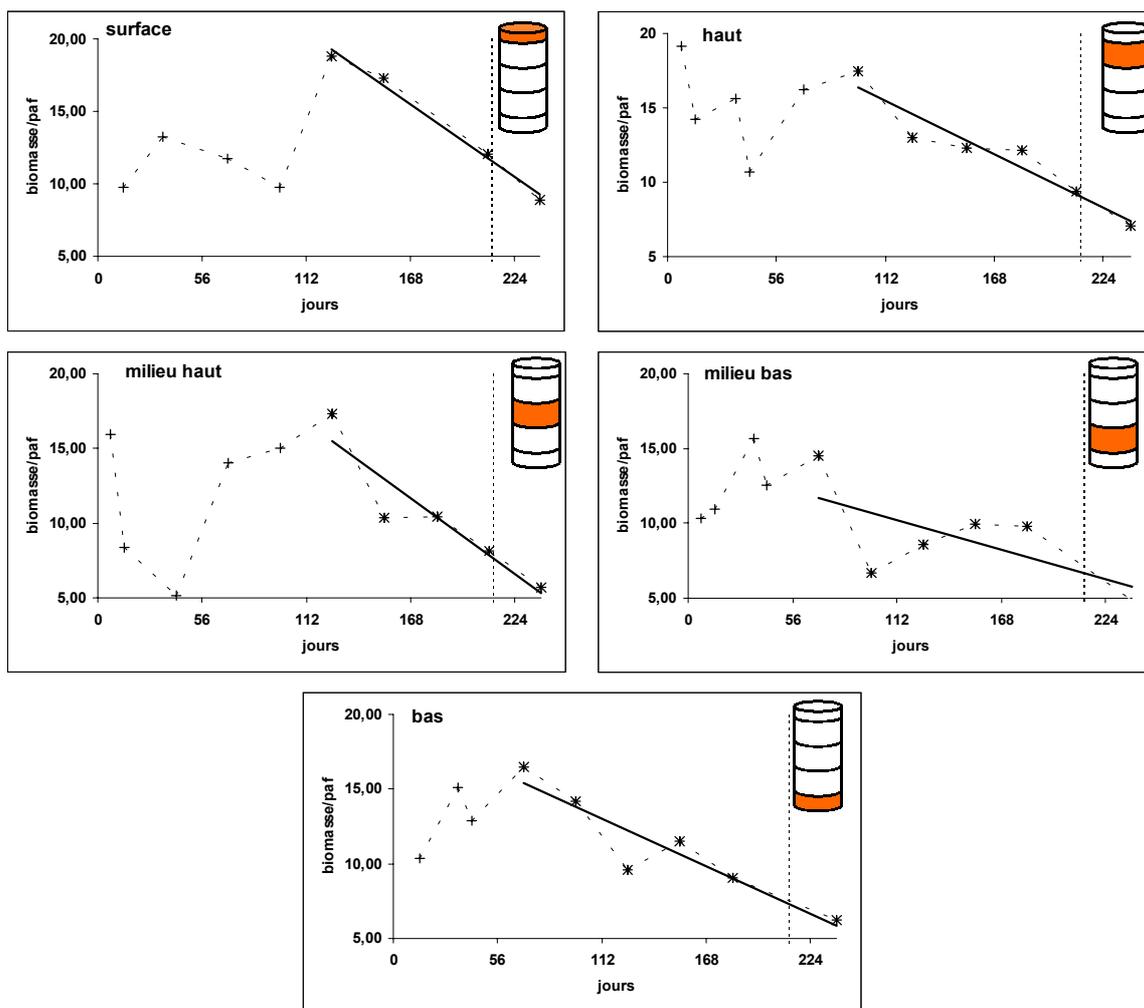


Figure 61. Evolution du rapport biomasse / MO au cours du fonctionnement du massif G2

La ligne verticale pointillée (212 jours) correspond au début du colmatage du massif.

La colonisation bactérienne provoque l'accumulation de MO au sein du massif (ces deux paramètres sont bien corrélés avant la décroissance bactérienne, voir Figure 60,  $r^2=0.74$ ). En fin de fonctionnement, la relation biomasse – MO évolue. Le déclin de la biomasse ne coïncide pas avec la réduction du stock de MO. Ceci correspond à l'accumulation de composés inertes, accumulation sans doute à l'origine du colmatage.

#### 6.5.2. MESURES REALISEES SUR LES COLONNES G1b ET P1b.

Les prélèvements et les mesures sur les supports des colonnes G1 et P1 débutent à partir de Septembre 2000, les massifs sont alors en fonctionnement depuis Avril 2000 après avoir déjà été alimentés lors de la première période de fonctionnement. Les deux massifs colmatent (suite à 224 jours pour G1, 182 pour P1), sont laissés au repos (84 jours pour G1, 98 pour P1) puis sont de nouveau ré-alimentés jusqu'à obtention d'un second colmatage qui survient suite à 42 jours de fonctionnement pour G1 et 56 jours pour P1.

##### 6.5.2.1. Massif G1

En période de fonctionnement, la répartition de la biomasse est identique à celle de la colonne G2 en fin de fonctionnement. L'essentiel de la biomasse se situe dans les horizons supérieurs, la quantité de phospholipides décroissant avec la profondeur.

La MO ainsi que l'humidité suivent cette répartition. Le colmatage est provoqué par la forte teneur en MO présente en surface du massif (voir Figure 62).

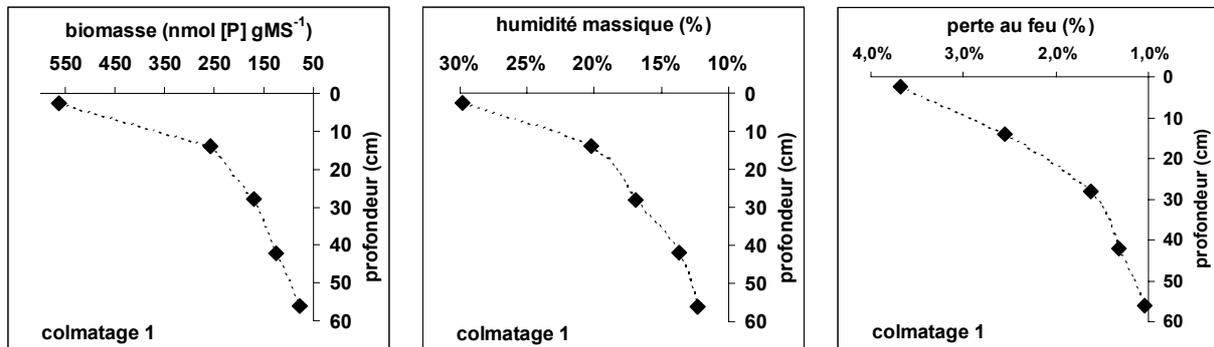


Figure 62. Profil du massif G1 avant son premier colmatage

Durant la période de repos, la biomasse diminue à tous les horizons. Cette diminution est plus importante dans la première moitié du massif, là où se trouvait l'essentiel de la biomasse. La décroissance bactérienne s'accompagne d'une diminution de l'humidité et, pour les horizons « haut » et « surface » d'une diminution de la teneur en MO (voir Figure 63). L'évaporation engendre une perte très importante d'humidité à la surface du massif.

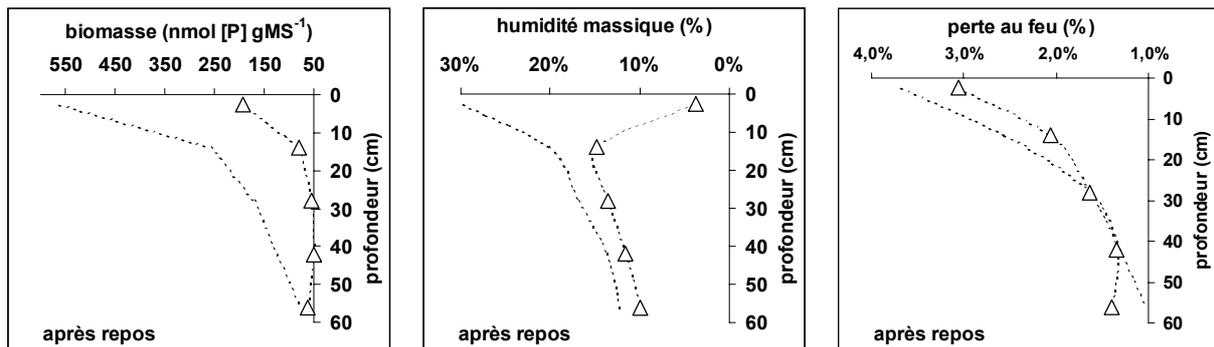


Figure 63. Profil du massif G1 suite à la période de repos

En pointillé, sont représentés les profils précédents.

La décroissance bactérienne ne provoque en fait qu'une faible diminution de la teneur en MO. La MO s'appauvrit en biomasse, mais n'est que peu biodégradée. L'évolution du rapport biomasse / paf est présentée Figure 64.

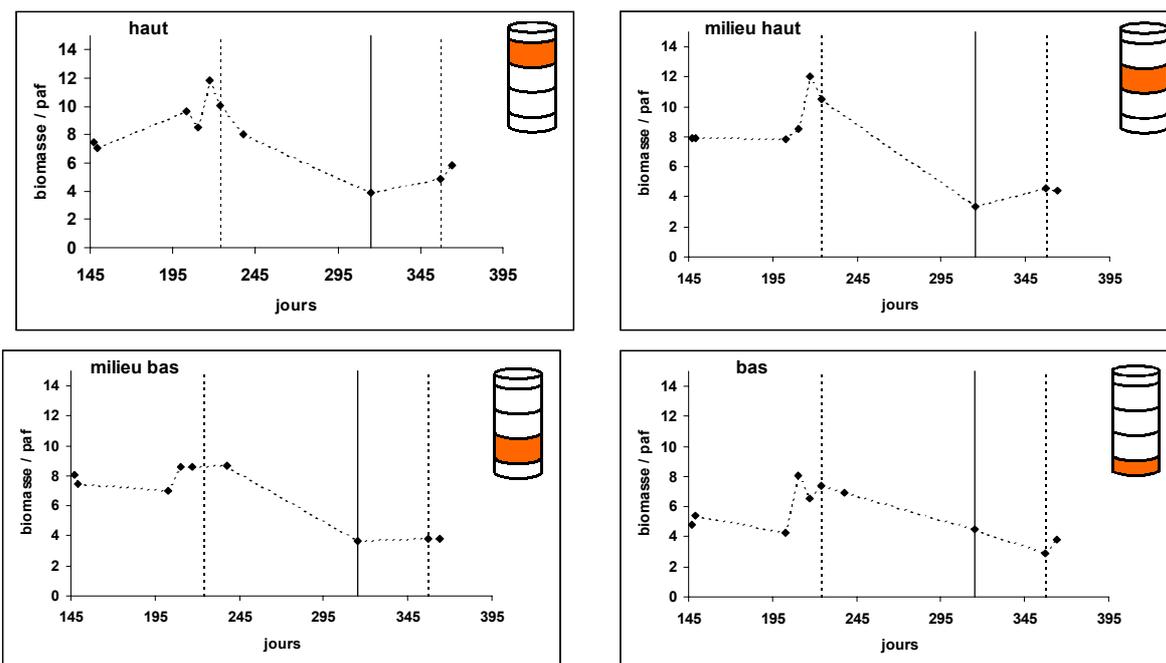


Figure 64. Evolution du rapport biomasse / MO au sein de la colonne G1

Les lignes pointillées représentent les colmatages du massif, le trait plein le re-démarrage de l'alimentation

La ré-alimentation du filtre provoque le colmatage, sans que la biomasse n'atteigne le niveau qui était le sien lors du premier colmatage. C'est l'accumulation importante de MO (paf de 4.2 %) en surface qui est à l'origine du colmatage (voir Figure 65).

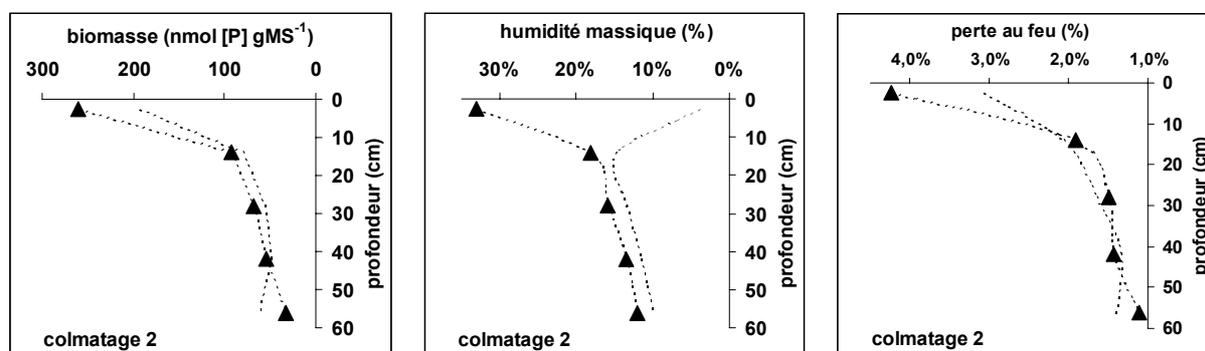


Figure 65. Profil du massif G1 lors du second colmatage

Le colmatage des filtres à gravier est la conséquence d'une accumulation de MO dans les 5 premiers cm du filtre. Cette accumulation semble être le résultat d'une évolution de la distribution de la biomasse, initialement uniforme, puis préférentiellement répartie dans les parties supérieures du massif. Par ailleurs, la fraction inerte de la MO tend à devenir de plus en plus importante notamment dans les horizons supérieurs (passage de 10 à 4 du rapport biomasse/MO, voir Figure 64).

La Figure 66 compare les profils des deux massifs de gravier lors de leur colmatage (colmatage 1 pour G1). Le colmatage survient pour des teneurs en biomasse et de MO supérieures pour le massif G1. Pour des matériaux de même nature (porosité identique), ces différences sont difficilement explicables. Le massif G1, à la différence de G2, est alimenté sur deux périodes distinctes et, est laissé au repos entre les deux.

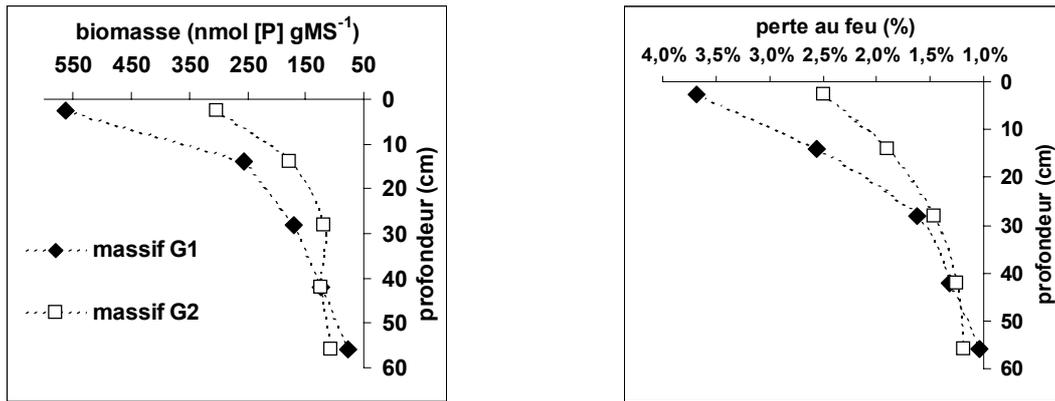


Figure 66. Comparaison des profils des colonnes G1 et G2 lors de leur colmatage

Ces différences sont toutefois à mettre en parallèle avec celles concernant la masse de colmatage des deux massifs de gravier. En effet, le massif G2b colmate pour une masse de 91,8 Kg tandis que G1b atteint 97.2 Kg. Malgré l'attention portée au tamisage des deux graviers constituant les massifs G1 et G2, il est possible que leur granulométrie soit légèrement différente et qu'ils se comportent différemment vis à vis de l'accumulation de la MO. Une telle hypothèse, si elle était vérifiée, rendrait cruciale la qualité du support utilisé. Les courbes granulométriques effectuées après coup sur les deux massifs sont présentées Figure 67. Les graviers sont passés au four pour éliminer la MO accumulée au cours du fonctionnement des massifs. En l'absence d'une gamme de tamis tout à fait suffisante, les deux graviers semblent présenter la même distribution granulométrique.

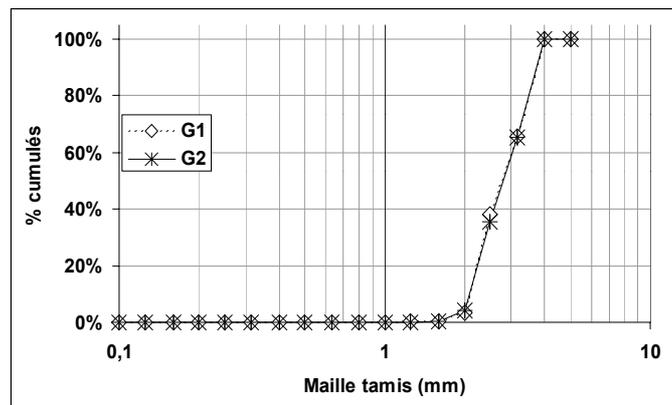


Figure 67. Courbes granulométriques des graviers issus de G1 et de G2

La porosité du gravier constituant G2 est toutefois légèrement inférieure à celle estimée pour G1 (38% contre 42%). Cette différence est peut être due à la forme des grains, provoquant un agencement différent entre les deux massifs.

### 6.5.2.2. Le massif P1

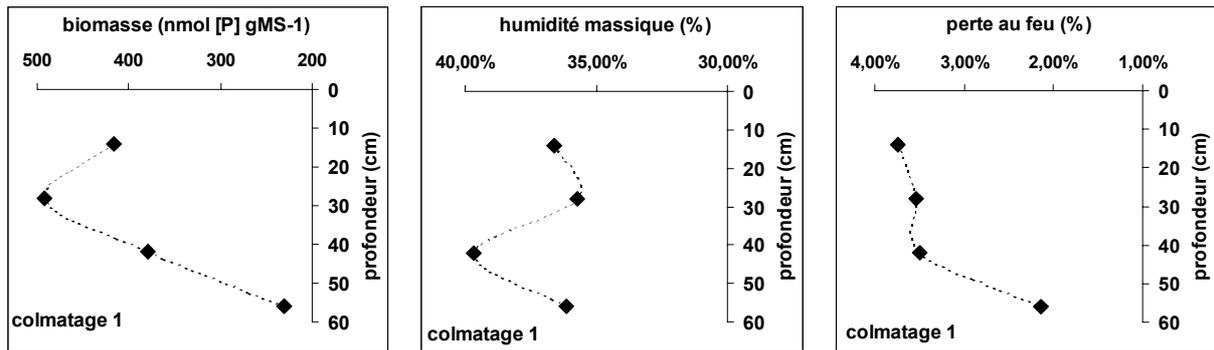


Figure 68. Profil du massif P1 avant son premier colmatage

Peu avant son premier colmatage, le massif de pouzzolane présente une répartition de la biomasse différente de celle observée sur le massif de gravier, avec un maximum en milieu haut et un minimum en bas de colonne (Figure 68). La répartition des différents paramètres montre essentiellement la particularité de l'horizon bas qui, malgré un développement biologique et une teneur en MO faible, présente une humidité comparable aux autres niveaux. L'humidité semble s'accumuler en milieu bas de colonne tandis que la MO est relativement uniformément répartie sur la hauteur, exception faite du bas du massif, plus pauvre.

Alors que la période de repos provoque une importante décroissance bactérienne (passage de 400 à 175 nmol [P] gMS<sup>-1</sup>), l'effet sur le stock de MO ne se fait ressentir qu'en haut de colonne (voir Figure 69). L'humidité varie également essentiellement en haut de massif, là où l'évaporation intervient. Comme pour le massif de gravier, la MO accumulée s'appauvrit en biomasse sans être pour autant minéralisée.

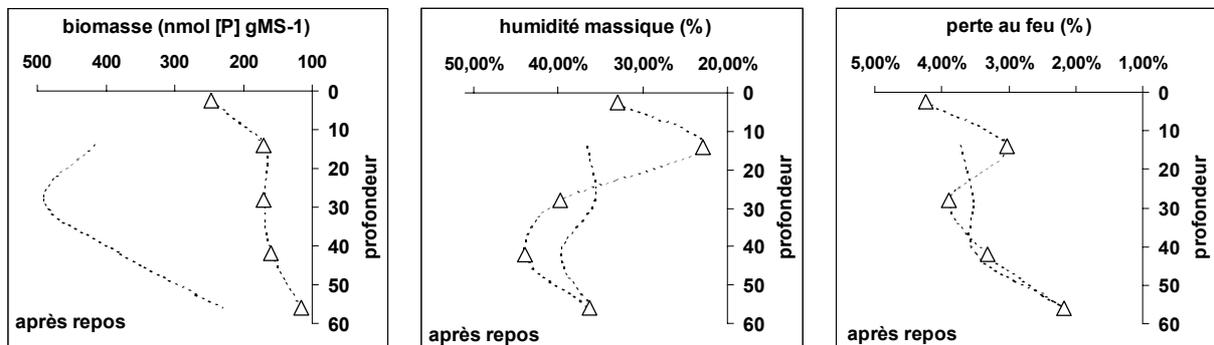


Figure 69. Profil du massif P1 après repos

La reprise de l'alimentation provoque un développement bactérien important à tous les horizons, excepté au fond de massif. Ceci n'est pas suivi d'une hausse de l'humidité ni de la MO. Seule la surface du massif voit sa teneur en eau et en MO augmenter, ce qui provoque le colmatage du filtre.

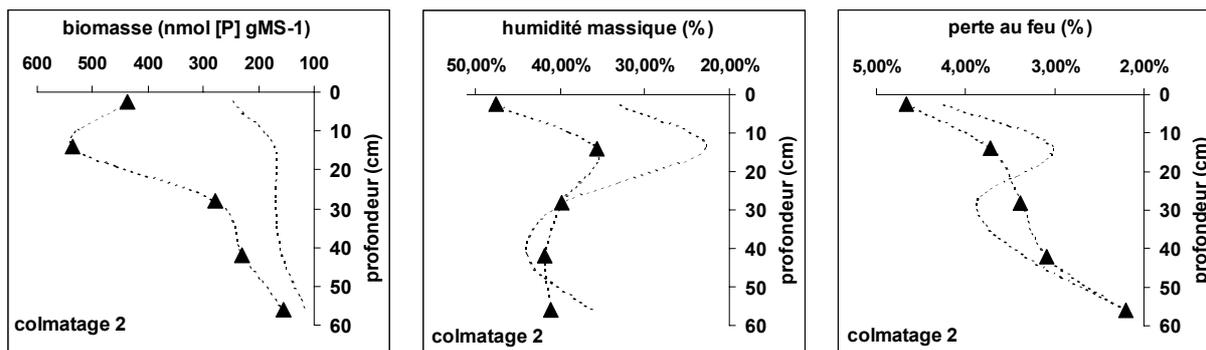


Figure 70. Profil du massif P1 lors de son second colmatage

A la différence des massifs de gravier, il n'est pas mis en évidence de corrélation entre paf et humidité massique au sein de P1 (voir Figure 71).

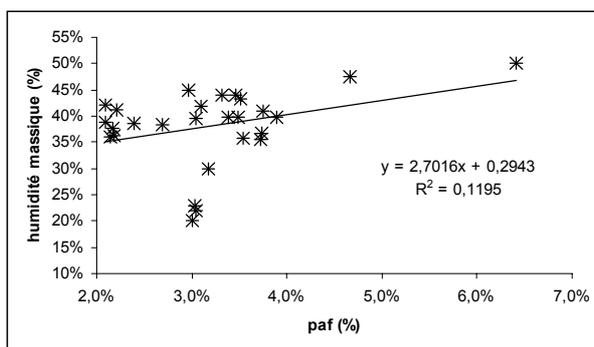


Figure 71. Relation teneur en MO- humidité au sein du massif P1

### 6.5.3. COMPARAISON DES MASSIFS DE GRAVIER ET DE POUZZOLANE

Afin de comparer les différents paramètres évoqués précédemment (humidité massique, paf, biomasse) entre les deux supports, il est nécessaire de les exprimer par rapport au volume de matériau par l'intermédiaire de leur masse volumique ( $0.98 \text{ g.mL}^{-1}$  pour la pouzzolane et  $1.38 \text{ g.mL}^{-1}$  pour le gravier).

Le développement bactérien est supérieur au sein de la pouzzolane, il est également plus profond (Figure 72). Aux extrémités (surface et fond) de colonne, les écarts sont moins importants.

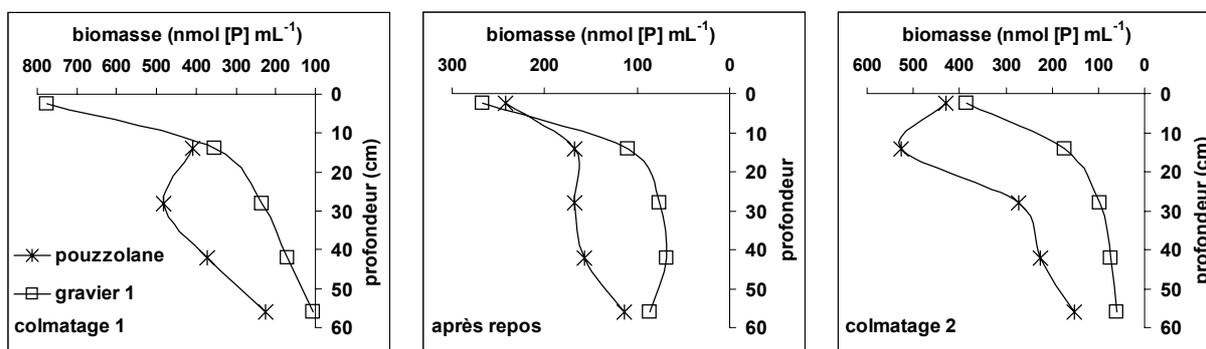


Figure 72. Comparaison des profils de biomasse des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement

Lors des colmatages l'humidité des deux types de support diffère pour les horizons inférieurs. En surface, l'humidité provoquant le colmatage est la même pour les deux massifs (colmatage 2, environ 46 % d'humidité). La pouzzolane conserve mieux l'humidité que le gravier : suite à

la période de repos la perte de teneur en eau est moins importante (voir Figure 73). L'humidité atteint des niveaux plus élevés sur toute la hauteur du massif de pouzzolane.

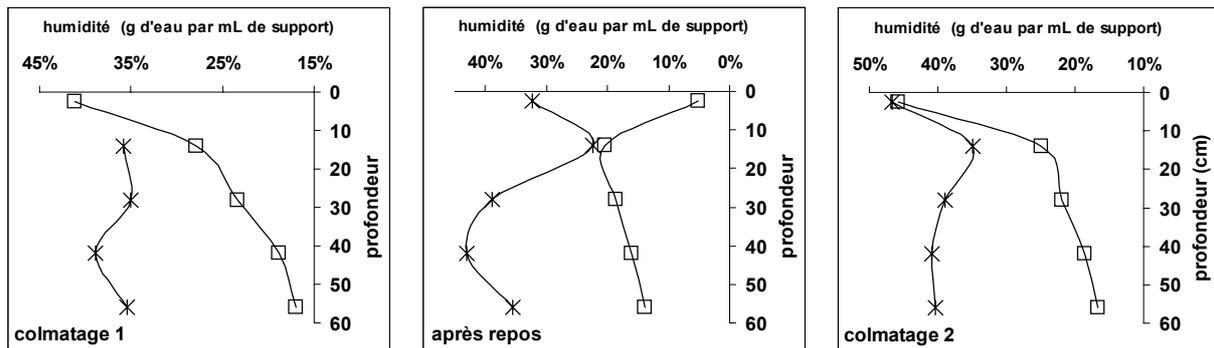


Figure 73. Comparaison des profils d'humidité des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement

Comme pour la biomasse, les différences de paf observées entre les deux types de support concernent les horizons intermédiaires. En haut et en surface de colonne, la teneur en MO est comparable entre gravier et pouzzolane. En fond de colonne, les différences entre supports sont également faibles.

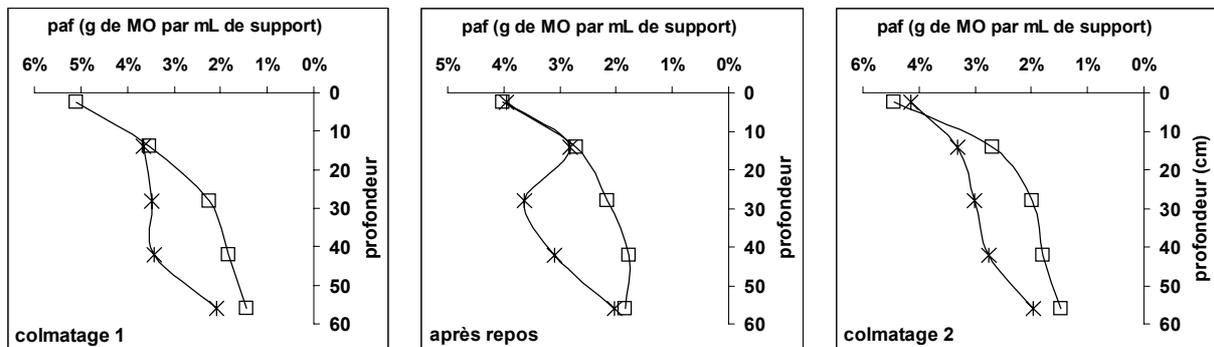


Figure 74. Comparaison des profils de teneur en MO des colonnes G1 et P1 à différents stades de leur fonctionnement

De part sa texture alvéolaire, la pouzzolane présente une rétention d'eau supérieure à celle du gravier. Le développement de la biomasse et l'accumulation de MO n'ajoutent pas « simplement », comme c'est le cas pour le gravier, une phase liquide stagnante. L'humidité engendrée par le biofilm se substituerait à l'humidité déjà présente dans la microporosité de la pouzzolane. Ceci expliquerait l'absence de corrélation entre humidité et paf dans le massif de pouzzolane. Ceci serait aussi en accord avec la faible influence du développement bactérien sur les propriétés hydrauliques du massif P1 (voir 6.3.1 p.71). Enfin ceci expliquerait la forte humidité du fond de la colonne sans pour autant qu'il y ait présence d'une grande quantité de MO (voir Figure 68).

Le développement bactérien au sein de la colonne de pouzzolane est plus profond que sur le massif de gravier. La meilleure adhésion que permet la microporosité de la pouzzolane peut expliquer en partie la biomasse supérieure à celle du gravier. L'hydrodynamique particulière du massif de pouzzolane et son humidité intrinsèque seraient à l'origine de la répartition plus homogène de la biomasse sur la hauteur du filtre.

Pour les deux types de support, le colmatage est provoqué par la colonisation massive de la surface d'infiltration. Une fois produite, la MO persiste après la mort cellulaire. La réalimentation, même après une longue période de repos (98 jours pour la pouzzolane, 84 pour le gravier), provoque le re-colmatage rapide de la surface des filtres (3 cycles de fonctionnement pour le gravier, 4 pour la pouzzolane).

#### 6.5.4. RESPIROMETRIE

La respirométrie nécessitant des échantillons de plus grande taille, les prélèvements sur les colonnes ont été limités en raison de leur caractère destructeur. Un premier prélèvement a été effectué en surface de massif à la fin de la période de repos faisant suite au premier colmatage. Le second prélèvement est effectué suite au re-colmatage des massifs. Parallèlement, les échantillons de support utilisés pour la respirométrie sont analysés au CHONS afin de déterminer leur teneur en carbone total ( $C_{tot}$ )

La Figure 75 présente les courbes cumulatives du C-CO<sub>2</sub> dégagé au cours de l'incubation des prélèvements. Chaque prélèvement est doublé, par la suite, la valeur moyenne des deux mesures est utilisée pour l'ajustement au modèle théorique. La similitude des valeurs mesurées pour une même origine de prélèvement rend compte de la relative homogénéité de la surface échantillonnée et autorise l'utilisation de la moyenne des deux courbes. On remarque que suite à la période de repos, la quantité de carbone biodégradable est logiquement réduite.

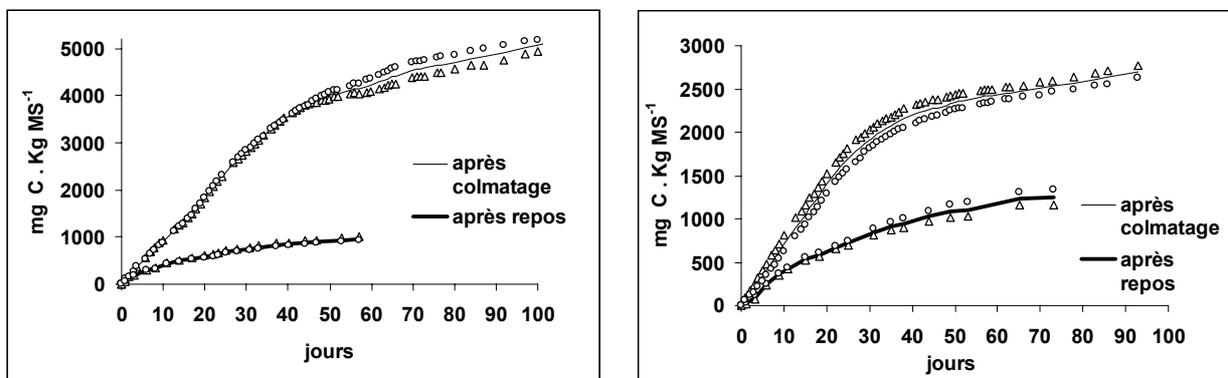


Figure 75. Courbes cumulatives de dégagement de C-CO<sub>2</sub> d'échantillon de support provenant de la surface des massifs (à gauche : pouzzolane ; à droite : gravier)

La Figure 76 présente les ajustements théoriques accompagnés des paramètres  $k$  et  $C_0$  qui en découlent. Les résultats sont rapportés au volume de support plutôt qu'à leur masse afin de pouvoir comparer gravier et pouzzolane. Le stock de carbone organique biodégradable ( $C_{ob}$ ) présent en surface de massif diminue fortement durant la période de repos ( $/2$  pour le gravier,  $/5$  pour la pouzzolane). En phase de colmatage, en comparaison avec le gravier, une quantité plus élevée de carbone organique biodégradable est présente au sein de la pouzzolane, c'est l'inverse suite à la période de repos. Si, et ce qui semble logique, la MO présente dans le massif de gravier en phase de colmatage est plus rapidement biodégradée que suite à la période de repos ( $k = 0.036j^{-1}$  contre  $0.029j^{-1}$ ), ce n'est pas le cas pour la pouzzolane. Au bout d'une semaine d'incubation, seulement 3 % du carbone sont biodégradés pour la pouzzolane et 2 % seulement pour le gravier. Ces chiffres soulignent la très faible biodégradabilité de la MO présente sur les supports.

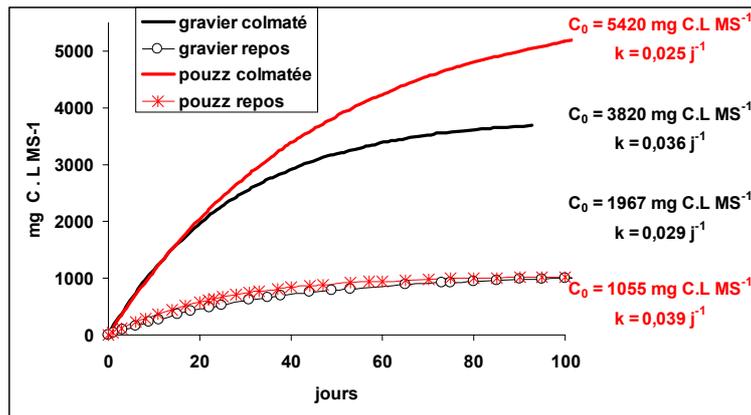


Figure 76. Ajustement des courbes cumulatives au modèle  $C(t)=C_0(1-e^{-kt})$

A titre de comparaison, Page et al. (1998), en réalisant le même type d'expérience (incubation à 20°C également) sur un sol ayant reçu par épandage des effluents de féculerie, constatent une minéralisation de 62 % du carbone au bout d'une semaine. Les auteurs soulignent que ce chiffre représente un taux de biodégradabilité très élevé, 2.8 fois supérieur à celui trouvé pour un épandage de boue de station d'épuration. Dans ce dernier cas la fraction dégradée suite à une semaine d'incubation reste 7 à 10 fois supérieure à ce qui est mesuré ici.

L'évolution du rapport  $C_{ob}/C_{tot}$  montre la diminution de la part de MO biodégradable au sein de la MO totale lors de la phase de repos. Lors du colmatage, la fraction biodégradable représente respectivement 24 % et 18 % du  $C_{tot}$  à la surface des massifs de pouzzolane et de gravier. Suite à la période de repos (environ 100 jours) cette fraction tombe à 10 % pour les deux types de support.

Des expériences de respirométrie ont été menées sur des échantillons provenant de la station expérimentale du Pradel. La quantité de carbone total est estimée à partir de la paf des échantillons. En effet ces deux paramètres montrent une assez bonne corrélation lors de leur mesure sur pilote (voir Figure 77) :

$$C_{tot} = 0.429 * paf - 0.117 \quad r^2 = 0.83 ; n = 12$$

La Figure 77 montre aussi cette même relation, entre paf et  $C_{tot}$ , telle qu'elle est décrite par Tanner et Sukias (1995). Les auteurs remarquent alors que la paf est un bon indicateur de la teneur en  $C_{tot}$  ( $C_{tot} = 0.366 * paf - 0.164 ; r^2 = 0.92 ; n = 92$ ). La relation estimée sur pilote est, malgré un coefficient de corrélation inférieur, préférée à celle de la littérature, en raison de la probable spécificité de la MO accumulée dans les colonnes.

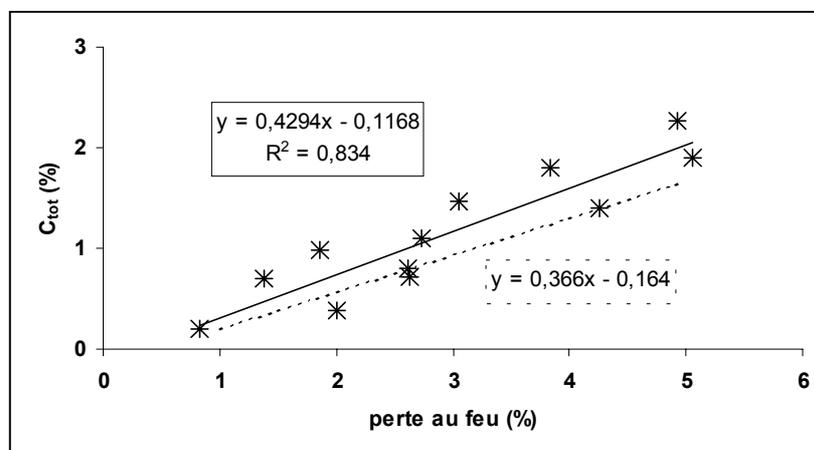


Figure 77. Relation entre paf et teneur en  $C_{tot}$

Les prélèvements ont été effectués alors que la station expérimentale fonctionne correctement (juillet 2000). En surface de filtre, la quantité de  $C_{ob}$  est sensiblement la même que lors du colmatage du massif pilote ( $5000 \text{ mg C-CO}_2 \cdot \text{L MS}^{-1}$ ) mais représente une fraction plus importante, de l'ordre de 50 %. La paf de l'échantillon du Pradel est sensiblement la même que celle mesurée sur P1b suite à la période de repos (2.5 % contre 2.7 % sur pilote) pour une fraction biodégradable 5 fois supérieure (50 % pour pouzzolane issue du Pradel contre 10 % pour P1b).

#### 6.5.5. CONCLUSION.

Il est nécessaire de faire la distinction entre MO inerte et MO vivante. En effet, si la colonisation des filtres s'accompagne bien d'une accumulation de MO, la décroissance bactérienne ne provoque pas ou peu de réduction du stock de MO. En absence d'apport de substrat (période de repos) il y a mort cellulaire plutôt que consommation de la MO accumulée. Cette MO est vraisemblablement sous forme non ou peu biodégradable. Ce caractère récalcitrant est peut être dû à la nature des effluents, au rapport C/N déséquilibré qu'ils présentent (voir 4.4.3.4.5).

## 6.6. Suivi des variations du stock d'oxygène au sein des massifs

### 6.6.1. VARIATION DU STOCK D'OXYGENE AU COURS D'UN CYCLE DE FONCTIONNEMENT

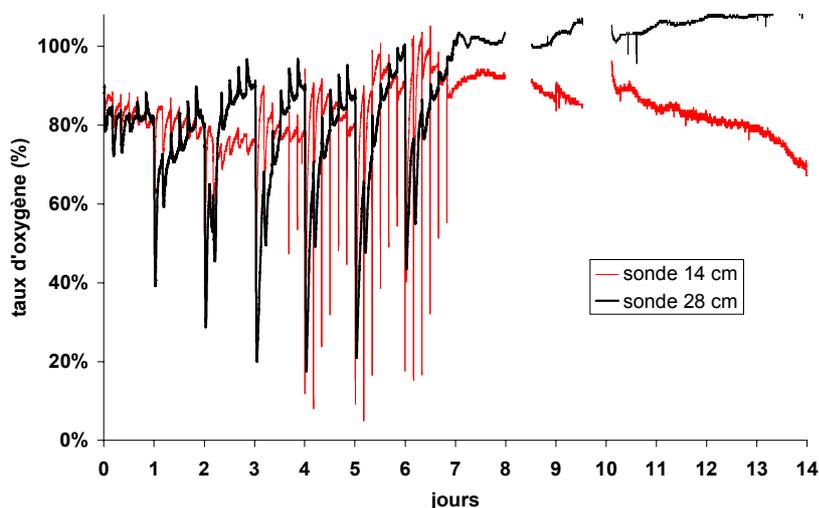


Figure 78. Variation du taux d'oxygène au sein du massif G2 au cours du 28<sup>ième</sup> cycle de fonctionnement

La Figure 78 montre le suivi du taux d'oxygène présent au sein du massif G2 au cours d'un cycle de fonctionnement, à différentes hauteurs. Globalement, la phase d'alimentation est marquée par une chute de la quantité d'oxygène lors des alimentations d'effluent frais. Lors des recyclages de l'effluent l'atmosphère du massif se renouvelle. La phase de repos débute alors que le stock d'oxygène est déjà entièrement renouvelé. L'utilisation des oxymètres en conditions « anormales » entraîne une certaine incertitude quant aux valeurs mesurées. En effet, l'attribution normale des sondes d'oxymètre est la mesure de l'oxygène dissous dans l'eau, ici les sondes sont placées en conditions insaturées. Il est difficile de dire si le stock d'oxygène est entièrement reconstitué durant les recyclages, les oxymètres ayant tendance à dériver. De plus le nécessaire ré-étalonnage fréquent, entraîne la mise à l'air des sondes entre deux cycles de fonctionnement. Pour ces raisons, les mesures réalisées ne sont pas interprétées en terme quantitatif.

Au cours d'une bâchée, les variations de stock d'eau au sein du massif entraînent très certainement un déplacement d'air lié au gradient de pression créé. La Figure 79 montre le suivi du taux d'oxygène réalisé aux trois horizons supérieurs. Les lignes pointillées verticales représentent, de gauche à droite, le début de l'alimentation, le début de la percolation et la fin de l'alimentation. Si les mouvements d'eau n'ont que peu d'influence en haut de colonne (14 cm) la convection joue un rôle important pour les horizons intermédiaires. Ces variations brutales du taux d'oxygène disparaissent lorsque la plage d'infiltration tarde à se dénoyer, c'est notamment le cas lors du cycle qui voit le colmatage de G2 (voir Figure 80)

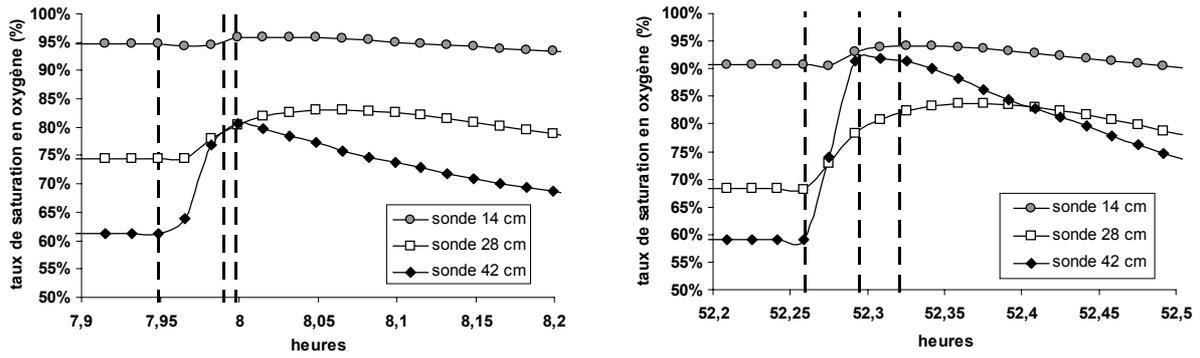


Figure 79. Suivi de l'influence d'une bâchée sur le taux d'oxygène au sein du massif G1 au cours de la semaine 9 (à gauche 2<sup>ème</sup> bâchée, à droite 13<sup>ème</sup>)

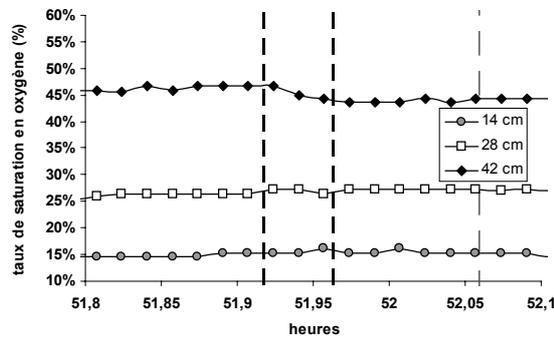


Figure 80. Suivi de l'influence d'une bâchée sur le taux d'oxygène au sein du massif G2 au cours de la semaine 36

### 6.6.2. VARIATION DU STOCK D'OXYGENE LORS DU COLMATAGE

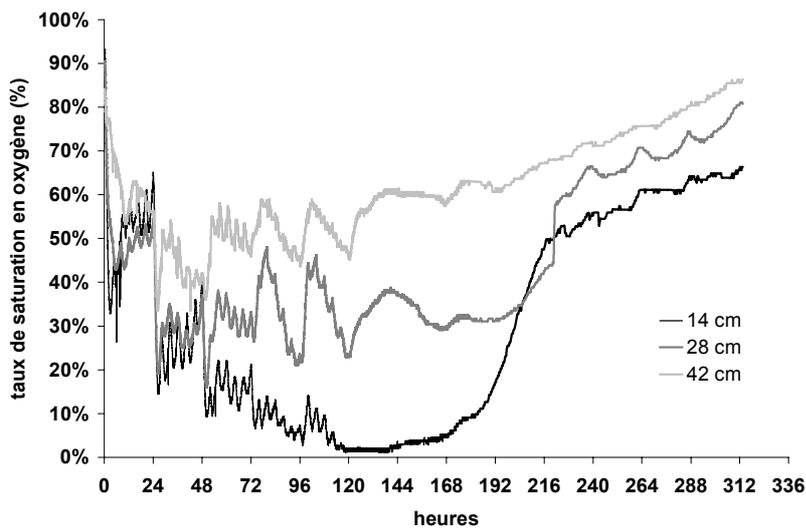


Figure 81. Variation du taux d'oxygène au sein du massif G2 lors de son colmatage

La Figure 81 représente la variation du stock d'oxygène mesuré à trois hauteurs différentes (14, 28 et 42 cm) durant le cycle auquel le filtre a colmaté. Une fois la plage d'infiltration noyée (après 120 heures), le taux d'oxygène en haut de massif devient très proche de zéro. Les apports par le haut de la colonne sont alors nuls. Dans le reste de la colonne, l'aération

par le fond semble suffire à maintenir la présence d'oxygène. Ceci confirme le rôle joué par la surface dans le colmatage des massifs. Suite au dénoyage de la plage d'infiltration, le taux d'oxygène est rapidement restauré au sein de l'horizon supérieur.

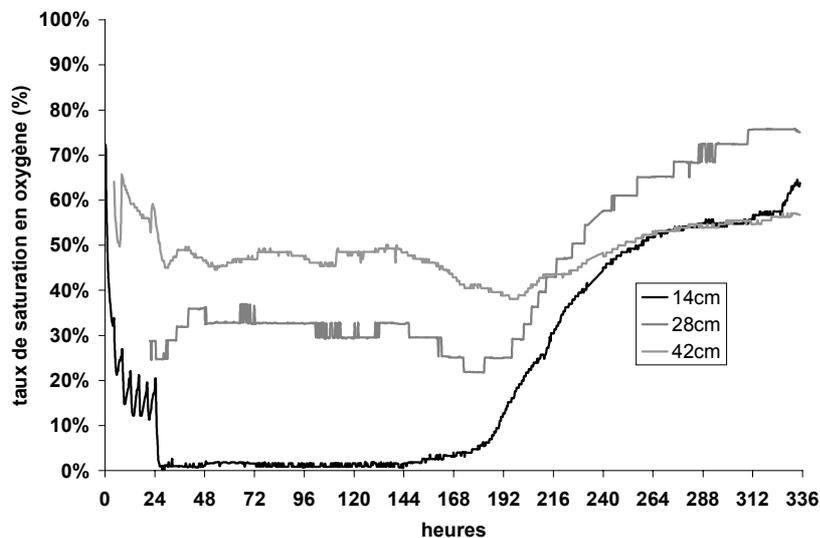


Figure 82. Variation du taux d'oxygène au sein du massif P1 lors de son colmatage

Le même type d'observation est réalisé lors du colmatage de la colonne P1 (voir Figure 82). Le colmatage survient ici suite à la deuxième journée d'alimentation. On constate que la submersion prolongée de la plage d'infiltration (24h à 144h) n'affecte que peu le taux d'oxygène des horizons inférieurs révélant ainsi la permanence des apports diffusifs par le fond de la colonne. Ceux-ci ne pourraient avoir lieu en présence de sable en raison de la présence d'une zone saturée à la base (frange capillaire) Le rapide renouvellement des gaz suite au colmatage montre bien l'avantage de l'utilisation d'une granulométrie grossière pour favoriser les apports d'oxygène. La Figure 83 montre le suivi du pourcentage d'oxygène de l'atmosphère d'un massif de sable en régime colmatant et non colmatant (Guilloteau et al., 1993). Le rythme de fonctionnement du massif était de 3 jours d'alimentation suivi de 4 jours de repos. En régime colmatant, le taux d'oxygène n'est pas restauré durant la période de repos, en régime non colmatant, seul l'horizon 15 cm voit son taux d'oxygène se rétablir.

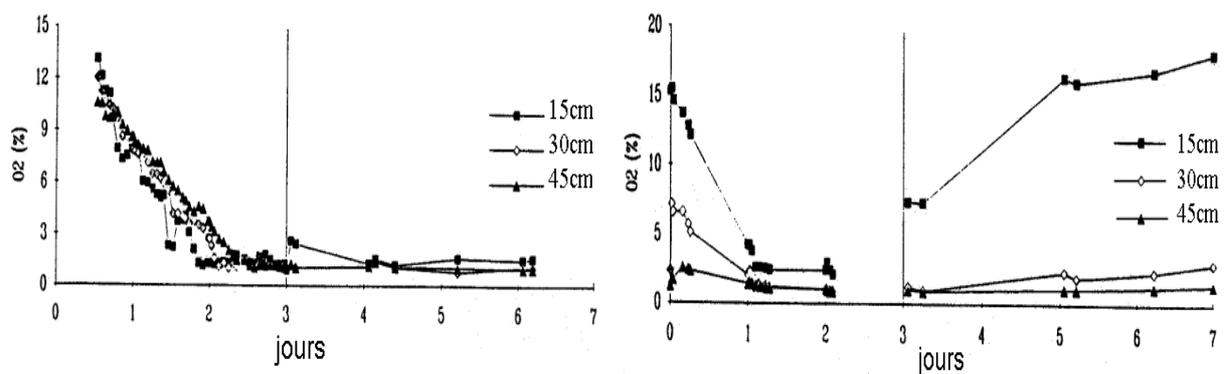


Figure 83. Suivi du taux d'oxygène au sein d'une colonne de sable en régime colmatant (à gauche) et non colmatant (à droite) (d'après Guilloteau et al., 1993)

### 6.6.3. CONCLUSION

L'utilisation de matériaux de granulométrie supérieure au sable permet, semble-t-il, de s'affranchir du problème de la disponibilité en oxygène. Non seulement les apports diffusifs sont vraisemblablement augmentés (diffusivité du milieu poreux supérieure) mais les apports convectifs jouent également un rôle. L'absence de submersion en surface (en conditions non colmatantes), l'absence de frange capillaire en fond de colonne et la possibilité laissée à l'air de circuler par le bas du massif permettent des phénomènes de tirage au sein des massifs.

Les sondes d'oxymètre dont l'attribution est la mesure de l'oxygène dissous dans l'eau sont ici utilisées de façon anormale. La quantification des apports et notamment des apports convectifs nécessiterait l'analyse des gaz (chromatographie en phase gazeuse).

## 6.7. Modélisation

L'objectif de la modélisation, est à terme, de fournir un outil de dimensionnement et de gestion du procédé à cultures fixées décrit dans le présent rapport. Le modèle doit également servir d'outil de recherche permettant l'optimisation des conditions d'utilisation du procédé (rythmes de fonctionnement, charges appliquées).

Les simulations doivent représenter les principales observations réalisées lors de l'étude pilote du procédé afin d'évaluer à la fois ses performances et sa durabilité. L'opération de recyclage permet, malgré des vitesses d'écoulement supérieures à celles rencontrées en infiltration-percolation sur sable, l'obtention de rendements épuratoires élevés (jusqu'à 99%). L'augmentation de la granulométrie du support permet de s'affranchir des besoins en oxygène nécessaire à l'épuration. La bonne qualité du traitement s'accompagne toutefois, d'une accumulation constante de matière organique qui provoque à moyen terme le colmatage des filtres

Le modèle comporte 12 équations ; lorsque les paramètres n'ont pas été mesurés expérimentalement, il a fallu choisir leur valeur parmi celles proposées dans la littérature (voir 5.6.5 p.57).

Le paramétrage du modèle porte sur le fonctionnement du filtre à pouzzolane. Ce choix se justifie par la volonté de pouvoir comparer à terme les simulations avec les résultats d'une installation en taille réelle, la station du Pradel utilisant ce type de support.

L'ajustement des paramètres est réalisé de façon « manuelle ».

### 6.7.1. MODELISATION DU TRANSFERT DE SOLUTES :

La modèle de transfert de solutés régit notamment, via le transport de la pollution de l'eau mobile vers la phase stagnante, la simulation des performances épuratoires du procédé. L'ajustement de cette partie du modèle porte donc sur l'amélioration de l'adéquation entre rendements épuratoires simulés et observés. Le nombre de mesures disponibles quant à la cinétique de dégradation de la pollution et l'influence des différents passages est limité. Seules les premières semaines de fonctionnement ont fait l'objet d'un suivi poussé.

Les paramètres du transfert de substrat sont :

- o  $D_{DCO}$  : coefficient de dispersion du substrat dans la phase mobile [ $L^2.T^{-1}$ ]
- o  $\alpha$  : coefficient de transfert du substrat de la phase mobile à la phase stagnante [ $T^{-1}$ ]

L'ajustement a porté sur le coefficient  $\alpha$  qui est le paramètre le plus influent. La valeur choisie est  $0.00015 s^{-1}$ .

La Figure 84 montre les rendements épuratoires simulés et observés sur la colonne P1a au cours d'une journée de fonctionnement. L'adéquation entre mesures et simulation est satisfaisante, le modèle sous estime la part du premier passage dans l'épuration et surestime la qualité finale du traitement. Les rendements finaux de 99 % simulés par le modèle, sont en accord avec les résultats expérimentaux obtenus lors du fonctionnement du massif P1a (seule la première période de fonctionnement a fait l'objet d'un suivi de la DCO filtrée et permet ainsi la comparaison avec les simulations).

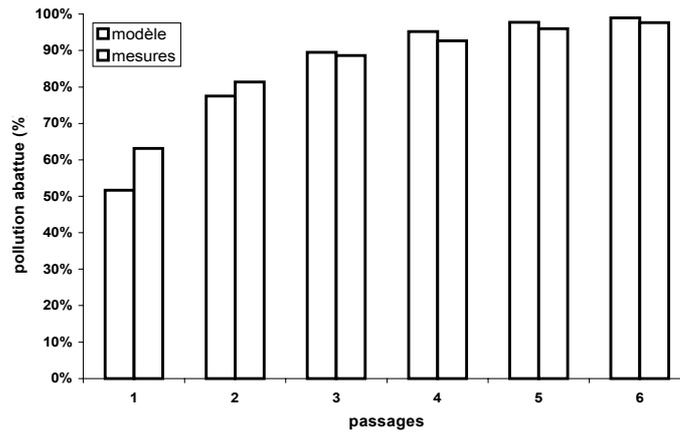


Figure 84. Rendements épuratoires observés et simulés pour P1a, semaine 3, jour 3.

La Figure 85 présente l'évolution des rendements simulés à différent stade de fonctionnement en comparant les résultats des semaines 2 et 13, on remarque la stabilité des résultats fournis par le modèle. Les performances épuratoires des premiers passages s'améliorent légèrement au cours de l'utilisation des filtres. La croissance bactérienne explique sans doute cette amélioration.

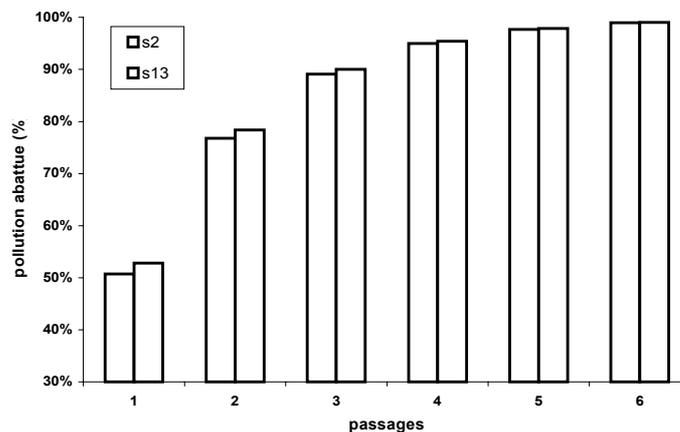


Figure 85. Rendements épuratoires simulés pour les cycles de fonctionnement 2 et 13 (jour 3)

### 6.7.2. MODELISATION DE LA BIOMASSE

Les paramètres du modèle concernant le développement bactérien sont nombreux et il est apparu impossible de les ajuster séparément. Les paramètres ayant fait l'objet d'un ajustement sont :

- o  $Y$  : le rendement de conversion du substrat en biomasse (ad.)
- o  $\lambda$  : le volume massique du biofilm ( $L.g^{-1}$ )
- o  $f$  : la fraction de la biomasse accumulée après mort cellulaire (ad.)

Les autres paramètres sont issus de la littérature et sont mentionnés p.57. Les valeurs retenues sont présentées dans le Tableau 25.

Tableau 25. Paramètres biologiques issus de la littérature

paramètres	Valeur adoptée
Taux maximum de croissance bactérienne $\mu_m$	$10 \text{ j}^{-1}$
Fraction de dégradation de la biomasse morte $f$	0.6
Coefficient d'autorégulation de la biomasse $K_D$	$0.15 \text{ j}^{-1}$
Concentration de demi-activité pour la DCO $K_{DCO}^{1/2}$	$0.12 \text{ g.L}^{-1}$

L'ajustement des paramètres  $Y$  et  $\lambda$  porte sur la représentation de la croissance bactérienne lors des phases d'alimentation des pilotes. Expérimentalement, le gain en masse des colonnes est quasiment invariable quel que soit le type de support ou le rythme utilisé (environ  $11 \text{ g.h}^{-1}$ ) (voir 6.4.175). Les valeurs de  $0.45$  et  $0.02 \text{ L.g}^{-1}$  respectivement pour  $Y$  et  $\lambda$ , permettent de simuler une augmentation de masse très proche de celle observée (voir Figure 86).

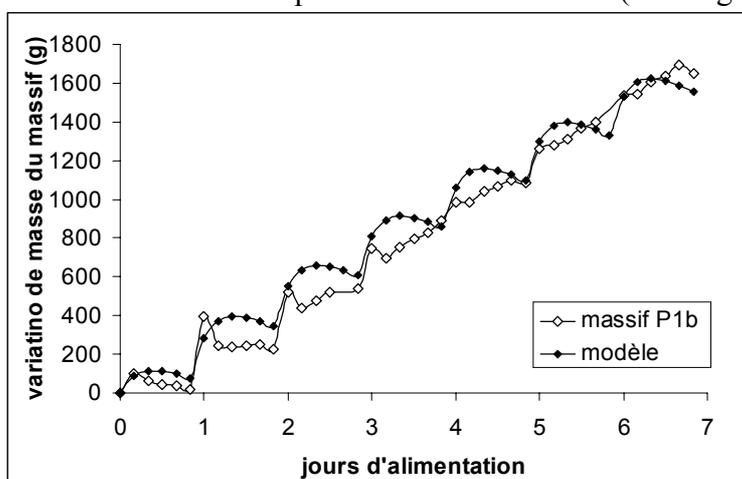


Figure 86. Accumulation de masse lors de la phase d'alimentation (10<sup>ème</sup> cycle de fonctionnement)

Le paramètre  $f$  permet de jouer sur l'accumulation de masse à long terme subie par les colonnes. La valeur de 6.5% permet de représenter le gain d'environ  $30 \text{ g.j}^{-1}$  observé sur les colonnes au rythme de fonctionnement 7/7 (voir Figure 87).

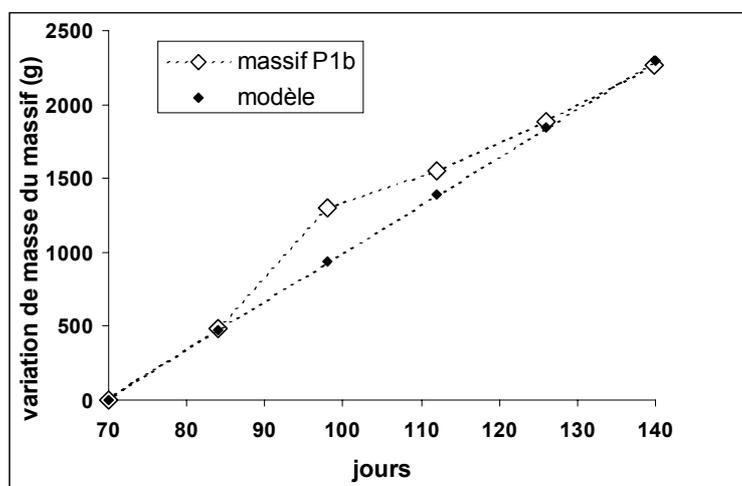


Figure 87. Accumulation à long terme de masse au sein de la colonne P1b (cycles 10 à 14).

Le volume massique du biofilm,  $\lambda$ , est approché expérimentalement grâce aux prélèvements de supports réalisés sur les colonnes. L'humidité de la MO accumulée au sein des filtres est mesurée à 90 +/- 1.4 % (n=33). Ceci correspond à un  $\lambda$  de 0.01 L.g<sup>-1</sup>. Toutefois, l'application d'une telle valeur au modèle ne permet pas de rendre compte des variations de masse enregistrées expérimentalement. La valeur adoptée pour le modèle ( $\lambda = 0.02$  L.g<sup>-1</sup> soit 95 % d'humidité) est la plus faible valeur donnant des résultats cohérents avec les résultats expérimentaux. En dessous, l'accumulation d'eau au sein du massif est très sous estimée sans que le jeu sur d'autres paramètres permette d'y remédier. Cette valeur correspond bien aux valeurs trouvées dans la littérature (Chachuat, 1998, Bect, 2000).

Parouty (2001) explique cette différence par le caractère global du paramètre  $\lambda$  dans le modèle. Le modèle simule en effet un biofilm constitué uniquement de cellules bactériennes, exempt de leur matrice de polymères et des organismes pluricellulaires (larves, vers) présents également au sein du filtre. La concentration  $\rho$  (en matière sèche) de biomasse étant de fait sous estimée par le modèle, le choix d'un facteur de conversion ( $\lambda$ ) supérieur à la valeur mesurée est alors justifié.

La répartition de l'humidité stagnante au sein du massif, simulée par le modèle est conforme à celle observée. D'une répartition homogène en début de fonctionnement, on passe à une répartition décroissante avec la profondeur (voir Figure 88).

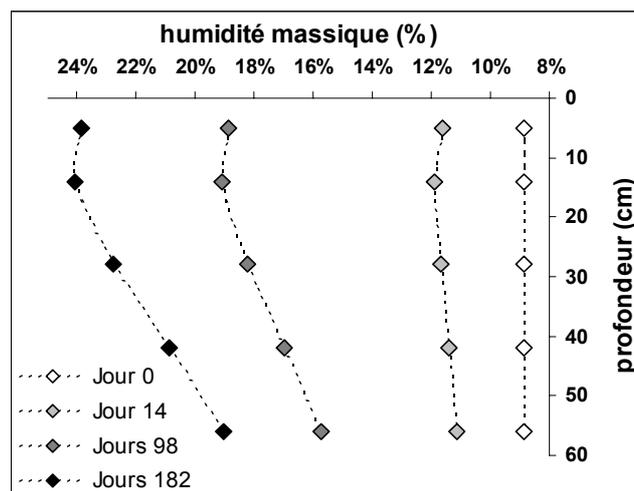


Figure 88. Répartition simulée de l'humidité massique au sein du massif de pouzzolane à différents stades de fonctionnement

Les prélèvements de support sur la colonne P1b n'ont débuté qu'à un stade déjà avancé de la colonisation. La comparaison des simulations avec les valeurs mesurées porte sur des échantillons prélevés au jour 182 du fonctionnement du massif P1b, soit peu de temps avant son colmatage. De plus le massif P1b a déjà subi une colonisation lors de la première phase de fonctionnement (P1a). Cependant la Figure 89 montre que le taux d'humidité simulé apparaît très sous estimé par rapport à la réalité.

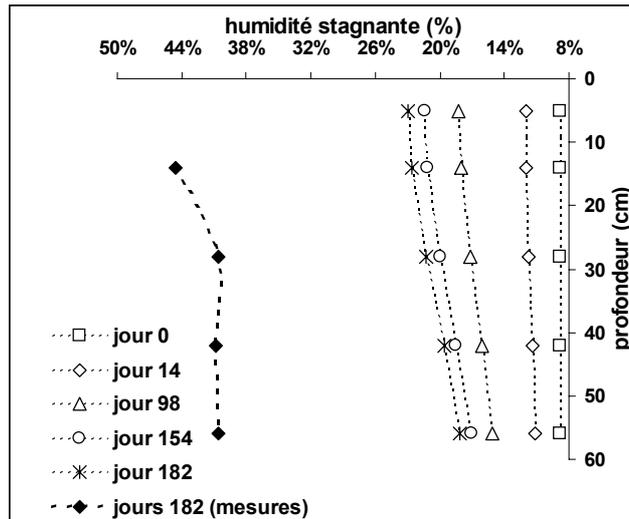


Figure 89. Répartition simulée et observée de l'humidité stagnante au sein du massif P1b

La Figure 90 montre la répartition observée et simulée de l'humidité stagnante au sein du massif G2b à différents stades de son fonctionnement. Ce massif est celui pour lequel nous disposons du plus de données concernant l'étude du support, et ce depuis son démarrage en milieu vierge. La répartition simulée de la biomasse sur le support gravier (modification des paramètres relatifs au type de massif : humidité résiduelle, conductivité hydraulique à saturation, porosité) reste, par rapport aux observations, trop uniforme. La teneur en eau est sous estimée en haut de massifs alors que les valeurs de modèle apparaissent plus satisfaisantes dans la seconde moitié du filtre. La concordance des résultats expérimentaux avec la simulation est toutefois meilleure que pour le massif P1b.

Le modèle prévoit un développement similaire pour les deux horizons supérieurs (5 et 14 cm), or les mesures montrent que la surface du massif n'est colonisée que tardivement. L'effet de l'évaporation qui vraisemblablement est à l'origine du développement tardif du biofilm dans les premiers centimètres des filtres n'est pas prise en compte par le modèle. Ceci explique la différence observée entre mesures et simulations.

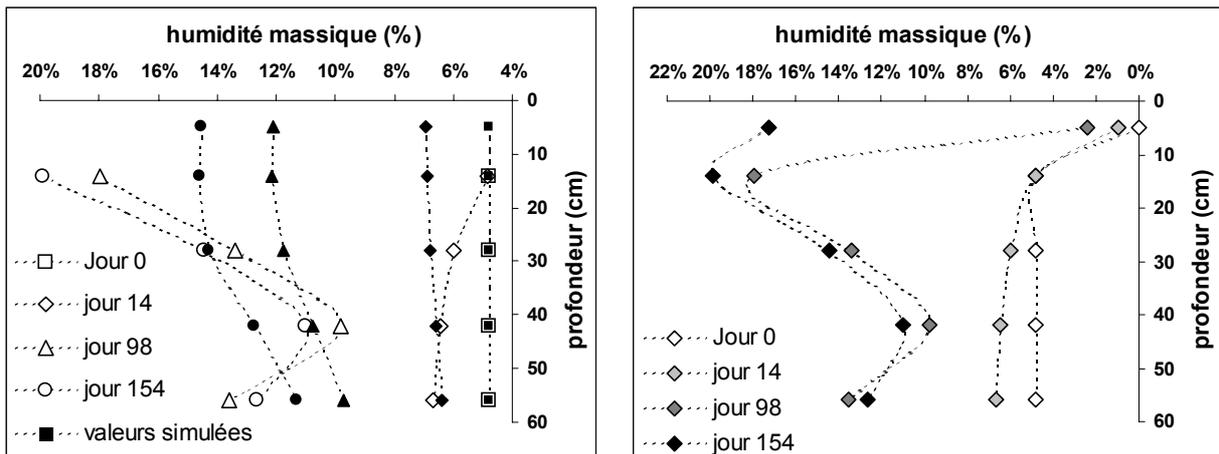


Figure 90. Répartition simulée et observée de l'humidité stagnante au sein du massif G2b (en noir, valeurs simulées, à droite répartition observée avec représentation de l'horizon « surface »).

Si l'accumulation à long terme de MO au sein du massif ainsi que la croissance bactérienne au cours d'une phase d'alimentation sont bien représentées par le modèle, un phénomène n'est pas pris en compte. Il s'agit de la ré-humidification du biofilm suite à une période de repos. La reconstitution du stock d'eau consécutive à la première bûchée provoque une augmentation brutale de la masse des colonnes qui n'est pas simulée par le modèle (voir

Figure 91). De même, la fin de la période d'alimentation est marquée par une diminution brutale de la masse du filtre, également non représentée par le modèle.

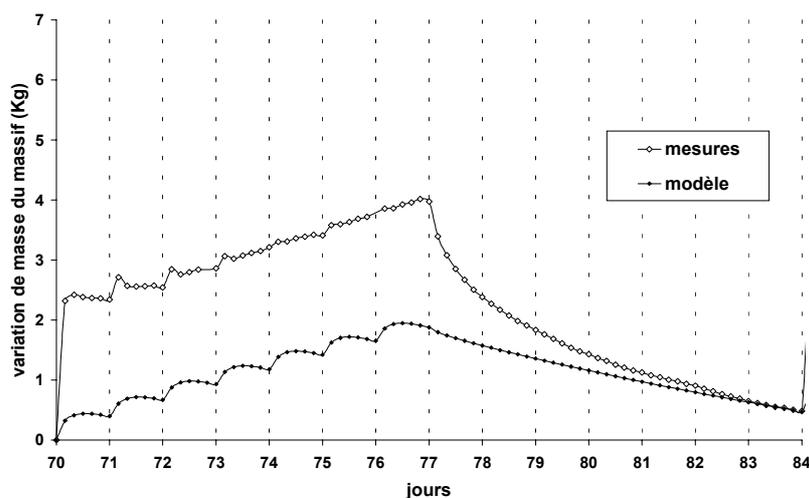


Figure 91. Variations de masse simulées et observées du massif P1b au cours du 10<sup>ème</sup> cycle de fonctionnement

Cette ré-humidification se traduit également par des volumes ressuyés moindres lors des premiers jours d'alimentation (voir Figure 93). Les variations de volume notées au sein d'un même jour de fonctionnement ne sont pas non plus retranscrites par le modèle. Au cours d'un même jour de fonctionnement, le suivi massique du bac R montre que les volumes recueillis diminuent au fur et à mesure des différents passages. Cette réduction est en partie explicable par la croissance bactérienne qui a lieu durant les périodes d'alimentation et qui s'accompagne d'une rétention d'eau au sein de la colonne (voir Figure 92).

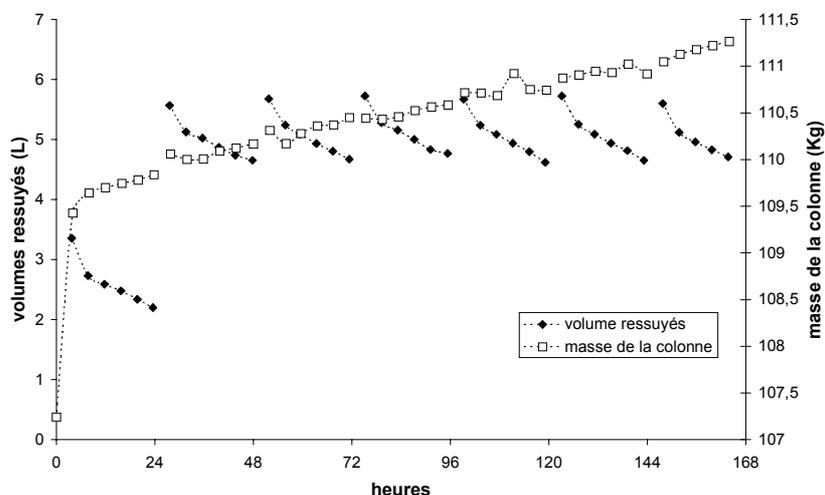


Figure 92. Mesures des volumes ressuyés et de la masse de la colonne P1b lors de la 12<sup>ème</sup> semaine de fonctionnement.

La rétention d'eau au sein du massif filtrant explique environ 50 % de la réduction des volumes ressuyés. Le reste correspond à l'évaporation et aux éventuelles pertes d'effluent lors de l'aspersion. L'évaporation est approchée en suivant l'évolution de la somme des masses des trois compartiments du système (bac A, bac R et colonne). Sans évaporation, cette somme correspondant à la masse totale du pilote devrait être constante sur une journée puisque l'effluent circule en circuit fermé. La diminution observée permet l'estimation de l'évaporation, qui est de cette façon évaluée en moyenne à environ 25 mL.h<sup>-1</sup>, soit 10 % du volume d'alimentation journalier.

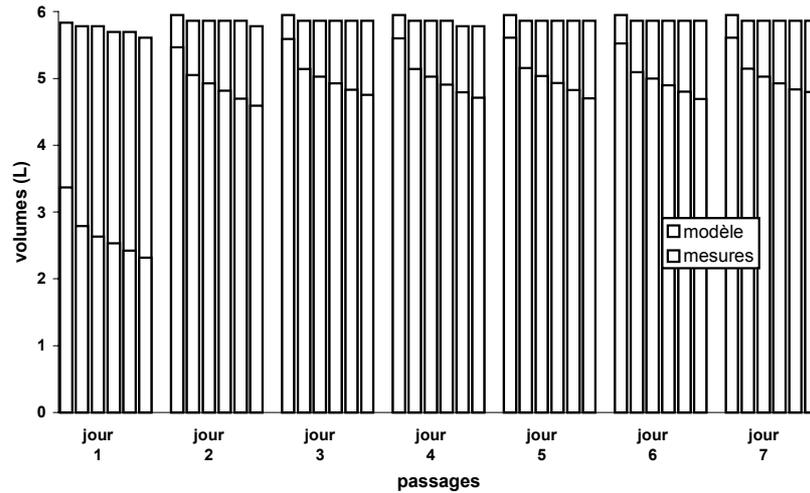


Figure 93. Volumes ressuyés observés et simulés

### 6.7.3. MODELISATION DE L'ÉCOULEMENT

La modélisation de l'écoulement a été volontairement simplifiée en ne tenant pas compte des phénomènes de capillarité. Les différents paramètres influençant les transferts hydriques sont :

- La porosité du matériaux  $\phi$ , l'humidité résiduelle  $\theta^{res}$  et la conductivité hydraulique à saturation  $K_{s0}$  ; ces paramètres sont mesurés expérimentalement.
- Le dernier paramètre non mesuré, est le coefficient de traînée  $n_0$  ; c'est sur ce dernier que porte l'ajustement du modèle.

Le calage du modèle s'effectue sur les débits mesurés en sortie de filtre P1b lors du 14<sup>ième</sup> cycle de fonctionnement (jour 3, 1<sup>ier</sup> passage). La variation de masse mesurée par la balance placée sous le bac de recyclage R permet l'estimation des débits de sortie. Le meilleur ajustement est obtenu pour un coefficient de traînée de 2.8. Les débits simulés sont toutefois très surestimés par rapport à la réalité. La simplification importante dont a fait l'objet le modèle de transfert hydrique (piston simple) n'offre que peu de possibilité d'ajustement.

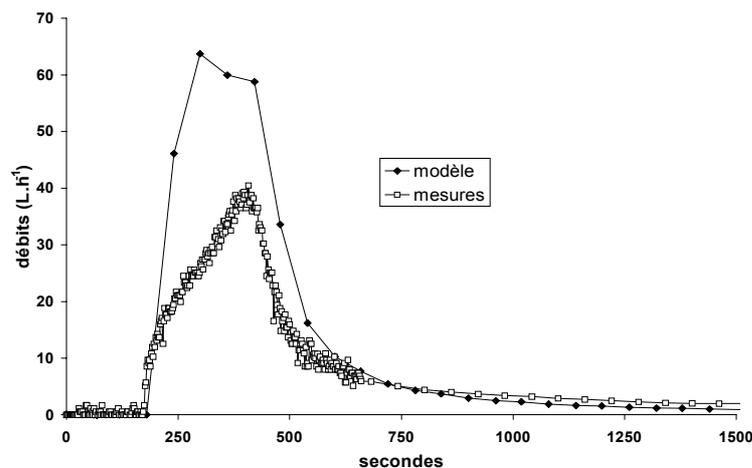


Figure 94. Débits simulés et observés

#### 6.7.4. SIMULATIONS

Une fois calé, le modèle est utilisé pour simuler les différents rythmes expérimentés sur le pilote. La Figure 95 montre l'évolution simulée de la masse d'un massif de pouzzolane pour trois types de fonctionnement.

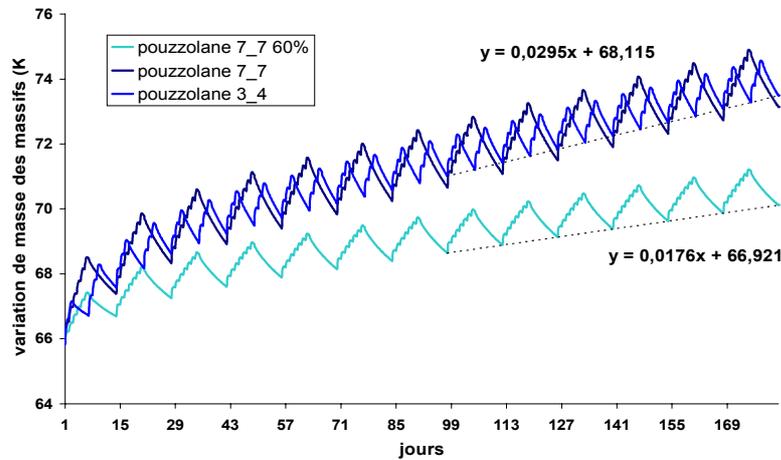


Figure 95. Accumulation de masse simulée pour différents modes de fonctionnement du massif de pouzzolane

La réduction de la charge d'alimentation ( $170 \text{ g DCO m}^2 \cdot \text{j}^{-1}$ ) s'accompagne d'une diminution du taux d'accumulation de masse du même ordre, soit 60 %. Expérimentalement, cette diminution est observée mais la proportionnalité avec la réduction de la charge d'alimentation n'est pas respectée.

L'influence du rythme de fonctionnement sur le taux d'accumulation n'est pas prise en compte par le modèle. Il n'existe pas de différences entre les fonctionnements aux rythmes 3/4 et 7/7. Expérimentalement, il est montré que la répartition de la charge à traiter sur une courte période est préférable de façon à réduire l'accumulation de MO au sein des massifs et favoriser l'autorégulation de la biomasse durant des phases de repos plus longues. La Figure 96 montre le même type de résultats avec les rythmes utilisés pour les massifs de gravier.

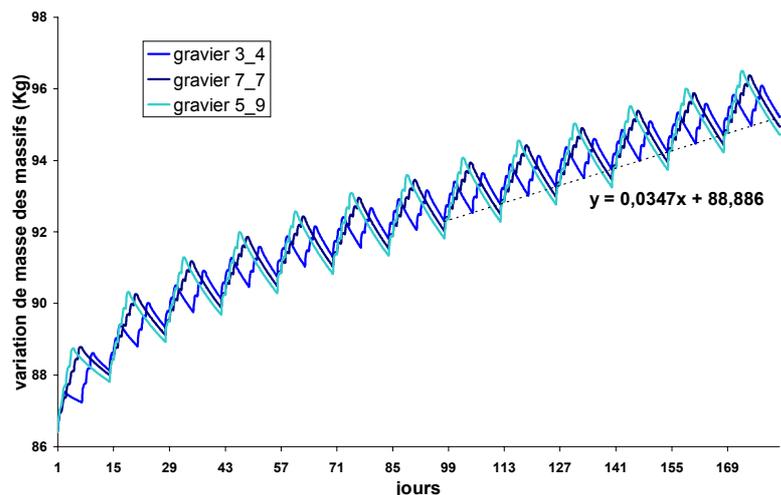


Figure 96. Accumulation de masse simulée pour différents modes de fonctionnement du massif de gravier

Le fonctionnement des filtres à pouzzolane au rythme 7/7 conduit à un colmatage précoce des massifs d'infiltration. Ce rythme revient à utiliser 2 filtres en alternance. L'utilisation de trois filtres permet de doubler les périodes de repos. Une simulation au rythme 7/14 a donc été

effectuée. Le rythme d'accumulation est diminué, il est de l'ordre de celui observé lors du fonctionnement expérimental au rythme 3/4 (voir Figure 96). Ainsi l'augmentation du nombre de filtre n'allongerait pas de manière significative la durée de vie du procédé. Toutefois la non prise en compte par le modèle de l'influence du rythme de fonctionnement conduit à relativiser ce résultat. Expérimentalement, en extrapolant la relation rythme de fonctionnement taux d'accumulation, on montre en effet qu'il serait possible d'atteindre des durées de vie supérieures à 800 jours pour un tel fonctionnement (voir 6.4.2 p.76).

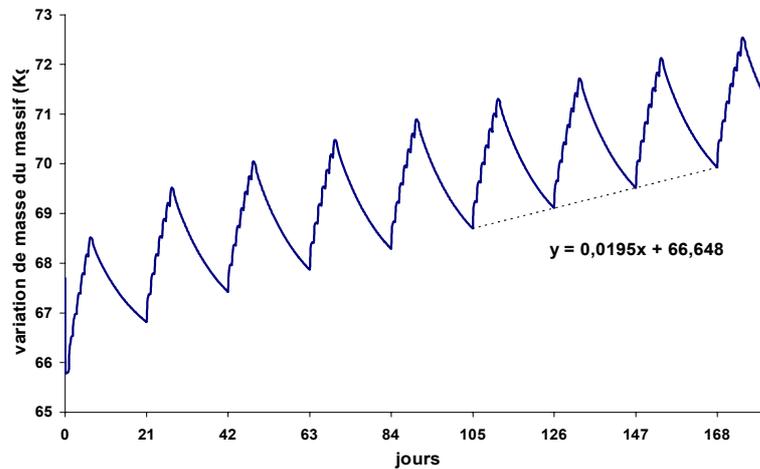


Figure 97. Accumulation de masse simulée pour un filtre de pouzzolane fonctionnant au rythme 7/14

#### 6.7.5. RECAPITULATIF DES PARAMETRES RETENUS

Tableau 26. Récapitulatif des paramètres utilisé par le modèle

Paramètres	Symboles	Valeurs retenues
Paramètre de la fonction de diffusivité	A	1
Coefficient de dispersion de la DCO	$D_{DCO}$ [ $L^2 \cdot T^{-1}$ ]	$0.00006 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
Coefficient d'autorégulation de la biomasse	$K_d$ [ $T^{-1}$ ]	$0.15 \text{ j}^{-1}$
Concentration de demi-activité pour la DCO	$K_{DCO}^{1/2}$ [ $M \cdot L^{-3}$ ]	$0.12 \text{ g} \cdot L^{-1}$
Concentration de demi-activité de L'oxygène dans le biofilm	$K_{OXY}^{1/2}$ [ $M \cdot L^{-3}$ ]	$1.10^{-3} \text{ g} \cdot L^{-1}$
Paramètre de la fonction de diffusivité	m	1
Paramètre de traînée	$n_0$ [ad.]	2.8
Rendement de conversion de substrat en biomasse	Y [ad.]	0.45
Coefficient de transfert de la DCO	$\alpha$ [ad.]	$1.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
Coefficient d'utilisation de l'oxygène pour le catabolisme	$\beta$ [ad.]	4
Coefficient d'utilisation de l'oxygène pour la synthèse	$\gamma$ [ad.]	0.1
Volume massique de la biomasse	$\lambda$ [ $L^3 \cdot M^{-1}$ ]	$0.03 \text{ L} \cdot \text{g}^{-1}$
Taux maximum de croissance bactérienne	$\mu_m$ [ $T^{-1}$ ]	$10 \text{ j}^{-1}$
Fraction d'accumulation de la biomasse	f [ad.]	0.065
Fraction de dégradation de la biomasse morte	f' [ad.]	0.6

### 6.7.6. LIMITES DU MODELE ET PERSPECTIVES D'EVOLUTION

Le modèle permet de représenter deux résultats fondamentaux observés sur le pilote. Le procédé d'infiltration sur gravier ou pouzzolane permet, au prix du recyclage de l'effluent, de traiter des effluents concentrés en atteignant des rendements élevés (99 % en DCO filtrée). L'épuration s'accompagne d'une accumulation au sein des massifs de matière organique issue de la dégradation incomplète de la biomasse par respiration endogène. Ce résultat, associé à une bonne représentation de la répartition de la biomasse au sein des filtres permet de simuler le phénomène de colmatage.

Le modèle reste cependant perfectible à deux niveaux :

- o Prise en compte du développement bactérien dans l'équation de la conductivité hydraulique
- o Prise en compte des différences entre deux rythmes de fonctionnement

La prise en compte du développement bactérien dans l'évolution de la conductivité hydraulique n'apparaît pas satisfaisante dans l'équation actuelle de perméabilité :

$$K(\theta) = K_{s0} \left( \frac{\theta - \theta^{stag}}{\phi - \theta^{res}} \right)^{n_0} \quad \text{Equation 6.7-1. Equation de Kozeny modifiée (2)}$$

En effet, l'augmentation de l'humidité stagnante due à la croissance bactérienne n'a en fait pas d'influence sur la conductivité car la relation humidité totale, humidité mobile et humidité stagnante est mal représentée. Le modèle simule indépendamment les variations d'humidité stagnante et mobile, l'humidité totale étant obtenue par addition des deux précédentes. Ainsi, le développement bactérien qui augmente l'humidité stagnante et totale n'influence pas l'humidité mobile. Dans la réalité, l'augmentation de l'humidité stagnante au cours d'une phase de fonctionnement se fait vraisemblablement au détriment d'une fraction de l'eau mobile, les variations de l'humidité totale restant faible.

L'utilisation d'une conductivité à saturation variable selon le développement bactérien permettrait sans doute une meilleure représentation des modifications des caractéristiques hydrodynamiques du milieu poreux. L'expérience montre en effet que le développement bactérien s'accompagne d'une réduction de la perméabilité du milieu poreux (voir 0 p. 72). Bancolé (2001) utilise la relation suivante afin de représenter l'influence du biofilm sur l'écoulement :

$$K_s/K_{s0} = a(\theta_{biof})^b$$

$\theta_{biof}$  humidité volumique due au biofilm [ad.]

$K_s$  conductivité hydraulique du milieu colonisé [ $L.T^{-1}$ ]

a et b constantes [ad.]

L'écoulement de type piston simple admis lors de la création du modèle sur des colonnes de gravier vierge est également sans doute trop simplifié pour des supports tels que la pouzzolane vierge et également des supports colonisés. Lakel et al. (1998) affirment que l'écoulement ruisselant ne peut être précisément décrit par un modèle avec flux piston et dispersion axiale. Les auteurs utilisent un modèle avec flux piston et dispersion axiale auquel s'ajoute un terme d'échange entre eau mobile et eau stagnante. Une telle formulation, en plus de mieux simuler l'écoulement au sein des filtres (déformation terminale des courbes des DTS

mieux rendue) pourrait permettre de mieux caractériser les différences entre supports grâce à un terme d'échange entre phase stagnante et phase mobile propre à chaque matériau.

La prise en compte des différences de taux d'accumulation de MO selon le rythme de fonctionnement est primordiale dans l'optique d'utiliser le modèle à des fins d'optimisation des conditions d'utilisation du procédé. Ceci passe par une meilleure connaissance du phénomène de respiration endogène. Les conditions environnementales changeantes auxquelles sont soumises les bactéries et notamment les conditions d'humidité et de ressources trophiques très variables suivant la phase de fonctionnement (alimentation ou repos) pourraient être à l'origine de mécanismes de régression de la biomasse plus complexes que ceux modélisés ici. La représentation des mécanismes biologiques est ici basée sur des équations essentiellement tirées de travaux relatifs aux cultures libres.

## **7. CONCLUSION**

Il n'existe pas, à l'heure actuelle de filière de traitement adaptée aux rejets des petites industries agroalimentaires. Ces unités de production génèrent des effluents concentrés (environ  $10 \text{ gDCO.L}^{-1}$ ) à raison de faibles volumes (de l'ordre du  $\text{m}^3.\text{j}^{-1}$ ). Le contexte économique rend inadaptées des filières performantes telles que les stations de traitement à boues activées, dont les coûts d'investissement et de fonctionnement sont rédhibitoires pour ce secteur artisanal. Mis à part l'épandage, il n'existe pas de filière de traitement opérationnelle. La nécessité de disposer de solutions de traitement, notamment en cas de pression législative, est certaine.

La filière envisagée consiste en un procédé hybride, entre le lit bactérien et l'infiltration percolation sur sable. Elle se propose de cumuler les avantages de ces deux filières classiques. La modification de la granulométrie du support utilisé en infiltration percolation (passage du sable à un matériau plus grossier) permet d'augmenter les apports d'oxygène au sein des massifs et de limiter les risques de colmatage. On se rapproche ainsi du fonctionnement du lit bactérien. La similitude avec ce dernier est encore accentuée par le recyclage de l'effluent. L'absence de système d'aération forcée (grand consommateur d'énergie) et la volonté de proposer un procédé simple d'utilisation et exempt de gestion de boues, rapproche la filière des procédés à cultures fixées sur supports fins. Comme pour ces derniers, les filtres à gravier ou pouzzolane sont alimentés en alternance, de façon à ménager des périodes de repos durant lesquelles la biomasse produite se régule par respiration endogène. Ces filières de traitement sont des techniques réputées adaptées au monde rural, de par leur relative simplicité de fonctionnement et leurs coûts d'exploitation modérés. L'adaptation de ces filières au traitement d'effluents concentrés a fait l'objet d'études antérieures au cours desquelles les performances épuratoires sont apparues intéressantes.

Pour confirmer ces perspectives, un dispositif expérimental constitué de quatre colonnes de laboratoire est mis en œuvre. Les colonnes sont garnies de 60 cm de support, de la pouzzolane (3-7 mm) ou du gravier (2-5 mm). L'effluent passe plusieurs fois au travers du filtre pour compenser la réduction du temps de contact biomasse-effluent engendrée par des vitesses d'écoulement supérieures consécutives à l'augmentation de la granulométrie. On recycle ainsi 5 fois l'effluent avant de le rejeter. Le fonctionnement du pilote se déroule sur deux périodes distinctes et dure en totalité environ 25 mois.

Dans les conditions d'utilisation testées (charge appliquée de  $300 \text{ g DCO.m}^{-2}.\text{j}^{-1}$ ), les filtres n'atteignent pas un fonctionnement pérenne. Les massifs filtrants sont en effet l'objet d'une accumulation continue de matière organique qui conduit au colmatage. Cette accumulation observée grâce à un dispositif de pesée des colonnes est confirmée par l'analyse du support. A la charge appliquée, le temps maximum de fonctionnement est estimé à 500 jours.

Le colmatage des filtres est le résultat d'une accumulation dans les horizons supérieurs de matière organique peu ou non biodégradable malgré l'application de phases de repos. La régression de la biomasse par respiration endogène ne s'accompagne pas de la disparition de la matière organique. Deux types de matière organique coexistent au sein des massifs, la biomasse responsable de l'épuration et une fraction non ou peu biodégradable à l'origine du colmatage. Le caractère récalcitrant de la matière organique accumulée est démontré grâce aux expériences de respirométrie et à l'étude du support. La production de cette matière organique stable est peut être la conséquence du type d'effluent traité. En effet, l'effluent de synthèse élaboré, à base de lait en poudre et de lactosérum, présente un rapport C/N très élevé.

Ce caractère favoriserait la formation de polysaccharides qui provoquerait l'obstruction des pores.

Le rythme de fonctionnement influence le taux d'accumulation de matière organique au sein des massifs. Il est préférable, pour une même charge traitée, d'allonger les périodes de repos, ce qui revient à appliquer la charge en volumes journaliers plus importants. L'application d'une charge organique inférieure, si elle entraîne de très bonnes performances (rendement épuratoire en masse de 99%), n'est cependant pas suffisante pour pérenniser le procédé. Pire, à des charges inférieures, il semble que le taux d'accumulation de matière organique soit (proportionnellement) supérieur.

Cependant, lorsqu'il fonctionne correctement, le procédé présente grâce à la procédure de recyclage, des rendements épuratoires très satisfaisants (de l'ordre de 97 %). Toutefois, la concentration de l'effluent rejeté reste, à cause de la forte concentration de départ, relativement importante (jusqu'à 530 mg.L<sup>-1</sup> de DCO pour le filtre à gravier). La qualité des rejets est pénalisée par le décrochage d'une partie du biofilm qui induit des concentrations en matières en suspension importantes. En terme de DCO filtrée, la qualité du rejet est en effet meilleure avec des valeurs inférieures à 150 mg.L<sup>-1</sup>.

Le suivi du taux d'oxygène au sein des massifs montre que l'utilisation d'une granulométrie plus grossière permet de s'affranchir des limites de diffusivité de l'oxygène rencontrées généralement dans les filtres à sable. Des carences locales en oxygène ne sont toutefois pas exclues, notamment lors du colmatage des filtres.

La pouzzolane se différencie du gravier par une période de maturation plus courte, un bon niveau de performance est atteint très rapidement (1 semaine contre 4 pour le gravier). Ceci est très certainement dû à une colonisation rapide du massif, observable grâce au suivi massique des colonnes. Les performances de ce type de support sont sensiblement meilleures que celles du gravier en terme de concentration lors de la première période de fonctionnement (300 mg.L<sup>-1</sup> contre 530 pour le massif de gravier). Une comparaison en terme de rendement épuratoire, ne montre toutefois pas de différence significative entre les deux types de support. La texture alvéolaire de la pouzzolane offre vraisemblablement un support privilégié à l'adhésion bactérienne, ce qui explique sa colonisation rapide. La capacité de cette roche à retenir l'eau dans sa microporosité lui confère, en milieu vierge, un comportement hydraulique différent du gravier, marqué par des temps de séjour moyens, plus longs et une dispersion accrue. Le meilleur mélange entre eau stagnante et écoulement principal peut expliquer en partie le meilleur démarrage du filtre à pouzzolane, par simple dilution de la pollution dans l'eau retenue.

Le développement bactérien au sein des massifs nivelle toutefois assez rapidement (semaine 12 et 13 de la première période de fonctionnement) les comportements hydrauliques des deux types de support. En formant une zone d'humidité stagnante supplémentaire dans le massif de gravier, le biofilm crée une zone d'échanges retardés avec l'écoulement principal. Le temps de séjour moyen augmente ainsi que la dispersion. L'humidité créée par le biofilm développé sur la pouzzolane remplace l'eau déjà présente au sein de la microporosité. L'influence de la colonisation est ainsi réduite tant en ce qui concerne le comportement hydraulique du massif de pouzzolane que ses performances. Lors de la seconde période de fonctionnement la qualité des rejets issus des deux types de filtre est la même. Les rendements épuratoires s'améliorent avec le vieillissement des massifs, L'accumulation de matière organique réduit les volumes émis et améliore vraisemblablement les propriétés filtrantes des massifs.

L'accumulation de matière organique constatée au sein des massifs se déroule également au même rythme quel que soit le support considéré. Seul le démarrage de ce processus diffère, plus précoce pour la pouzzolane. Le colmatage a lieu pour des teneurs en matière organique comparables en surface de massif ( $\approx 4.5$  % de perte au feu).

Une modélisation des processus impliqués dans l'épuration par cultures fixée sur gravier ou pouzzolane est réalisée. Le modèle est constitué des 4 sous-parties représentant l'écoulement, la dégradation biologique, les transferts de solutés et de gaz. Le modèle intègre les apports convectifs d'oxygène et l'accumulation d'une fraction non biodégradable de la biomasse. Le modèle permet ainsi de rendre compte des principaux résultats de l'étude pilote du procédé, à savoir :

- Un niveau de performances élevé du procédé, au regard de la charge appliquée, et ce, grâce à l'application de la procédure de recyclage.
- Une représentation correcte de la croissance bactérienne et de la répartition de la biomasse au sein des massifs filtrants.
- Une représentation correcte de l'accumulation de masse dont sont l'objet les massifs filtrants.

La combinaison des deux derniers points permet au modèle de prévoir le phénomène de colmatage des filtres. L'utilisation du modèle en temps qu'outil de dimensionnement d'ouvrage reste cependant tributaire de modifications.

La modélisation des transferts hydriques dans le milieu granulaire apparaît comme trop simplifiée pour tenir compte de l'influence du développement bactérien sur l'écoulement. La modification de l'équation régissant la conductivité hydraulique doit permettre de mieux rendre compte de la réduction de perméabilité engendrée par le développement du biofilm.

La prise en compte de l'influence des rythmes de fonctionnement sur l'accumulation de matière organique au sein des massifs est nécessaire à l'utilisation du modèle comme outil d'optimisation. Dans cette optique, la représentation de la respiration endogène, responsable de la décroissance bactérienne est sans doute à repenser.

## **8. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**Agence de l'eau (1993)** Epuration des eaux usées urbaines par infiltration-percolation : état de l'art et études de cas. Etude inter-agences n° 9. Office International de l'Eau. 89 p. + annexes

**Annachhatre, A. P. et Bhamidimarri, S.M.R. (1992)** Microbial attachment and growth in fixed-film reactors: process start-up considerations. *Biotech. Adv.*, **10** p. 69-91.

**Bankolé Dioni, A. (2001)** L'oxydation en infiltration percolation. Thèse en Mécanique, Génie Mécanique et Génie Civil. Université des Sciences du Languedoc, Montpellier II, 151 p + annexes.

**Bect, D. (2000)** Modélisation des procédés d'épuration par cultures fixées sur matériau granulaire. Travail de fin d'étude de l'Ecole Centrale de Lyon, 46 p + annexes.

**Bishop, P. L. (1997)** Biofilm structure and kinetics. *Wat. Sci. Tech.*, **36** (1), p. 287-294.

**Börner, T., Felde, K., Gschlössl, T., Gschlössl, E., Kunst, S. et Wissing, F. W. (1998)** Constructed wetlands for wastewater treatment in Germany. Constructed wetland for wastewater treatment in Europe. Ed. Vymazal, J., Brix, H., Cooper, P. F., Green, M. B. et Haberl, R. p. 169-190.

**Boutin, C., Liénard, A. et Lesavre, J. (2000)** Wastewater treatment plants for small communities : five attached-growth cultures on fine media. CD-rom des affiches de la conférence IWA Paris 2000. Ref L-179.

**Boutin, C., Parouty, R., Ménoret C., Liénard A. et Brissaud F. (2001)** Modelling of recirculating granular medium filter's processes. Poster de la conférence IWA "Fifth international symposium on waste management problems in agro-industries", à paraître dans *Wat. Sci. Tech.*

**Bouwner, H., Rice, R. C., Lance, J. C. et Gilbert, R. G. (1980)** Rapid-infiltration research at Flushing Meadows Project, Arizona. *Journal Water Pollution Control Federation*, **52** p. 2457-2469.

**Chachuat, B. (1998)** Traitement d'effluents concentrés par cultures fixées sur gravier. Rapport de DEA, Ecole Nationale du Génie de l'Eau et de l'Environnement de Strasbourg, 118 p. + annexes.

**Cherier, G. (1991)** Infiltration-percolation des eaux résiduaires : critères de dimensionnement et règles de gestion. Thèse en Sciences de l'Eau. Université Paris VI, 101 p. + annexes.

**Christensen, B. E. et Characklis, W. G. (1990)** Physical and chemical properties of biofilms. *Biofilms*. Ed. Marshall and Wiley. p. 523-584.

**Costerton, J. W., Lewandowski, Z., Caldwell, D. E., Korber, D. R. et Lappin-Scott, H. M. (1995)** Microbial biofilm. *Annual review of microbiology*, **49**, p. 711-745.

**Cragues, G. (1993)** Cellules microbiennes fixées et procédés d'épuration des eaux usées. Travail de fin d'étude de l'Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, 50 p.

**Criddle, C. S., Alvarez, L. A. et McCarty, P. L. (1991)** Microbial processes in porous media. *Transport Processes in porous media*. Ed. Kluwer Academic Publishers. p. 639-691.

**Cunningham, A., Warwood, B., Sturman, P., Horrigan, K., James, G., Costerton, J. W. et Hierbert, R. (1997)** Biofilm processes in porous media: practical applications. *The microbiology of the terrestrial deep subsurface*. Ed. CRC Press LLC. P. 325-344.

**Currie, J. A. (1960)** Gaseous diffusion in porous media. *British journal of applied physics*, **11** p. 318-324.

**Eckenfelder (1982)** Gestion des eaux usées urbaines et industrielles. Ed. Techniques et documentation, Lavoisier, 503 p.

**Findlay, R. H., King, G. M. et Watling L. (1989)** Efficacy of phospholipid analysis in determining microbial biomass in sediments. *Applied and environmental microbiology*, **55** (11), 2888-2893.

**FNDAE n°22 (1998)** Filières d'épuration adaptées aux petites collectivités. Coordination Boutin, C., Duchène, P. et Liénard, A. Ed. Cemagref, 96 p.

**Fontvieille, D. et Maul, A. (1985)** Dénombrement et mesure d'activité des bactéries. *Bactériologie des milieux aquatiques. Point sur l'épuration et le traitement des effluent (eau, air)*. Ed. Lavoisier. p.79-131.

**Frostegård, A., Tunlid et Bååth, E. (1991)** Microbial biomass measured as total lipid phosphate in soils of different organic content. *Journal of Microbiological Methods*, **14** p. 151-163.

**Frostegård, A. et Bååth, E. (1996)** The use of phospholipid fatty acid analysis to estimate bacterial and fungal biomass in soil. *Biol. Fertil. Soils*, **22** p. 59-65.

**Guellaf, H. (1999)** Les massifs de sable dans les filières « cultures fixées sur supports fins » : caractérisation granulométrique, hydraulique et minéralogique. Rapport de stage pour l'Ecole Supérieure de l'Energie et des Matériaux. Université d'Orléans. 114 p. + annexes.

**Gnagne, T. (1996)** Epuration par infiltration d'eaux usées à forte charge organique en milieu tropical. Thèse en Mécanique, Génie Mécanique et Génie Civil. Université des Sciences du Languedoc, Montpellier II, 165 p.+ annexes.

**Guilloteau, J.A. (1992)** Traitement des eaux résiduaires par infiltration percolation. Thèse de Sciences et Techniques de l'eau. Université Louis Pasteur, Strasbourg, 145 p.+ annexes.

**Henze, M., Harremoës, P., La Cour Jansen, J. et Arvin, E. (1996)** Wastewater Treatment : biological and chemical processes. Second Edition. Ed. Springer. 383p.

**Hill, T.C.J., Macpherson, E.F., Harris J.A., Birch, P. (1993)** Microbial biomass estimated by phospholipid phosphate in soil with diverse microbial communities. *Soil Biol. Biochem.*, **25** (12), 1779-1786.

**Houdoy, D., Liénard, A., Coillard, J., et Esser, D. (1994)** Le traitement des effluents d'installation de traite bovines et ovines (eaux blanches et eaux vertes) – Résultats du suivi de sept filières de traitement. Cemagref, Institut de l'Elevage, Chambre d'Agriculture, SINT, 49 p. + annexes.

**Jin, Y. et Jury, W. A. (1996)** Characterizing the dependence of gas diffusion coefficient on soil properties. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **60** p. 66-71

**Kunst, S. et Flasche, K. (1995)** Evaluation of the substrate clogging processes at vertical flow constructed wetlands for wastewater treatment. Communication personnelle.

**Lakel, A., Baudu, M. et Dagot, C. (1998)** Hydrodynamique d'un filtre biologique en système insaturé avec nitrification d'un effluent septique. *Wat. Res.*, **32** (10), p. 3157-3167.

**Laak, R. (1986)** Wastewater engineering design for unsewered areas. Second edition. Ed. Lancaster.

**Lahav, O., Artzi, E., Tarre, S. et Green, M. (2001)** Ammonium removal using a novel unsaturated flow biological filter with passive aeration. *Wat. Res.*, **35** (2), p. 397-404.

**Laurent, P. et Servais, P. (1995)** Fixed bacterial biomass estimated by potential exoproteolytic activity. *Can. J. Microbiol.*, **41** p. 749-752.

**Lefrileux, Y. (1991)** Les effluents de fromageries fermières. Lycée Agricole d'Aubenas, Chambre d'agriculture de l'Ardèche, Station expérimentale caprine du Pradel, Région Rhône-Alpes, 32 p. + annexes.

**Lefèvre, F. (1988)** Epuration des eaux usées par infiltration-percolation : étude expérimentale et définition du procédé. Thèse en Sciences de l'Eau et Aménagement. Université des Sciences du Langdoc, Montpellier II, 257 p.+ annexes.

**Löffler, H. (1992)** Evaluation of the substrate clogging processes at vertical flow constructed wetlands for wastewater treatment. Communication personnelle.

**Nguyen, L. M. (2000)** Organic matter composition, microbial biomass and microbial activity in gravel-bed constructed wetlands treating farm dairy wastewaters. *Ecol. Eng.*, **16** p. 199-221.

**Ménoret, C., Boutin C., Liénard A. et Brissaud F. (2001)** Use of recirculation through medium size granular filters to treat small food processing industry effluents. Conférence IWA "Fifth international symposium on waste management problems in agro-industries", à paraître dans *Wat. Sci. Tech.*

**Miller, D. A., Sack, W. A., Dix, S. P., Faredoon, K. M. et Lambert M. E. (1994)** Solids accumulation in recirculating sand filters. On-site wastewater treatment. Actes de la conférence d'Atlanta. Ed. American Society of Agricultural Engineers. p. 301-309.

**Page, S., Hénault, C., Chéneby, D., Lagacherie, B. et Germon, J. C. (1998)** Devenir de l'azote des eaux résiduaires de féculerie après épandage sur un sol cultivé. *Etude et Gestion des Sols*. **5** (2), p. 117-133.

**Parouty, R. (2001)** Modélisation des procédés d'épuration par cultures fixées sur support granulaire : évolution de la biomasse. Travail de fin d'étude de l'Ecole Centrale de Lyon, 49 p. + annexes.

**Payraastre, F. (1996)** Traitement des matières de vidange par infiltration-percolation sur filtres plantés de roseaux. Cemagref de Lyon. Qualité des Eaux et Prévention des Pollutions, 14 p.

**Pierzo, V. (1996)** Etude de la composition et de l'activité de biofilms développés sur supports granulaires : élimination conjointe de l'azote et du carbone au cours du traitement des eaux résiduaires urbaines. Thèse en Biologie des Populations et Ecosystèmes. Université de Savoie, Chambéry, 261 p. + annexes.

**Platzer, C. et Mauch, K. (1997)** Soil clogging in vertical flow reed beds – Mechanisms, parameters, consequences and.....Solutions? *Wat. Sci. Tech.*, **35** (5) p. 175-181.

**Rideau, R. (1996)** Traitement de matières de vidange par cultures fixées sur supports fins. Mémoire de DESS. Ressources naturelles et environnement. Universités Nancy-Metz, 26 p. + annexes.

**Roques, H. (1979)** Fondements théoriques du traitement biologique des eaux. Volume 1 et 2. Ed. Technique et documentation, Lavoisier.

**Sabalçagaray, P. (2001)** Traitement des effluents de fromagerie fermières par cultures fixées sur pouzzolane. Cemagref, INSA de Toulouse, Institut de l'élevage, 70 p.

**Schwager, A. et Boller, M. (1997)** Transport phenomena in intermittent filters. *Wat. Sci. Tech.*, **35** (6), p. 13-20.

**Séguret, F. (1998)** Etude de l'hydrodynamique des procédés de traitement des eaux usées à biomasse fixée, application aux lits bactériens et aux biofiltres. Thèse de Mécanique. Université de Bordeaux I, 118 p. + annexes.

**Schmitt, A. (1989)** Modélisation de l'épuration par infiltration. Thèse en Mécanique, Génie Mécanique et Génie Civil. Université des Sciences du Languedoc, Montpellier II, 261 p.

**Show, K. et Tay, J. (1999)** Influence of support media on biomass growth and retention in anaerobic filters. *Wat. Res.*, **33** (6), p. 1471-1481.

**Siegrist, R. L., Smed-Hildmann, R., Filip, Z. K. et Jenssen, P. D. (1991)** Humic substance formation during wastewater infiltration. On-site wastewater treatment. Actes de la conférence de Chicago. Ed. American Society of Agricultural Engineers. p. 223-232.

**Sun, G., Gray, K. R. et Biddlestone, A. J. (1998)** Treatment of agricultural and domestic effluents in constructed downflow reed beds employing recirculation. *Env. Tech.*, **19** p. 529-536.

**Tanner, C. C. et Sukias, J. P. (1995)** Accumulation of organic solids in gravel-bed constructed wetlands. *Wat. Sci. Tech.*, **32** (3) p. 229-239.

**Taylor, S. et Jaffe, P.R. (1990)** Biofilm growth and the related changes in the properties of a porous medium. 1. Experimental investigation. *Wat. Resour. Res.*, **26** (9), p. 2153-2159.

**Tchobanoglous, G. et Schroeder, E. D. (1987)** Water quality: Characteristics; modeling; modification. Ed. Addison-Wesley Publishing Company, 749 p.

**Thomas, N. (1996)** Etude du fonctionnement de la station d'épuration à lit bactérien du Pradel. Rapport de stage, ENIL de Besançon-Mamirolle, Doubs, 44 p.+ annexes.

**Tormo, H. (1995)** Les effluents d'ateliers fromagers fermiers caprins de la région PACA. Centre fromager de Carmejane (04), Communication personnelle, 28 p.

**Van Veldhoven, P. P. et Mannaerts, G. P. (1987)** Inorganic and organic phosphate measurements in nanomolar range. *Analytical Biochemistry*, **161** p. 45-48

**White, D. C., Davis, W. M., Nickels, J. S., King, J.D. et Bobbie, R. J. (1979)** Determination of the sedimentary microbial biomass by extratable lipid phosphate. *Oecologia*, **40** p. 51-62.

**White, D. C. (1983)** Analysis of microorganisms in terms of quantity and activity in natural environments. *Microbes in their Natural Environments*. Ed. Cambridge University Press, p. 37-66.

**Xu, X., Nieber, J.L. et Gupta, S.C. (1992)** Compaction effect on the gas diffusion coefficient in soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, **56**, p.1743-1750.

**Yao, K.M., Habibian, M., T. O'melia, C.R. (1971)** Water and wastewater filtration : concepts and applications. *Env. Sci. Tech.*, **5** (11), p. 1105-1112.

**Yilmazer, G. et Yenigün, O. (1999)** Two-phase anaerobic treatment of cheese whey. *Wat. Sci. Tech.*, **40** (1), p.289-295.

**Zhu, X., Suidan, M. T., Alonso, C., Yu, T. , Kim, B. J. et Kim, B. R. (2001)** Biofilm structure and mass transfer in a gas phase trickle-bed biofilter. *Wat. Sci. Tech.*, **43** (1), p. 285-293.

## **9. ANNEXES**

- φ Annexe 1 : Outils statistiques utilisés
  
- φ Annexe 2 : Protocole de mesure des phospholipides
  
- φ Annexe 3 : Matières en suspension dans l'effluent reconstitué
  
- φ Annexe 4 : Photographies de l'installation pilote

## ANNEXE 1 : outils statistiques utilisés

Les formules données ci-après sont tirées de l'ouvrage : « Théorie et méthodes statistiques vol.2 » écrit par Pierre Dagnelie, paru aux éditions Les Presses Agronomiques de Gembloux.

Calcul de l'intervalle de confiance :

$$\bar{x} \pm t_{1-\alpha/2} \frac{\hat{\sigma}}{\sqrt{n}}$$

*Calcul de l'intervalle de confiance*

$\bar{x}$  moyenne

$t_{1-\alpha/2}$  variable de Student

$\hat{\sigma}$  écart type observé

$n$  nombre de mesures

Comparaison de deux moyennes (cas de population de mêmes variances) :

L'homoscédasticité des variances est préalablement vérifiée si :

$$\frac{\hat{\sigma}_1^2}{\hat{\sigma}_2^2} \leq F_{1-\alpha/2}(v_1, v_2)$$

*Test d'égalité de variance*

$v = n - 1$  degrés de liberté des variances estimées

$F_{1-\alpha/2}(v_1, v_2)$  variable de Snedecor

Si on accepte l'hypothèse nulle qui considère l'égalité des variances, on procède au test de comparaison des moyennes en calculant la quantité :

$$t_{obs} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{SCE_1 + SCE_2}{n_1 + n_2 - 2} \left( \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}}$$

*Test de comparaison de moyenne (variances identiques)*

$SCE$  somme des carrés des écarts

Si  $t_{obs} \geq t_{1-\alpha/2}$  avec  $n_1+n_2-2$  degrés de liberté, on rejette l'hypothèse selon laquelle les moyennes estimées sont identiques.

Comparaison de deux moyennes (cas de population de variances différentes) :

Le test d'égalité des deux moyennes se réalise alors en calculant la valeur :

$$u_{obs} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{SCE_1}{n_1(n_1-1)} + \frac{SCE_2}{n_2(n_2-1)}}}$$

*Test de comparaison de moyenne (variances non identiques)*

Si  $u_{obs} \geq u_{1-\alpha/2}$  avec  $u_{1-\alpha/2}$  valeur de la distribution normale réduite, on rejette l'hypothèse d'égalité des moyennes.

## ANNEXE 2 : protocole de mesure des phospholipides

### 1. Produits utilisés :

- 1.1. Chloroforme
- 1.2. Méthanol
- 1.3. Persulfate de potassium  $K_2S_2O_8$
- 1.4. Solutions d'acide sulfurique aux concentrations 0.36 et 5.72 N
- 1.5. Molybdate d'ammonium,  $(NH_4)_6Mo_7O_{24}, 4H_2O$
- 1.6. Vert de malachite
- 1.7. Alcool polyvinylique PVA (100% hydrolysé,  $M_r=14000$ )
- 1.8. Glycérol phosphate
- 1.9.  $KH_2PO_4$

### 2. Solutions préparées

- 2.1. solution D de digestion : solution saturée de persulfate de potassium préparée en ajoutant 5 g de  $K_2S_2O_8$  à 100 ml d'une solution d'acide sulfurique à 0.36 N
- 2.2. solution M molybdate : 2.5 g de  $(NH_4)_6Mo_7O_{24}, 4H_2O$  dans 100 ml d'une solution d'acide sulfurique à 5.72 N
- 2.3. solution V malachite vert : 1.1 g de PVA à dissoudre dans 1 L d'eau, pour cela l'eau est chauffée à 80°C. Une fois refroidie, 0.11 g de vert de malachite est ajouté. Le volume est ensuite complété à 1 L.
- 2.4. solution T tampon citrate : mélanger une solution d'acide citrique (0.15 M) avec une solution de trisodium citrate (proportions volumiques : 5.9:4.1)

### 3. Appareillage :

- 3.1. tubes en verre de 50 ml au moins de contenance avec bouchon
- 3.2. Etuve
- 3.3. Micropipettes réglable de 1 mL à 100  $\mu$ L
- 3.4. Verrerie courante de laboratoire
- 3.5. Spectromètre
- 3.6. Evaporateur

### 4. Mode opératoire :

4.1 extraction des lipides : dans un flacon de 50ml, l'échantillon (environ 1g de sédiment) est mis en contact avec un mélange de chloroforme, méthanol et tampon citrate. 15 mL de méthanol, 7.5 mL de chloroforme, 6 ml de tampon citrate. Les tubes sont agités puis laissés au repos durant 2 heures. Les proportions du mélange sont alors changées par ajout de 7.5 ml de chloroforme et de 7.5 mL d'eau distillée. Après agitation, les tubes sont laissés aux repos durant une nuit. Deux phases se sont formées dans les tubes, une phase aqueuse supérieure et une phase inférieure contenant les lipides. Un sous échantillon de 10 mL de la phase inférieure est récupéré. Il est évaporé sous un flux d'azote.

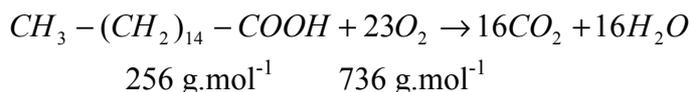
4.2. Digestion : 2 à 3mL de chloroforme sont ajoutés (la concentration de P doit être comprise entre 1 et  $20 \times 10^{-5}$  M). Trois échantillons de 100  $\mu$ L par tubes sont prélevés et placés dans tubes Eppendorf. Le chloroforme est alors évaporé. 0.45 mL de la solution D sont ajoutés. Les tubes sont placés une nuit à 60°C (étuve).

4.3. Dosage des phosphates : 0.1 mL de la solution M est ajoutée. 10 minutes plus tard, 0.45 mL de la solution V sont à leur tour ajoutés. Une demi-heure plus tard la mesure de l'absorbance à 610 nm peut être réalisée.

4.4. Gamme étalon : la relation entre absorbance et concentration de phosphate est fournie grâce à la digestion de solutions de glycérol phosphate de concentrations connues (de  $0.1 \times 10^{-5}$  M à  $2 \times 10^{-5}$  M)

## ANNEXE 3 : Matières en suspension dans l'effluent reconstitué

Les matières en suspension présentes dans l'influent sont caractérisées par un rapport R très élevé (3.17). En théorie le rapport maximal qui peut être atteint est d'environ 2.9. Il correspond à un effluent contenant essentiellement des graisses de la forme  $CH_3-(CH_2)_{14}-COOH$ .



$$R = 736 / 256 = 2.9$$

En pratique il est rare d'obtenir des rapports supérieurs à 2.4 en raison des limites méthodologiques de la mesure de la DCO (sous-estimation de la DCO d'un effluent gras). L'erreur commise dans le calcul du R de l'effluent reconstitué provient de la faible quantité de MES présente en comparaison des valeurs de DCO mesurée. En effet, l'erreur standard de la méthode AFNOR NF T90-101 est d'environ 5 %, ce qui correspond approximativement à la valeur de la quantité de MES. Il est de fait impossible d'estimer correctement le rapport R dans ces conditions. Au regard de la différence significative entre DCO brute et DCO filtrée il est simplement possible de dire que les MES apportent une charge polluante supplémentaire.

		DCO brute (mg.L <sup>-1</sup> )	DCO filtrée (mg.L <sup>-1</sup> )	MES (mg.L <sup>-1</sup> )	R = [(DCO brute + DCO filtrée)/MES]
Durée totale du fonctionnement	Moyenne	9390	8370	350	3.17
	s (écart type)	695	837	132	1.54
	nombre de mesures	79	46	46	46
	Intervalle de confiance	241	248	39	

Cette charge polluante correspond à la différence entre DCO brute et DCO filtrée. Selon qu'on se place aux bornes supérieures ou inférieures de l'intervalle de confiance on maximise ou minimise l'écart entre les deux types de DCO. Le rapport R du lait est donc situé dans l'intervalle :

$$\frac{(9390 - 241) - (8370 + 248)}{(350 + 39)} \leq R \leq \frac{(9390 + 241) - (8370 - 248)}{(350 - 39)}$$

$$1.4 \leq R \leq 4.9$$

Ceci correspond à un R situé entre 2.9 (valeur maximale théorique) et 1.4 (valeur obtenue en minimisant les écarts entre DCO brute et DCO filtrée).

Les filtres utilisés pour la détermination des MES sont des filtres en fibres de verre dont la maille est de 0.45 µm. Les colloïdes présents dans le lait sont donc en partie arrêtés par ce type de filtre (Tchobanoglous et Schroeder, 1987). La mesure des MES du lait est en fait surestimée.

## ANNEXE 4 : Photographies de l'installation pilote



Colonne sur balance



Bacs d'alimentation (A)