

# Analyse et optimisation du traitement de l'azote par boues activées à basse température

J.M. Choubert

## ► To cite this version:

J.M. Choubert. Analyse et optimisation du traitement de l'azote par boues activées à basse température. Autre. Université Louis Pasteur - Strasbourg I, 2002. Français. NNT: . tel-00001890

## HAL Id: tel-00001890 https://theses.hal.science/tel-00001890

Submitted on 30 Oct 2002

**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.







N° d'ordre : 4090

## Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur ULP – ENSAIS – ENGEES - URS

## ANALYSE ET OPTIMISATION DU TRAITEMENT DE L'AZOTE PAR LES BOUES ACTIVEES A BASSE TEMPERATURE

# THESE

Présentée et soutenue publiquement le 20 septembre 2002

pour obtenir le grade de

## Docteur de l'Université Louis Pasteur – Strasbourg l Discipline : Sciences Pour l'Ingénieur (spécialité Génie des Procédés)

par

## Jean-Marc – CHOUBERT

Ingénieur des Travaux Ruraux

### Composition du jury

Directeur de thèse :	Alain HEDUIT, Directeur de Recherche – Cemagref Antony	
Co-Directeur de thèse :	Alain GRASMICK, Professeur – Université Montpellier II	
Rapporteur interne :	Marie-Claire LETT, Professeur – Université Louis Pasteur	
Rapporteurs externes :	Marie-Noëlle PONS, Directeur de Recherche – CNRS	
	Alberto ROZZI, Professeur - Politecnico di Milano	
Examinateur :	Yvan RACAULT, Directeur de Recherche – Cemagref Bordeaux	
Invité :	Christian BECK, Maître de Conférences – Engees	

Thèse préparée au sein de l'unité de recherche Qualité des Eaux du Cemagref de Bordeaux

# REMERCIEMENTS

J'ai réalisé mon travail de thèse dans le cadre d'une Formation Continue Par la Recherche (FCPR) au sein de l'unité Qualité des Eaux du Cemagref de Bordeaux. J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur Gérard SACHON, Chef du Département Gestion des Milieux Aquatiques du Cemagref, pour son appui dans la mise en place de ce projet. Je tiens à remercier Monsieur François DELMAS, Chef de l'unité de recherche Qualité des Eaux du Cemagref de Bordeaux, pour son accueil.

Je remercie grandement Messieurs Alain HEDUIT, mon Directeur de thèse, Alain GRASMICK, mon Co-Directeur et Yvan RACAULT, Responsable de mon encadrement au sein de l'équipe épuration des eaux résiduaire du Cemagref de Bordeaux, pour leur confiance et leurs conseils avisés lors de l'analyse de mon travail. Je remercie également Messieurs Christian Beck, Maître de Conférence, et Antoine SADOWSKY, Responsable du laboratoire d'hydraulique urbaine à l'Engees.

Je remercie particulièrement Mesdemoiselles Anne-Emmanuelle STRICKER, actuellement en poste au Cemagref de Bordeaux, et Fabienne LAGARDE, Doctorante au Cemagref d'Antony, pour la transmission de leur savoir en matière de modélisation et de fractionnement. Ma reconnaissance va également à Monsieur Jean-Pierre CANLER, Ingénieur de Recherche au Cemagref de Lyon, dont le questionnement et l'intérêt pour le traitement de l'azote à basse température par boues activées m'ont aidé à orienter les applications de mon travail numérique.

Je remercie sincèrement Mesdames Marie-Claire LETT et Marie-Noëlle PONS, ainsi que Monsieur Alberto Rozzi, pour avoir accepté d'évaluer mon travail.

Les expérimentations n'auraient pu être réalisées sans l'aide précieuse de Messieurs Jean-Claude GREGOIRE et Jacky VEDRENNE, techniciens de l'équipe de traitement des eaux résiduaires. Qu'ils en soient ici remerciés. J'exprime ma profonde reconnaissance aux membres du laboratoire d'analyses des Eaux du Cemagref de Bordeaux, et plus particulièrement à Mesdames Maryse BOUDIGUES et Muriel BONNET pour la qualité et les quantités phénoménales d'analyses effectuées, ainsi que pour m'avoir initié à la pratique de quelques unes des techniques d'analyses. Les suivis expérimentaux effectués à température régulée n'auraient pu être menés à bien sans la mise à disposition du local réfrigéré par le Cemafroid. Que ces membres s'en trouvent ici remerciés.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur Eric COTTEUX, ainsi qu'à Mesdames Sylvie SCHETRITE et Gaëlle de RONZIER (membres de l'équipe épuration du Cemagref d'Antony) pour la transmission de leur savoir en matière de gestion des pilotes de stations d'épuration et d'analyses par micro-méthodes. Que Monsieur Jean-Luc BECKERT (membre de l'équipe épuration du Cemagref de Lyon) soit ici remercié pour avoir mis à disposition du matériel en secours.

J'associe tous mes remerciements à tous les autres membres du Cemagref pour leur contribution directe ou indirecte à mon insertion dans leur cadre de travail.

Je remercie enfin la Compagnie Générale des Eaux, en charge de l'exploitation de la station de traitement des eaux de Cestas (33), d'avoir accepté nos contraintes lors des prélèvements d'eau usée. Je remercie tout particulièrement Monsieur René TARAGO pour le temps qu'il a consacré à faciliter notre accès.

Je dédie cette thèse à ma famille et à tous mes ami(e)s.

# RESUME

L'objectif principal de ce travail a porté sur l'optimisation du dimensionnement et de la gestion des installations de traitement des eaux usées par *boues activées* fonctionnant à basse température (10-12°C) et soumise à une contrainte de traitement poussé sur l'azote.

Dans ce but, nous avons étudié la faisabilité de la nitrification à des charges massiques stabilisées supérieures à  $0.1 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS.j})^{-1}$ . Le fonctionnement d'une installation pilote alimentée par un effluent synthétique, puis par un effluent urbain réel, a été étudié pour différentes charges massiques stabilisées à une température de  $11 \pm 1^{\circ}$ C. Les résultats très détaillés acquis en continu sur deux périodes de six mois ont suggéré le rôle et la hiérarchie des facteurs influençant la capacité de nitrification. Ils ont permis d'adapter l'outil de simulation dynamique *Activated Sludge Model n°1* (ASM1).

La double démarche expérimentale et numérique mise en œuvre a permis de dégager les rôles des conditions de fonctionnement (âge des boues, charge volumique en azote, durée de présence d'oxygène) et des propriétés de l'effluent à traiter (ratios caractéristiques, part des différentes fractions) sur les performances de traitement de l'azote et sur la composition de la boue. Les valeurs limites des paramètres de gestion (charge massique maximale, durée d'aération journalière), permettant à différentes configurations d'installation (bassin unique, réacteur avec zone d'anoxie en tête) de respecter une concentration en azote total inférieure à 10 mgN/L dans le rejet, ont pu être dégagées. Des stratégies de gestion dans le cas de variations de flux importantes en entrée d'installation (cas des zones touristiques de montagnes) ont pu être évaluées (fonctionnement à charge massique variable par adaptation de la durée d'aération, ou bien utilisation d'un bassin d'aération à volume variable).

#### Mots clefs :

BOUES ACTIVEES ; NITRIFICATION ; DENITRIFICATION ; VITESSES DE REACTIONS ; PARAMETRES CINETIQUES ; SIMULATIONS ; MODELE ASM1

# ABSTRACT

The main objective of this work concerned the optimization of design and operation of activated sludge wastewater treatment plants operating at low temperature (10-12°C) while enhanced nitrogen removal is required.

The feasibility of nitrification at steady F/M ratios above 0.1 kgBOD<sub>5</sub>.(kgMLVSS.d)<sup>-1</sup> for intermittently aerated plants was investigated by an approach that combined experiments and mathematical modelling. The behaviour of a pilot plant operated under well-controlled temperature and loading conditions, and fed by synthetic influent and by real domestic wastewater was monitored. The highly detailed results collected during two periods of six months helped us to clarify the magnitude of influence of the main factors (sludge retention time, nitrogen volumetric load, daily aeration time) on nitrification capacity. The Activated Sludge Model n°1 was used as a dynamic simulation tool. Its parameters describing the nitrifier growth were adapted to be able to reproduce the experimental observations.

This work highlighted the influence of the operating conditions (sludge age, nitrogen volumetric loading, daily aerobic time) and of the influent characteristics (typical ratios, fractions) on the nitrogen removal performance and the sludge composition. The threshold values of operating parameters (maximum F/M ratio, daily aeration time) were determined to maintain the effluent total nitrogen concentration below 10 mgN/L, for plants with a single tank and for those with a predenitrification tank. Best operation strategies were defined for plants with strong influent load variation (case of tourist resorts), by either keeping a fixed volume and increasing the F/M ratio and the aeration time, or by using a variable volume tank.

#### Key words :

ACTIVATED SLUDGE; NITRIFICATION; DÉNITRIFICATION; REACTION RATES; KINETICS PARAMETERS; SIMULATIONS; MODEL ASM1

# TABLE DES MATIERES

SIGLES ET NOTATIONS	
I.1 Nitrification en boues activées – Paramètres clés	29
I.1.1 Réactions de transformation de l'azote	29
I.1.1.1 Assimilation	29
I.1.1.2 Nitrification et dénitrification	30
I.1.1.2.1 La nitrification	30
I.1.1.2.1.1 La nitritation	30
I.1.1.2.1.2 La nitratation	30
I.1.1.2.1.3 Bilan	31
I.1.1.2.2 La dénitrification	31
I.1.1.3 Remarque	31
I.1.2 Equations bilan en régime permanent - Paramètres clés	32
I.1.2.1 Cinétiques biologiques – Rappels	32
I.1.2.1.1 Cinétique de croissance de la biomasse autotrophe	32
I.1.2.1.1.1 Influence des caractéristiques du milieu de culture	32
I.1.2.1.1.2 Remarque	35
I.1.2.1.1.3 Bilan	35
I.1.2.1.2 Cinetique d'oxydation de l'azote ammoniacal	36
I.1.2.2 Equations de bilan	36
I.1.2.2.1 Paramètres et conditions d'équilibre	36
I.1.2.2.1.1 Rôle et expression de l'âge des boues	36
I.1.2.2.1.2 Conditions d'équilibre	38 30
1.1.2.2.2 Relations empiriques	39 30
1.1.2.2.2.7 Valeur de charge massigue permettant le maintien de la nitrification	00 41
I.1.2.3 Conclusion	42
I.1.3 Paramétrage industriel et limites	43
I.1.3.1 Mise en œuvre industrielle	43
I.1.3.1.1 Contraintes imposées par la température	43
I.1.3.1.1.1 Durée du phénomène de basse température dans l'année	43
I.1.3.1.1.2 Facteurs climatiques aggravants	43
I.1.3.1.1.3 Impact de la durée d'application des faibles températures	44

I.1.3.1.2 Limite de charge massique applicable	44
I.1.3.1.3 Système permettant de contourner ces contraintes	45
I.1.3.1.3.1 Biomasse fixée sur support	45
I.1.3.1.3.2 Apport de biomasse nitrifiante	45
I.1.3.1.3.3 Traitement en deux étages	46
I.1.3.1.3.4 Dénitrification simultanée par faible concentration en oxygène	46
I.1.3.2 Points faibles de la pratique de dimensionnement actuelle	47
I.1.3.2.1 Incohérence des cinétiques d'oxydation de l'azote	47
I.1.3.2.2 Rôle de la charge azotée et du ratio C/N de l'intrant	48
I.1.3.2.3 Rôle du ratio DBO <sub>5</sub> /MES de l'intrant	50
I.1.3.2.4 Rôle du débit appliqué	50
I.1.3.2.5 Conclusion – Discussion	51
I.2 Modèle dynamique ASM – Originalités et contraintes	53
I.2.1 Originalités	53
I.2.1.1 Evolution dynamique des variables	53
I.2.1.2 Caractérisation de l'état de pollution	54
I.2.1.2.1 Variables du milieu réactionnel	54
I.2.1.2.2 Vitesses d'oxydation des substrats	54
I.2.1.2.2.1 Paramètres	54
I.2.1.2.2.2 Cinétiques des processus de croissance	55
I.2.2 Contraintes d'utilisation	56
I.2.2.1 Description des réacteurs de l'installation simulée	56
I.2.2.2 Détermination des caractéristiques nécessaires au modèle (variables et	
paramètres)	56
I.2.2.2.1 Variables d'entrée	56
I.2.2.2.1.1 Méthodes de mesures	57
I.2.2.2.1.2 Valeurs les plus fréquentes	58
I.2.2.2.2 Milieu réactionnel	58
I.2.2.2.2.1 Vitesse d'oxydation de l'azote	58
I.2.2.2.2.2 Concentration en biomasse	60
1.2.2.2.2.3 Paramètres cinétiques	61
I.3 Conclusions et Objectifs	62
II MATÉRIELS ET MÉTHODES	63
II.1 Appareillages pilotes spécifiques	65
II.1.1 Réacteur ouvert boues activées	65
II.1.1.1 Equipements de l'installation	66
II.1.1.1.1 Alimentation	66
II.1.1.1.2 Brassage	67
II.1.1.3 Aération	67

	_ 68
II.1.1.2 Acquisition des données de fonctionnement	_68
II.1.1.2.1 Milieu réactionnel	68
II.1.1.2.2 Détermination des flux d'entrée et de sortie	_69
II.1.1.2.2.1 Constitution d'échantillons moyens journaliers	_ 69
II.1.1.2.2.2 Types et fréquences d'analyses	_ 69
II.1.2 Réacteurs fermés pour mesure de la vitesse de nitrification maximale	_ 70
II.1.2.1 Suivi des formes azotées	_71
II.1.2.2 Respirométrie et inhibiteurs spécifiques	_71
II.1.3 Réacteur fermé pour la caractérisation de l'eau usée	_72
II.2 Principes d'analyses	_ 75
II.2.1 Critères de pollution	_ 75
II.2.1.1 Charge massique appliquée	_75
II.2.1.2 Age des boues	_76
II.2.1.2.1 Mesure des quantités de boues	76
II.2.1.2.1.1 Masse de boue contenue dans le système	_ _ 76
II.2.1.2.1.2 Masse de boue évacuée du système	_ 77
II.2.1.2.2 Evaluation de la production, de la répartition et de l'âge de boue	_ 77
II.2.1.2.2.1 Production de boue	_ 77
II.2.1.2.2.2 Répartition de la boue dans les bassins	_ 77
II.2.1.2.2.3 Age des boues	_ 77
II.2.2 Capacité d'élimination de l'azote	_78
II.2.2.1 Vitesses maximales de nitrification	_78
II.2.2.1.1 Définition	_ 78
II.2.2.1.2 Détermination	_ 78
II.2.2.1.2.1 Suivi des concentrations minérales azotées	_ 79
II.2.2.1.2.2 Suivi des concentrations en oxygène dissous (respirométrie)	_ 79
II.2.2.1.3 Remarque : vitesses moyennes de nitrification-dénitrification	_ 80
II.2.2.2 Biomasse autotrophe	_ 80
II.2.2.2.1 Principe de détermination	_ 80
II.2.2.2.2 Détermination de la valeur initiale	_ 81
II.3 Détermination des paramètres du modèle dynamique	_ 83
II.3.1 Expérimentations en régime stabilisé	_ 83
II.3.1.1 Conditions recherchées	_ 83
II.3.1.1.1 Cas de l'effluent synthétique	_ 83
II.3.1.1.2 Cas de l'effluent réel	_ 84
II.3.1.1.3 Méthodologie de conduite de l'installation en régime stabilisé	_ 85
II.3.1.1.3.1 Charges massiques et volumiques appliquées	_ 85
II.3.1.1.3.2 Concentrations azotées en sortie	_ 85
II.3.1.2 Acquisition des performances de nitrification	_ 86

II.3.1.2.1 Analyse du fonctionnement continu couplée aux mesures ponctuelle	s en 86
II 3 1 2 1 1 Type et fréquence des mesures	86
II.3.1.2.1.2 Application au calcul du taux de croissance maximal de la biomasse aut	otrophe
II.3.1.2.2 Suivi détaillé du bassin d'aération en vue du calage du modèle ASM eau usée réelle	00 sur 87
II.3.2 Détermination des paramètres du modèle dynamique	87
II.3.2.1 Schématisation de l'installation expérimentale	87
II.3.2.2 Ajustement des paramètres	88
II 3 2 2 1 Reproduction des conditions de fonctionnement long-terme	88
II.3.2.2.2 Modifications des paramètres à partir de campagnes de mesures dé	taillées
II.3.2.2.3 Validation du jeu de paramètres en régime dynamique	88 89
III RÉSULTATS ET DISCUSSION	91
III.1 Résultats expérimentaux	93
III.1.1 Objectifs	93
III.1.2 Démarche	93
III.1.3 Performances de nitrification obtenues sur effluent synthétique	94
III.1.3.1 Conditions appliquées – Résultats en sortie	94
III.1.3.1.1 Conditions de fonctionnement appliquées	94
III.1.3.1.2 Réponse biologique	96
III.1.3.1.2.1 Influence de la charge azotée	96
III.1.3.1.2.2 Influence de l'âge des boues	96
III.1.3.1.2.3 Influence de la température	96
III.1.3.2 Vitesses de nitrification	96
III.1.3.3 Production de biomasses autotrophe et hétérotrophe	99
III.1.3.3.1 Biomasse autotrophe	99
III.1.3.3.1.1 Concentration en autotrophes	99
III.1.3.3.1.2 Caractéristiques cinétiques	100
III.1.3.3.2 Production de boue hétérotrophe	100
III.1.3.3.2.1 Valeurs mesurees sur emuent synthetique	100
III.1.3.3.2.3 Valeurs rapportées par la littérature sur effluent réel	102
III.1.3.4 Bilan des résultats observés sur effluent synthétique	102
III 1 3 4 1 Performances en régime stabilisé à 12°C	102
III.1.3.4.2 Critère déterminant des performances de nitrification	102
III.1.3.4.3 Paramètres influençant les performances de nitrification	103
III.1.4 Expérimentations menées sur effluent réel	103
III.1.4.1 Composition de l'effluent brut	103
III.1.4.2 Conditions appliquées – Résultats obtenus en sortie	104

III.1.4.2.1 Conditions de fonctionnement	104
III.1.4.2.2 Observations concernant la réponse biologique	106
III.1.4.2.2.1 Effet de l'action conjuguée de l'âge des boues et de la charge volumique en azote	106
III.1.4.2.2.2 Effet de l'augmentation de la charge volumique en azote à âge des boue constant	107
III.1.4.2.2.3 Effet de la diminution de l'âge des boues à charge en azote constante sans augmentation de la durée d'aération	107
III.1.4.3 Vitesses de traitement de l'azote	107
III 1 4 3 1 Vitesse maximale de nitrification	107
III.1.4.3.2 Vitesse movenne de dénitrification	109
III 1 4 4 Production de biomasses autotrophe et bétérotrophe	110
	110
III. 1.4.4.1 DIOITIASSE autotrophe	111
III.1.4.4.1.2 Paramètre cinétique	112
III.1.4.4.2 Production de boue	113
III.1.4.5 Bilan des résultats observés sur eau usée réelle	113
III.1.4.5.1 Performances en régime stabilisé à 11°C	113
III.1.4.5.2 Critères déterminants des performances de nitrification	114
III.1.4.5.3 Paramètres influençant les performances de nitrification	114
III.1.5 Conclusions et limites de la démarche expérimentale suivie	115
III 2 Outil de simulation dynamique	117
III 2 1 Adaptation de l'outil numérique sur effluent réel	117
	117
	117
III.2.1.1.1 Evolution des concentrations dans le réacteur fermé	117
III.2.1.1.2 Détermination des fractions	118
III.2.1.1.3 Discussion	118
III.2.1.2 Ajustement des paramètres du modèle	119
III.2.1.2.1 Principe	119
III.2.1.2.2 Détermination des variables d'entrée	119
III.2.1.2.3 Détermination des valeurs initiales	121
III.2.1.2.4 Résultats obtenus à partir du jeu de paramètres par défaut	123
III.2.1.2.4.1 Cas de la nitrification poussee	123
III 2 1 2 5. Effets de l'ajustement des paramètres	124
III.2.1.2.5.1 Cas de la nitrification poussée	124
III.2.1.2.5.2 Cas de la nitrification incomplète	126
III.2.1.2.6 Déduction d'une technique d'ajustement	127
III.2.1.2.6.1 Influence du niveau de nitrification	127
III.2.1.2.6.2 Influence du nombre de jeu de données disponibles	127
III.2.1.2.7 Calage et Validation - Jeu de paramètres retenu	127
III.2.2 Pertinence des prédictions numériques	129
III.2.2.1 Précision des prévisions	129

III.2.2.1.1 Résultats des simulations en régime permanent	129
III.2.2.1.2 Comparaison aux mesures expérimentales	129
III.2.2.1.2.1 Variables biologiques	129
III.2.2.1.2.2 Concentrations azotées en sortie	131
III.2.2.2 Sensibilité à la description des conditions de fonctionnement	131
III.2.3 Application des simulations pour l'interprétation des modifications du potentiel de nitrification	133
III.2.3.1 Paramètres agissant sur les performances de nitrification	133
III.2.3.1.1 Influence des paramètres de fonctionnement : durée d'aération et charg volumique en azote	e 133
III.2.3.1.1.1 Influence de la durée d'aération journalière	133
III.2.3.1.1.2 Influence de la charge volumique en azote	134
III.2.3.1.2 Influence des paramètres de gestion : charge massique, ratio DCO/NT	( 125
<ul> <li>III.2.3.1.2.1 Effet d'une augmentation de charge massique sur la production de boue</li> <li>III.2.3.1.2.2 Impact de la charge massique et du ratio DCO/NTK de l'intrant sur la bioma autotrophe</li> </ul>	135 135 sse 136
III.2.3.2 Origine et interprétation du différentiel de pente lors de la mesure du potenti	el
de nitrification	138
III.2.3.2.1 Problématique	138
III.2.3.2.2 Décomposition des flux d'azote	138
III.2.3.2.3 Interprétations de la différence de pente	139
III.2.3.2.4 Eléments expérimentaux complémentaires	140
III.2.4 Conclusion partielle	140
III.3 Optimisation du traitement de l'azote en boues activées : quantification des paramètres « clefs »	143
III.3.1 Analyse théorique en régime permanent : Rôle de la durée journalière d'aération et propriété de la vitesse maximale de nitrification	143
III.3.1.1 Flux contribuant à la croissance des autotrophes	143
III.3.1.1.1 Quantité de biomasse autotrophe produite	144
III.3.1.1.2 Production nette en biomasse autotrophe	144
III.3.1.2 Rôle de la durée journalière d'aération et de sa durée d'application	145
III.3.1.2.1 Condition de présence des micro-organismes nitrifiants	145
III.3.1.2.1.1 Expression littérale	145
III.3.1.2.1.2 Applications numériques	145
III.3.1.2.2 Accroissement de la biomasse autotrophe selon la durée journalière de présence d'oxygène	146
III.3.1.2.2.1 Cas d'un fonctionnement en aération séquencée	146
III.3.1.2.2.2 Cas d'un fonctionnement en aération continue	147
III.3.1.3 Propriétés de la vitesse maximale de nitrification	148
III.3.1.3.1 Expression littérale	148
III.3.1.3.1.1 Masse de biomasse autotrophe à l'équilibre	148
III.3.1.3.1.2 Part d'azote nitrifié	149
III.3.1.3.1.3 Expression de la vitesse de nitrification maximale	149

III.3.1.3.2 Application numérique	150
III.3.1.3.2.1 Cas où la nitrification est totale	150
III.3.1.3.2.2 Cas où la nitrification est incomplète	151
III.3.1.3.3 Sensibilité aux variations des paramètres	151
III.3.2 Simulations dynamiques pour l'optimisation de la gestion et du dimensionnement	_ 153
III.3.2.1 Détermination de la charge massique optimale applicable aux installations	de de
traitement par boues activées	153
III.3.2.1.1 Nature de l'optimum recherché	153
III.3.2.1.2 Charge massique limite et vitesse de maximale de nitrification	
III.3.2.1.3 Influence d'une modification de la fraction aérée	 156
III.3.2.1.3.1 Charge massique limite applicable	157
III.3.2.1.3.2 Vitesses de nitrification	158
III.3.2.1.4 Synthèse et comparaison avec la pratique de dimensionnement actue	lle 159
III.3.2.2 Détermination de l'amplitude maximale de variations de flux en entrée	
d'installation de traitement par boues activées	161
III.3.2.2.1 Caractéristiques des perturbations appliquées	161
III.3.2.2.1.1 Cas 1 : Fonctionnement à charge massique variable à volume constant	
III.3.2.2.1.2 Cas 2 : Volume variable à charge massique constante	
III.3.2.2.2 Réponses du système aux perturbations appliquées	163
III.3.2.2.2.1 Cas 1 : Fonctionnement à charge massique variable à volume constant_	163
III.3.2.2.2.2 Cas 2 : Volume variable à charge massique constante	167
III.3.2.2.3 Facteurs de variations de charge admissibles	170
III.3.2.3 Limites des valeurs maximales annoncées	170
CONCLUSION	_ 171
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	179
	_ 170
LISTE DES TABLEAUX	_ 187
LISTE DES FIGURES	_ 189
ANNEXES	193

# SIGLES ET NOTATIONS

<u>SIGLES</u>	SIGNIFICATION		
ASM	Activated Sludge Model		
BU	Bassin unique		
Cemagref	Institut de recherche pour l'ingénierie de l'agriculture et de l'environnement		
Engees	Ecole Nationale du Génie de l'Eau et de l'Environnement		
ERU	Eau résiduaire urbaine		
SYNTH	Effluent synthétique		
SIM	Simulations		
STEP	Station d'épuration		
ULP	Université Louis Pasteur		
U.S. EPA	United States Environmental Protection Agency		
ZA	Zone d'anoxie		
<b>NOTATIONS</b>	DEFINITIONS ET UNITES		
% <sub>Bassin</sub> d'aération	Part de masse boue totale du système contenue dans le bassin d'aération [%]		
% <sub>Boue réacteur</sub>	Part de masse boue totale du système contenue dans le réacteur biologique (Zone d'anoxie comprise si présente) [%]		
%MVS	Part de matières volatiles contenues dans les matières en suspension [%]		
b <sub>A</sub>	Taux de décès de la biomasse autotrophe [j <sup>-1</sup> ]		
b <sub>H</sub>	Taux de décès de la biomasse hétérotrophe [j <sup>-1</sup> ]		
$C_5H_7NO_2$	Formule chimique de la biomasse vivante		
$C_{18}H_{19}O_9N$	Formule chimique de la matière organique		
C <sub>m</sub>	Charge massique [kgDBO <sub>5</sub> .(kgMVS.j) <sup>-1</sup> ] : flux carboné journalier entrant ramené à la masse boue du réacteur biologique (Zone d'anoxie comprise si présente)		
C <sub>v</sub> (N)	Charge volumique en azote [mgN.(L.j) <sup>-1</sup> ] : flux azoté journalier entrant rament au volume du réacteur biologique (Zone d'anoxie comprise si présente)		
D <sub>aer</sub>	Durée journalière de fonctionnement du système d'aération [h/j]		
$DBO_5$	Demande biologique en oxygène (Concentration exprimée en mgO <sub>2</sub> /L)		
DCO	Demande chimique en oxygène (Concentration exprimée en mgO <sub>2</sub> /L)		
D <sub>X</sub>	Taux d'extraction des boues [j <sup>-1</sup> ] : 1/SRT		
FS	Facteur de Sécurité [-]		
E.H.	Equivalent-habitant		
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Hydrogéno-carbonates		
i <sub>Nnit</sub>	Consommation spécifique en oxygène pour nitrifier [gO <sub>2</sub> /gN <sub>nit</sub> ]		
j	Jour		

K <sub>L,a</sub>	Coefficient de transfert volumique en eau claire [j <sup>-1</sup> ]			
K <sub>NH</sub>	Constante de demi-saturation des autotrophes pour l'azote ammoniacal [mgN-NH <sub>4</sub> /L]			
K <sub>O,A</sub>	Constante de demi-saturation des autotrophes pour l'oxygène [mgO <sub>2</sub> /L]			
K <sub>O,H</sub>	Constante de demi-saturation des hétérotrophes pour l'oxygène [mgO2/L]			
MES	Matières en suspension (Concentration exprimée en mg/L)			
MVS	Matières volatiles en suspension (Concentration exprimée en mg/L)			
$MX_{B,A}$	Quantité de biomasse autotrophe présente dans le système [g DCO]			
N-NH4 <sup>+</sup>	Azote sous forme ammoniacale (Concentration exprimée en mgN/L)			
N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Azote sous forme de nitrites (Concentration exprimée en mgN/L)			
N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Azote sous forme de nitrates (Concentration exprimée en mgN/L)			
N-NO <sub>x</sub>	N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> + N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (Concentration exprimée en mgN/L)			
NTK	Azote total Kjeldhal (azote organique + azote ammoniacal) (Concentration exprimée en mgN/L)			
PB	Production de boue [gMVS/gDCO <sub>éliminé</sub> ou bien gMES/gDBO <sub>5 appliquée</sub> ]			
r <sub>x</sub>	Vitesse de croissance de la biomasse X			
<b>r</b> <sub>s</sub>	Vitesse d'utilisation du substrat S			
SRT	Ages des boues [j]			
Т	Température [°C]			
t <sub>a,75</sub> (respectivement t <sub>a,90</sub> )	Durée nécessaire pour que la concentration en biomasse autotrophe atteigne 75 % (respectivement 90 % ) de sa valeur d'équilibre [jours]			
t <sub>a</sub> (respectivement t <sub>h</sub> )	Durée nécessaire à la biomasse autotrophe (respectivement hétérotrophe) pour retrouver sa valeur initiale [jours]			
t <sub>g</sub>	Temps de doublement des bactéries [h]			
T <sub>nitrif</sub>	Durée journalière de nitrification [h/j]			
V <sub>L, maxi</sub>	Vitesse maximale (respectivement moyenne) de nitrification [mgN <sub>nit</sub> .(L.h) <sup>-1</sup> ]			
(respectivement V <sub>L, moy</sub> )				
Х	Concentration en MES dans les simulations [mgMES/L]			
$X_{B,A}$	Concentration en biomasse autotrophe présente dans le système [mg DCO/L]			
$X_{B,H}$	Concentration en biomasse hétérotrophe présente dans le système [mg DCO/L]			
Xw	Concentration en biomasse soutirée [mg DCO/L]			
Y <sub>A</sub>	Rendement cellulaire des autotrophes [gDCO <sub>produit</sub> /gN <sub>nit</sub> ]			
Y <sub>H</sub>	Rendement cellulaire des hétérotrophes [gDCOproduit/gDCOdégradé]			
f <sub>p</sub>	Fraction de la biomasse produisant de la matière inerte			

LETTRES GRECQUES	DEFINITIONS ET UNITES
φN	Flux azoté journalier [gN/j]
λ	Part d'azote nitrifié [-] : Cv(N)nitrifié / Cv(N)
$\mu_{A, maxi}$ (respectivement $\mu_A$ )	Taux de croissance maximum (respectivement réel) des autotrophes [j <sup>-1</sup> ]
$\mu_{H, maxi}$ (respectivement $\mu_{H}$ )	Taux de croissance maximum (respectivement réel) des hétérotrophes [j <sup>-1</sup> ]
$\eta_{\scriptscriptstyle \mathrm{NTK}}$	Rendement d'élimination de l'azote Kjeldahl [%]
$\eta_{\text{dbo5}}$	Rendement d'élimination de l'azote Kjeldahl [%]
ρa	Rendement de transformation de la DCO biodégradable en DCO particulaire [-]
θ	Coefficient de changement de température dans l'équation d'Arrhénius [-]

INDICE	<b>SIGNIFICATION</b>		<b>SIGNIFICATION</b>
A	Autotrophe	Н	Hétérotrophe
E.B.	Eau brute	S	Eau traitée recueillie en sortie
Maxi	Maximal	moy	Moyen
Nit	Nitrifié	Dénit	Dénitrifié

# INTRODUCTION

L'activité humaine génère des eaux résiduaires riches en azote. Essentiellement présent sous forme d'urée, d'azote ammoniacal et de protéines, cet élément provient principalement de l'urine et son rejet dans le milieu naturel sous forme ammoniacale peut être toxique pour les poissons. En présence de phosphore, il peut stimuler le développement de certains végétaux et contribuer au phénomène d'eutrophisation. Dans l'eau potable, la forme ammoniacale favorise le développement de goûts ou de couleurs, et les formes oxydées (nitrates et nitrites) peuvent présenter un danger pour la santé des nourrissons et des femmes enceintes. Pour ces raisons, la présence d'azote dans les eaux potables et usées a été réglementée par le droit communautaire dès la fin des années 70 (Directives Européennes officialisées dans la réglementation française par les circulaires du 17 mars 1978 et du 4 novembre 1980). Plus récemment, la Directive Européenne 91-271 du 21 mai 1991, mise en application par le décret 94-469 du 3 juin 1994, est entrée en application. Elle requiert une réduction systématique des charges polluantes d'origine domestique pour toutes les agglomérations dont les rejets sont supérieurs à 120 kg DBO<sub>5</sub>/j d'ici 2005. Dans certains milieux fragiles sujets à l'eutrophisation par exemple, des contraintes d'élimination de l'azote et du phosphore ont été énoncées en plus de celles relatives à la pollution carbonée (MES, DCO et DBO<sub>5</sub>) pour les agglomérations rejetant des charges supérieures à 600 kg DBO<sub>5</sub>/j. Les niveaux de rejet définis par ces textes correspondent à des valeurs minimales et peuvent être renforcés par arrêtés préfectoraux.

L'azote contenu dans les eaux usées urbaines est essentiellement traité par voie biologique. Les boues activées, les biofiltres, les lits bactériens et le lagunage sont autant de procédés capables de réaliser ce traitement de manière plus ou moins poussée. En France, le système de traitement biologique par boues activées équipe la majorité des stations d'épuration de plus de 1000 équivalents-habitants. Généralement constitué d'un bassin d'aération (réacteur biologique) suivi d'un clarificateur (ouvrage de séparation de la boue et de l'eau épurée), ce procédé met en œuvre une culture microbienne en suspension soumise à une aération. Grâce à un dimensionnement adéguat et une aération intermittente, l'élimination de l'azote est possible. En présence d'oxygène, des bactéries autotrophes oxydent l'azote ammoniacal en nitrites puis en nitrates (nitrification) que des bactéries hétérotrophes réduisent ensuite en azote gazeux en l'absence d'oxygène (dénitrification). La dégradation de la charge carbonée produit de la biomasse qu'il est nécessaire d'évacuer régulièrement des systèmes de traitement. Le rythme des extractions de boue fixe la durée disponible aux micro-organismes pour se multiplier. La faible vitesse de croissance des bactéries autotrophes et sa dépendance à la température imposent des valeurs élevées de temps de séjour moyen des cultures épuratrices. Elles sont obtenues par application d'une charge massique inférieure à 0.1 kgDBO<sub>5</sub> (kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Cette règle de dimensionnement garantit une élimination poussée de l'azote jusqu'à une température du mélange eau-boue voisine de 10°C.

L'expérience acquise depuis dix ans par le Cemagref tend à montrer que limiter la charge massique à une telle valeur intègre un coefficient de sécurité. Réputée nécessaire pour respecter des contraintes réglementaires toujours plus sévères même dans le cas de conditions contraignantes de fonctionnement (basse température, variations de la charge et de la composition de l'eau à traiter), cette sécurité conduit cependant à un dimensionnement excessif des bassins d'épuration. En plus d'accroître les coûts de construction et d'exploitation, il ne semble pas favoriser l'usage maximum des ressources de traitement.

L'objectif principal de ce travail de thèse est donc de rechercher les limites de mise en œuvre de la nitrification en *boues activées* afin d'aboutir éventuellement à une réduction raisonnée du dimensionnement des installations tout en permettant un traitement poussé de l'azote en conditions contraignantes de température et de charges. Dans ce but, nous avons approfondi le fonctionnement du procédé selon deux axes de recherche :

- Progression dans l'identification et la compréhension du rôle des paramètres régissant le potentiel de nitrification. Une étude des facteurs régissant la concentration en biomasse autotrophe a été nécessaire car ce sont les caractéristiques cinétiques de cette biomasse qui implicitement déterminent le dimensionnement ;
- <u>Recherche des conditions limites d'une élimination poussée de l'azote en boues</u> <u>activées</u> : charge massique maximale acceptable en régime permanent et amplitude de variation applicable en régime dynamique en lien avec l'objectif de qualité du rejet et la contrainte de température.

Dans ce but, nous avons mis en œuvre une double démarche expérimentale et numérique. Les paramètres régissant les performances de nitrification ont été étudiés en conditions expérimentales contrôlées maintenues pendant des périodes de fonctionnement de longue durée. Les résultats obtenus ont permis de réévaluer les paramètres cinétiques clés du modèle *Activated Sludge Model n°1* (ASM1) pour qu'il représente au mieux le fonctionnement du système réel. Incontournable pour lever les contraintes matérielles imposées par l'expérimentation, son utilisation permet d'aboutir à une meilleure compréhension de l'interdépendance des facteurs régissant la vitesse de nitrification et de dégager les limites de fonctionnement garantissant une élimination optimale de l'azote.

Le travail réalisé est présenté sous forme d'un mémoire composé de trois parties :

- La synthèse bibliographique fait le point sur la pratique actuelle de dimensionnement des installations de traitement par *boues activées* assurant un traitement biologique poussé de l'azote. Après une présentation des apports que constitue le modèle ASM1 dans le domaine de l'épuration biologique des eaux, ses contraintes d'utilisation sont exposées (méthodes de détermination des paramètres et des variables);
- La seconde partie présente les appareillages spécifiques utilisés lors d'expérimentations : étude approfondie du fonctionnement d'un réacteur continu et essais ponctuels menées en réacteurs séparés. Les principes de détermination des paramètres caractéristiques des charges polluantes et des performances d'élimination de l'azote sont ensuite exposés. Puis, la chronologie de mise en œuvre des expérimentations pour la détermination des paramètres du modèle ASM1 est détaillée ;
- La dernière partie présente les résultats expérimentaux et numériques. L'analyse des résultats établit le rôle et la hiérarchie des facteurs régissant la capacité de nitrification et définit la portée des conclusions tirées. La détermination des paramètres du modèle ASM1 et la précision de ses prédictions à partir des mesures expérimentales sont ensuite exposées. Enfin, l'exploitation de l'outil numérique, complétée par une étude théorique, aboutit à la quantification des paramètres clefs régissant la nitrification. Elle permet de proposer une optimisation du dimensionnement et de la gestion technique des installations pour un traitement fiable de l'azote en régime dynamique.

#### VALORISATION

Communications par affiche avec résumé à des colloques internationaux avec actes dont les textes ont été sélectionnés par des comités de lecture :

- Choubert J.M., Racault Y., Grasmick A., Beck C. and Heduit A. (2002). *Nitrifying Biomass Growth in Activated Sludge: Impact of Long-Term Disturbances on Nitrogen Removal Capacity. IWA 3rd World Water Congress. Melbourne (Australia)*, 8 pages.
- Choubert J.M., Racault Y., Grasmick A. and Heduit A. (2001). *Influence of nitrogen volumetric loading on the growth dynamics of autotrophic biomass in activated sludge. IWA 2nd World Water Congress. Berlin (Germany)*, 7 pages.
- Choubert J.M. and Racault Y. (2000). Assessment of the evolution of nitrification capacity in activated sludge process. 1st world water congress of the International Water Association (IWA) (ISBN: 2-9515416-0-0). Paris (France), 4 pages.

# I SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

## I.1 NITRIFICATION EN BOUES ACTIVEES – PARAMETRES CLES

## I.1.1 Réactions de transformation de l'azote

Eliminer l'azote par voie biologique consiste à le transformer par des micro-organismes vivants. En milieu naturel, les micro-organismes capables de transformer l'azote pour leur synthèse sont nombreux : algues, champignons, bactéries nitrifiantes autotrophes ou hétérotrophes, et bactéries dénitrifiantes autotrophes ou hétérotrophes (Pelmont, 1993; Van Loosdrecht et Jetten, 1998). En revanche, en boues activées (culture mixte de micro-organismes utilisant la pollution carbonée, azotée et phosphorée comme source d'énergie pour leur croissance), les conditions présentes les sélectionnent. L'azote ammoniacal y est essentiellement transformé au cours des réactions suivantes :

- L'<u>assimilation</u> par laquelle l'azote est intégré dans de la biomasse hétérotrophe (synthèse bactérienne);
- La <u>nitrification</u> par laquelle l'azote sert essentiellement à produire l'énergie nécessaire à la synthèse des bactéries autotrophes.

## I.1.1.1 Assimilation

L'azote représente environ 10 % du poids sec de la biomasse hétérotrophe. Une quantité équivalente à 5 % de la DBO<sub>5</sub> éliminée y est intégrée lors de la synthèse de nouvelles cellules (Figure I-1). Le rendement cellulaire de l'assimilation est élevé ( $Y_H = 0.67 \text{ gDCO}_{\text{produit}} / \text{gDCO}_{\text{éliminé}}$ ). C'est pourquoi, l'essentiel de l'azote ammoniacal assimilé se retrouve sous forme de biomasse. La réaction de synthèse biologique peut être décrite par l'Équation I-1.



Figure I-1 : Utilisation de l'azote lors de l'assimilation d'après (Spanjers *et al.*, 1996)

$$C_{18}H_{19}O_{9}N + 8.8 O_{2} + 0.74 NH_{3} \xrightarrow{bactéries} 1.74 C_{5}H_{7}NO_{2} + 9.3 CO_{2} + 4.52 H_{2}O_{18}$$
  
hétérotrophes  
Éguation I-1



## I.1.1.2 Nitrification et dénitrification

## I.1.1.2.1 La nitrification

La nitrification consiste en l'oxydation biologique de l'azote ammoniacal en nitrates. Cette transformation est réalisée en deux étapes : la nitritation, suivie de la nitratation. Elle est effectuée en présence d'oxygène par des bactéries autotrophes qui utilisent l'azote ammoniacal ( $NH_4^+$ ) et les carbonates ( $HCO_3^-$ ) comme source d'énergie.

### I.1.1.2.1.1 La nitritation

C'est l'oxydation de l'azote ammoniacal  $(NH_4^+)$  en azote nitreux  $(NO_2^-)$  par des bactéries autotrophes du genre *Nitrosomonas, Nitrosococcus ou Nitrospira*. La transformation chimique de l'azote ammoniacal s'écrit par l'Équation I-2 :

$$NH_4^+ + \frac{3}{2} O_2 \longrightarrow NO_2^- + H_2O + 2 H^+$$

Équation I-2

L'équation biologique traduisant la synthèse de bactéries nitritantes effectuant la réaction se déroule conformément à l'Équation I-3 :

80.7  $NH_4^+ + 114.55 O_2 + 160.4 HCO_3^- \longrightarrow C_5H_7NO_2 + 79.7 NO_2^- + 82.7 H_2O + 155.4 H_2CO_3$ 

Équation I-3

La réaction s'accompagne d'une production théorique de biomasse nitritante de  $0.1 \text{ gMVS/gN-NH}_4^+$ , soit  $0.14 \text{ g DCO/gN-NH}_4^+$  et d'une diminution d'alcalinité du milieu de culture.

### I.1.1.2.1.2 La nitratation

Les bactéries du genre *Nitrobacter* oxydent les nitrites  $(NO_2^{-})$  formés lors de l'étape de nitritation en nitrates  $(NO_3^{-})$ . La réaction chimique s'écrit (Équation I-4).

$$NO_2^- + \frac{1}{2} O_2 \xrightarrow{Nitrobacter} NO_3^-$$

#### Équation I-4

Celle-ci s'accompagne de la formation d'une biomasse nitratante (Équation I-5) par une production théorique de biomasse nitratante de  $0.06 \text{ gMVS/gN-NO}_2^-$  ou  $0.085 \text{ g DCO/gN-NO}_2^-$ .

 $134.5 \text{ NO}_2^- + \text{NH}_4^+ + 62.25 \text{ O}_2 + 5 \text{ HCO}_3^- + 4 \text{ H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_2 + 134.5 \text{ NO}_3^- + 7 \text{ H}_2\text{O}$ 

Équation I-5

#### I.1.1.2.1.3 Bilan

L'équation stœchiométrique de la nitrification s'écrit finalement (Henze et al., 1995) :

 $NH_4^+ + 1.86 O_2 + 1.98 HCO_3^- \longrightarrow 0.020 C_5H_7NO_2 + 0.98 NO_3^- + 1.88 H_2CO_3 + 1.04 H_2O_3^-$ 

#### Équation I-6

Le rendement de synthèse de cette réaction ( $Y_A = 0.24 \text{ gDCO}_{\text{produit}}/\text{gN}_{\text{nit}}$ , soit 0.17 gMVS<sub>produit</sub>/gN<sub>nit</sub>) est faible. Contrairement au cas de l'assimilation, son rendement énergétique (1-Y<sub>A</sub>) est élevé. C'est pourquoi, l'essentiel de l'azote ammoniacal utilisé pour la nitrification se retrouve sous forme de nitrates et non sous forme de biomasse.



Figure I-2 : Utilisation de l'azote lors de l'assimilation d'après (Spanjers *et al.*, 1996)

### I.1.1.2.2 La dénitrification

La dénitrification consiste en une réduction des nitrates en azote gazeux par des bactéries hétérotrophes du genre *Pseudomonas* en l'absence d'oxygène dissous avec présence de nitrates (Pelmont, 1993). La matière organique est utilisée comme source de carbone et les nitrates comme accepteurs d'électrons. L'équation stœchiométrique de la réaction biologique s'écrit (Équation I-7).

 $NO_{3}^{-} + 0.0714 C_{18}H_{19}O_{9}N + H^{+} \xrightarrow{Pseudomomas} 0.5 N_{2} + 1.214 CO_{2} + 0.0714 HCO_{3}^{-} + 0.0714 NH_{4}^{+} + H_{2}O_{3}^{-} + 0.0714 NH_{4}^{+} + H_{2}O_{3}^{-} + 0.0714 NH_{4}^{-} + 0.0714 N$ 

Équation I-7

## I.1.1.3 Remarque

Lorsque les micro-organismes cessent leur activité biologique, la lyse des membranes bactériennes constitue une source de matière organique hydrolysée en carbone et en azote. Fortement majoritaire, c'est essentiellement la biomasse hétérotrophe qui contribue à produire ces éléments minéraux dont les quantités sont proportionnelles à sa concentration. La minéralisation de la biomasse vivante conformément à l'Équation I-8 et produit 0.09 gN/gDCO<sub>éliminée</sub> soit 0.12 gN/gMVS<sub>éliminée</sub>. Le carbone produit est utilisable pour la dénitrification.

Équation I-8

## I.1.2 Equations bilan en régime permanent - Paramètres clés

## I.1.2.1 Cinétiques biologiques – Rappels

Le milieu dans lequel se développe les bactéries nitritantes et nitratantes doit réunir des conditions adéquates pour permettre leur croissance, sans quoi, les processus enzymatiques, et donc d'oxydation, ralentissent ou sont totalement stoppés. Comme la vitesse de nitrification est essentiellement déterminée par la nitritation, nous n'effectuerons plus, dans la suite, de distinction entre les deux types de micro-organismes (nitritants et nitratants) et étudierons les propriétés de micro-organismes « nitrifiants » aussi dénommés « bactéries autotrophes ».

### <u>I.1.2.1.1 Cinétique de croissance de la biomasse autotrophe</u>

La croissance de la biomasse autotrophe est influencée par les valeurs de pH, de température, d'oxygène dissous et d'azote ammoniacal, ainsi que par la présence de carbonates et de substances inhibitrices.

## *I.1.2.1.1.1* Influence des caractéristiques du milieu de culture

<u>рН</u>

Le pH influence directement la croissance des bactéries nitrifiantes (Antoniou *et al.*, 1990; Shammas, 1986). L'activité la plus élevée est atteinte pour des pH compris entre 8 et 9 mais il est fréquent qu'elle ne soit pas significativement affectée jusqu'à un pH de 7 (Figure I-3). Au-delà de ces valeurs optimales de pH (7 à 9), la vitesse de croissance de la biomasse nitrifiante chute significativement traduisant une inhibition partielle de son activité (Figure I-3). Les contraintes liées au pH peuvent se résumer ainsi :



Figure I-3 : Influence du pH sur la vitesse de nitrification (Shammas, 1986)

Pour un pH supérieur à 9, l'espèce prédominante du couple  $NH_4^+/NH_3$  est l'ammoniaque ( $NH_3$ ) qui constitue un toxique pour les bactéries de type *Nitrobacter* et *Nitrosomonas*.

Pour un pH inférieur à 6, l'espèce prédominante du couple  $HNO_2/NO_2^-$  est l'acide nitreux ( $HNO_2$ ) qui est toxique pour les bactéries de type *Nitrobacter*.

Lorsque le pH diffère des valeurs optimales, les bactéries adaptent leur activité de croissance. Leur taux de croissance maximum s'exprime alors par l'Équation I-9 :

$$\mu_{A, \max}(pH) = \mu_{A, \max}(pH_{optimal}) \cdot \frac{K_{pH}}{K_{pH} + 10^{|pHoptimal-pH|}} \quad \text{où } K_{pH} = 200 \text{ (Henze et al., 1995)}$$

Équation I-9

#### Température

La température modifie le rythme de synthèse des bactéries nitrifiantes en deçà de 30°C. Entre 30 et 35°C, la croissance est peu influencée par la température, puis devient impossible au delà de 35°C (Figure I-4).





Pour traduire les changements d'activité de la biomasse autotrophe lorsque des variations de température lui sont appliquées, une loi de type Arrhénius est généralement utilisée (Équation I-10).

$$\mu_{A, \max}(T) = \mu_{A, \max}(20^{\circ}\text{C}).\theta^{T-20}$$

#### Équation I-10

La constante de changement de température ( $\theta$ ) prend des valeurs assez différentes selon les auteurs : 1.02 (Oleszkiewicz et Berquist, 1988), 1.024 (Argaman, 1994; Mines et Sherrard, 1999), 1.044 (Funamizu et Takakuwa, 1994), 1.06 (FNDAE *et al.*, 2002), 1.103 (Lesouef *et al.*, 1992) et 1.165 (McCartney et Oleszkiewicz, 1990).

Tout changement de température a un impact immédiat sur l'activité de la biomasse nitrifiante. Mais, un temps d'adaptation est nécessaire pour que les bactéries autotrophes prennent leur taux de croissance définitif (Figure I-5).

Lors d'une augmentation brutale de température, on constate une augmentation immédiate du taux de croissance, suivie d'une seconde plus lente permettant d'attendre la valeur stabilisée du taux de croissance.

Lors d'une diminution de température, on constate une diminution rapide et amplifiée du taux de croissance. L'évolution vers la nouvelle valeur d'équilibre lui succède.



Figure I-5 : Schématisation de l'impact d'un changement brutal de température sur le taux de croissance des autotrophes (Henze *et al.*, 1995)

#### Substances inhibitrices

La croissance des bactéries nitrifiantes est sensible à la présence de nombreuses substances inhibitrices dont les effets sont fonction de leur concentration et du temps d'application (Henze *et al.*, 1995). Parmi ces substances néfastes, on trouve certains ions métalliques (Cuivre, Nickel, Chrome (III), Zinc et Cobalt), les composés sulfurés, les composés de l'aniline, les phénols, les cyanures, les molécules chlorées.

### **Carbonates**

La nitritation nécessite des ions carbonates (I.1.1.2). Pour chaque mole d'azote nitrifié, deux moles de carbonates sont nécessaires (Équation I-3). Au contraire, lors de la dénitrification, une mole de nitrates produit 1.3 mole de carbonates (Équation I-7). Le bilan net en carbonates étant négatif, une acidification naturel du milieu de culture a lieu et provoque un abaissement de pH inhibiteur en deçà de 6. Dans le cas des eaux usées urbaines, l'apport d'alcalinité par l'effluent à traiter compense généralement le déficit (Henze *et al.*, 1995). C'est pourquoi, ce paramètre est rarement considéré comme un frein au développement de la biomasse nitrifiante.

### Oxygène dissous et substrat azoté

L'oxygène dissous et l'azote ammoniacal sont les réactifs essentiels permettant de réaliser la nitrification. Lorsqu'ils sont présents en quantité non-limitante, la croissance des bactéries autotrophes est maximale. Lorsqu'un des deux réactifs devient limitant, les bactéries y accèdent plus difficilement ce qui ralentit leur vitesse de croissance (Henze *et al.*, 1995). Les

praticiens ont coutume de décrire l'influence de l'oxygène dissous et du substrat azoté sur le taux de croissance des autotrophes par une double équation de Monod (Équation I-11).

$$\mu_{A}(T) = \mu_{A, maxi}(T) \cdot \frac{[O_2]}{[O_2] + K_{O, A}} \cdot \frac{[N - NH_4^+]}{[N - NH_4^+] + K_{NH}} \text{ (Charley et al., 1980)}$$

#### Équation I-11

Pratique et facile à mettre en œuvre, une relation de ce type est aussi utilisée pour prédire le taux de croissance des hétérotrophes lors de l'assimilation. Dans un milieu où l'oxygène est limité, les biomasses autotrophes et hétérotrophes sont en compétition. Le déroulement des réactions est fonction de la capacité des bactéries à accéder à l'oxygène à de faibles concentrations. Propre à chaque biomasse, cette affinité est traduite par une constante de demi-saturation. Utilisant plus facilement l'oxygène à de faibles concentrations, les bactéries hétérotrophes sont caractérisées par une constante de demi-saturation plus faible (K<sub>O,H</sub> = 0.2 mgO<sub>2</sub>/L) que celle des autotrophes (K<sub>O,A</sub> = 0.4 mgO<sub>2</sub>/L) (Henze *et al.*, 1986).

## *I.1.2.1.1.2 Remarque*

La dégénérescence des cellules vivantes implique la disparition des micro-organismes nitrifiants (Pelmont, 1993). Connu sous la notion de mortalité, ce phénomène a lieu naturellement quelles que soient les conditions d'oxygène et de substrat azoté du milieu. Il est caractérisé par un taux de décès noté  $b_A$ .

## I.1.2.1.1.3 Bilan

Les principaux facteurs influençant la croissance des bactéries autotrophes en boues activées sont :

- le pH et la température intervenant au niveau du déroulement des mécanismes internes aux bactéries. Ils imposent la valeur du taux de croissance maximal de la biomasse nitrifiante (μ<sub>A, maxi</sub>);
- l'azote ammoniacal et l'oxygène dissous agissant par le biais de leur disponibilité. Leurs concentrations modulent le taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe.

La croissance nette, résultant de la croissance et du décès, prenant en compte à la fois la limitation par la concentration en oxygène dissous et par le substrat azoté, est alors définie par l'Équation I-12 :

$$\mu A - bA = \mu A, \max(20^{\circ}C) \cdot \theta^{T-20} \cdot \frac{[O2]}{[O2] + KO, A} \cdot \frac{[N - NH4^{+}]}{[N - NH4^{+}] + KNH} - bA$$

Équation I-12
### *I.1.2.1.2 Cinétique d'oxydation de l'azote ammoniacal*

La vitesse de nitrification (notée V<sub>L</sub>) est définie par l'Équation I-13 comme le produit du taux de croissance réel ( $\mu_A$ ) par la concentration en biomasse autotrophe (X<sub>B,A</sub>) divisée le rendement cellulaire (Y<sub>A</sub>).

$$V_{L} = \frac{\mu_{A}(\text{pH}, \text{T}, [\text{Inhibiteurs}], [\text{O2}], [\text{N} - \text{NH4}^+], [\text{HCO3}^-]) \cdot X_{B, A}}{Y_{A}}$$

#### Équation I-13

Elle conditionne le temps nécessaire pour que cette réaction soit totale. Les facteurs qui l'influencent sont les mêmes que ceux qui interviennent sur la croissance de la biomasse qui en est responsable.

# I.1.2.2 Equations de bilan

# I.1.2.2.1 Paramètres et conditions d'équilibre

# *I.1.2.2.1.1* Rôle et expression de l'âge des boues

Soit une installation de traitement par boues activées (Figure I-6) constituée d'un réacteur biologique de volume (V) contenant de la boue en concentration (X) recevant un effluent de concentration ( $S_0$ ) à un volume journalier (Q). Pour renvoyer la boue du décanteur en tête du réacteur, un taux de recyclage (R) est appliqué.

Une partie du flux de pollution carboné éliminé est transformé en biomasse dont l'essentiel est retiré par les extractions (concentration  $X_w$  avec un débit  $\sigma$ .Q). L'effluent traité obtenu alors en sortie a une concentration en pollution soluble (S<sub>e</sub>) et en matières en suspension (X<sub>e</sub>).

Lorsque le système fonctionne en régime permanent, la boue extraite permet de définir le temps de séjour moyen des boues dans le système (aussi appelé « âge des boues » et noté SRT) comme le rapport de la masse totale de boue divisé par la quantité de boue journellement extraite.



Figure I-6 : Schématisation d'une installation de traitement par boues activées

En introduisant le paramètre « temps de séjour hydraulique ( $\tau$ ) » défini comme le rapport entre le volume du réacteur biologique et le débit journalier ( $\tau$  = V/Q), l'âge des boues (SRT) s'exprime par l'Équation I-14.

$$SRT = \frac{X.V}{(1-\sigma).Q.Xe + \sigma.Q.X_w} = \frac{X.\tau}{(1-\sigma).Xe + \sigma.X_w}$$

#### Équation I-14

Dans l'hypothèse où les pertes de biomasses dans l'eau de sortie sont négligeables (i.e.  $X_e \approx 0$ ), l'Équation I-14 exprimant l'âge des boues se simplifie sous la forme (Équation

I-15): 
$$SRT = \frac{\tau}{\sigma} \cdot \frac{X}{X_w}$$

#### Équation I-15

Soit r<sub>x</sub> la vitesse de croissance de la biomasse. Le bilan en biomasse s'écrit :

$$\mathbf{f}_{\mathrm{X}}.\mathbf{V} = (\mu - \mathbf{b}).\mathbf{X}.\mathbf{V} = (1 - \sigma).\mathbf{Q}.\mathbf{X}\mathbf{e} + \sigma.\mathbf{Q}.\mathbf{X}_{\mathrm{w}} = \frac{\mathbf{X}.\mathbf{V}}{\mathrm{SRT}}$$

Soit, en utilisant l'Équation I-14 :  $r_{x.V} = \frac{X.V}{SRT}$ .

D'où l'expression suivante : 
$$\mu - b = \frac{1}{SRT}$$

Le bilan en substrat se traduit par : Q.So = Q.Se + TS.V, soit  $TS = \frac{Q.(So - Se)}{V}$ 

Comme Y.IS = 
$$\mu$$
.X, on en déduit que  $\mu = \frac{Y.IS}{X} = \frac{Y.Q.(S0 - Se)}{X}$ 

I

I vient alors 
$$\mu = \frac{Y.(S_0 - S_e)}{X.\tau} = \frac{Y.S_0.(\frac{S_0 - S_e}{S_0})}{X.\tau}$$

Soient les paramètres charge massique ( $C_m$ ) et rendement d'élimination du carbone ( $\rho$ ) définis par les relations :

•  $C_m = \frac{S_0}{X.\tau}$ : flux de DCO journalier appliqué ramené à la quantité de biomasse active

présente dans le bassin d'aération ;

•  $\rho = \frac{S_0 - S_e}{S_e}$ : quotient de la pollution carbonée éliminée ramenée à la pollution entrante.

Le taux de croissance de la biomasse s'exprime alors par l'Équation I-16.

$$\mu = Y.C_m.\rho$$

#### Équation I-16

L'âge de boues (SRT) s'exprime ainsi en fonction de la charge massique par l'Équation I-17 :

$$\frac{1}{SRT} = \mu - b = Y.C_{m.}\rho - b$$

Équation I-17

### I.1.2.2.1.2 Conditions d'équilibre

Bien que les relations précédentes aient été établies pour une culture alimentée par un substrat unique, elles sont généralisables à une culture mixte alimentée par un intrant constitué de plusieurs substrats (carboné et azoté). Les relations sont appliquées à chaque substrat en distinguant deux types de biomasse : hétérotrophe et autotrophe dont les concentrations respectives dans le réacteur sont notées  $X_{B,H}$  et  $X_{B,A}$  respectivement, et  $X_{W,A}$  et  $X_{W,H}$  dans la boue extraite.

En supposant qu'au sein du clarificateur, la décantabilité (rapport X/Xw) est la même pour les deux types de biomasse, on peut écrire  $\frac{X_{B,A}}{X_{w,A}} = \frac{X_{B,H}}{X_{w,H}}$ .

On obtient alors l'égalité : SRT<sub>H</sub> = SRT<sub>A</sub> c'est à dire :  $\mu_H$  -  $b_H$  =  $\mu_A$  -  $b_A$ .

Si on considère que les valeurs prises par les taux de décès de chacune des biomasses sont voisines, la condition d'équilibre permettant la nitrification s'écrit donc :  $\mu_{\rm H} = \mu_{\rm A}$ .

#### Équation I-18

Pour une température de 20°C et pour des conditions de substrat et d'oxygène nonlimitantes, les taux de croissance ( $\mu$ ) des deux biomasses sont très différents (Tableau I-1).

Types de bactéries	Temps de doublement	Taux de croissance
	t <sub>g</sub>	$\mu$ = In(2) / t <sub>g</sub>
Autotrophes		
Nitrosomonas	7 à 24 heures (Bock <i>et al</i> .,1986)	0.1 à 2 j <sup>-1</sup>
Nitrobacter	10 à 140 heures (Bock <i>et al.</i> ,1990)	
<u>Hétérotrophes</u>		
Pseudomonas	30 à 40 minutes	1 à 2 h⁻¹
Escherichia coli	20 minutes	
	(Pelmont, 1993)	

Tableau I-1 : Temps de doublement et taux de croissance à 20°C en conditions non-limitantes

En conditions idéales de croissance, la biomasse autotrophe se multiplie deux à cinquante fois plus lentement que la biomasse hétérotrophe. La cohabitation de ces deux types de biomasse n'est donc possible qu'à condition de privilégier le développement de la population autotrophe. C'est pourquoi le dimensionnement conventionnel des installations *boues activées* repose sur la maîtrise du développement de la biomasse hétérotrophe par limitation de la charge massique admise.

### I.1.2.2.2 Relations empiriques et choix pratique de dimensionnement

Les carbonates contenus dans les eaux usées urbaines leur confèrent un pouvoir tampon permettant généralement de réguler le pH des boues activées à une valeur favorable à la nitrification (supérieur à 7). Les besoins en oxygène nécessaires pour la nitrification étant par ailleurs bien connus, il est rare que l'élimination de l'azote soit limitée par un défaut en oxygène dissous. La principale limitation menaçant le maintien de la nitrification en boues activées consiste donc en l'abaissement de température en période hivernale.

### I.1.2.2.2.1 Relations empiriques

A partir de résultats acquis sur installations réelles, les concepteurs de stations d'épuration ont dégagé l'influence de la température sur la valeur du taux de croissance maximum des autotrophes (Équation I-19 aussi connue sous la dénomination de « Formule d'Elancourt »).

 $\mu_{A, maxi} = 0.13 * 1.09^{(T-15)}$  (exprimé en j<sup>-1</sup>) (Martin, 1979)

#### Équation I-19

Le taux de croissance réel de la biomasse autotrophe se déduit de sa valeur maximale par l'équation de Monod (Équation I-12). En supposant que la concentration en azote ammoniacal du bassin d'aération peut être approchée par la concentration moyenne en sortie d'installation, le temps de séjour minimum nécessaire au maintien de la nitrification s'exprime par l'Équation I-20.

$$SRT_{mini} = \frac{1}{\mu_{A} - b_{A}} = \frac{1}{\mu_{A, maxi} \cdot \frac{[N - NH4^{+}]_{s}}{[N - NH4^{+}]_{s} + 1.5} - b_{A}}$$

#### Équation I-20

En négligeant le taux de mortalité (b<sub>A</sub>) devant le taux de croissance réel des autotrophes (lorsque SRT<sub>mini</sub> n'est pas trop élevé notamment), l'Équation I-20 s'écrit (Équation I-21).

$$SRT = \frac{[N - NH_4^+]_s + 1.5}{[N - NH_4^+]_s} \cdot \frac{1}{0.13 * 1.09^{(T-15)}}$$
(Martin, 1979)

#### Équation I-21

On déduit des Équation I-20 et Équation I-21 qu'à température donnée, la concentration en azote ammoniacal en sortie d'installation est essentiellement déterminée par l'âge des boues.

Les résultats simulés sont tracés Figure I-7 pour des températures de 23 et 11°C. A 23°C, dès lors que l'âge des boues est supérieur à 7 jours, négliger le taux de décès des autotrophes surestime la concentration en azote ammoniacal en sortie d'au plus 0.5 mgN/L. Il paraît donc raisonnable de négliger son influence. A 11°C, dès lors que l'âge des boues est supérieur à 15 jours, négliger le taux de décès des autotrophes surestime la concentration en sortie d'au plus 3 mgN/L. S'il n'est pas raisonnable de négliger l'influence du taux de décès à 11°C, en revanche, cette approximation est sécuritaire.







Figure I-8 : Résultats issus d'essais effectués sur l'installation de Chantilly

Ces résultats montrent que l'application d'âges de boue les plus élevés possibles favorise la qualité et la fiabilité du traitement.

# I.1.2.2.2.2 Valeur de charge massique permettant le maintien de la nitrification

Les taux de croissance hétérotrophe et autotrophe sont déterminés en fonction de la charge massique à partir des Équation I-16 et Équation I-17. Les valeurs calculées à 10°C sont représentées sur la Figure I-9. La valeur maximale de charge massique applicable est obtenue pour la condition d'équilibre «  $\mu_{H} = \mu_{A}$  » (Équation I-18).





A 10°C, la valeur théorique permettant d'assurer une concentration en azote ammoniacal inférieure à 5 mgN-NH<sub>4</sub>/L est légèrement supérieure à 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kg.MVS.j)<sup>-1</sup>.

# I.1.2.3 Conclusion

Une analyse simplifiée en régime permanent montre qu'une nitrification poussée est possible à basse température. La condition intrinsèque est de maintenir un taux de croissance de la biomasse autotrophe au moins égal à celui de la biomasse hétérotrophe. L'étude théorique permet ainsi de fixer des valeurs optimales de charge massique en fonction de la température et du degré d'épuration souhaité.

Toutefois, les systèmes industriels sont généralement soumis à des conditions de fonctionnement très variables (modifications de la nature de l'effluent, variations du débit d'entrée) et nécessitent l'application de coefficients correctifs aux valeurs théoriques.

# I.1.3 Paramétrage industriel et limites

# *I.1.3.1 Mise en œuvre industrielle*

# I.1.3.1.1 Contraintes imposées par la température

### I.1.3.1.1.1 Durée du phénomène de basse température dans l'année

Dans certains pays, comme la Corée, le Canada, le Danemark, les périodes hivernales sont caractérisées par des températures très basses maintenues pendant des durées importantes (Tableau I-2).

Pays	Conditions de température					
	< 5°C					
Canada	(McCartney et Oleszkiewicz, 1990; Oleszkiewicz et Berquist, 1988)					
	< 10°C, 2 à 3 mois/an					
Corée	< 6°C, 1 à 2 mois/an					
	(Choi <i>et al.</i> , 1998)					
	≈ 5 à 10°C (cas extrême : 2°C)					
Danemark	Fréquence de l'événement (la Cour Jansen et al., 1992) :					
	<ul> <li>8.5°C pendant 2 jours (période de retour 1 an) ;</li> </ul>					
	<ul> <li>8.5°C pendant 10 jours (période de retour 5 ans).</li> </ul>					

Tableau I-2 : Exemples de conditions de température

Dans ces pays, où existe une réglementation sévère en matière de rejets azotés, maintenir un niveau de traitement de l'azote en période hivernale a constitué un enjeu pour les scientifiques. En France, la faisabilité de la nitrification biologique a été démontrée pour des températures comprises entre 4 et 8°C (Heduit, 1990). Il semble donc concevable de garantir un traitement poussé de l'azote pour des températures supérieures ou égales à 12°C.

# *I.1.3.1.1.2* Facteurs climatiques aggravants

La température de l'eau au sein des installations de traitement est essentiellement régie par la température de l'air ambiant. Toutefois, à conditions climatiques identiques, des différences thermiques sont souvent constatées entre installations. Elles s'expliquent par des déperditions énergétiques lors du transit de l'effluent brut dans le réseau de collecte et au sein même de l'installation (la Cour Jansen *et al.*, 1992). Les phénomènes suivants contribuent significativement aux variations de température :

- réchauffement par rayonnement solaire : 0.5 à 2.5°C ;
- refroidissement par évaporation due au vent : 0.5 à 2.5°C ;

- réchauffement par les réactions biologiques : 0.5 à 2°C ;
- abaissement de la température jusqu'à 5°C lors de l'évacuation de l'eau provenant de la fonte des neiges par le réseau d'assainissement (Funamizu et Takakuwa, 1994; Oleszkiewicz et Berquist, 1988).

En revanche, la transmission d'énergie mécanique et les précipitations (pluie, neige en surface) ont un impact peu significatif. Leur contribution au réchauffement ou au refroidissement de la boue activée est inférieure à 0.2°C.

Au Danemark, la mise en place de protection contre l'exposition au vent permet un dimensionnement des installations pour une température de 9°C au lieu de 7°C, ce qui permet un gain de réacteur biologique de 25 % (la Cour Jansen *et al.*, 1992).

### *I.1.3.1.1.3* Impact de la durée d'application des faibles températures

La durée d'application de conditions défavorables au maintien de la biomasse nitrifiante joue un rôle décisif sur son maintien au sein des systèmes de traitement car ces conditions compromettent son renouvellement. Si l'abaissement de température est de courte durée (un à deux jours), seule la vitesse de nitrification diminue sans aucun impact sur le maintien de la biomasse nitrifiante du fait du temps de séjour élevé de la biomasse (Harremoës *et al.*, 1998). Lorsque la réduction de température est maintenue pendant plusieurs jours, la biomasse est conservée à condition que l'âge de boue soit supérieur à l'âge de boue minimum. Si ce n'est pas le cas, la biomasse nitrifiante disparaît.

### I.1.3.1.2 Limite de charge massique applicable

Les valeurs de charges massiques que l'on rencontre dans la littérature sont exprimées dans des unités très différentes suivant les auteurs. On la trouve exprimée en kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> ou bien en kgDBO.(kgMES.j)<sup>-1</sup>. Cette hétérogénéité des unités rend difficile leur comparaison et ne permet en aucun cas d'en dégager une valeur limite précise en kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>.

Une nitrification poussée se maintien jusqu'à une température de 4°C à condition d'appliquer une charge massique inférieure à 0.05 g DCO/g MVS.j (McCartney et Oleszkiewicz, 1990). A 10°C, la nitrification est réalisable avec un rendement élevé lorsqu'un âge de boue supérieur à 10 jours est appliqué (calcul effectué sur la masse de boue contenue dans le bassin d'aération) (Choi *et al.*, 1998). Pour le garantir, la charge massique doit être limitée à 0.3 kg DCO.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> (McCartney et Oleszkiewicz, 1990) ou bien, exprimée différemment, à 0.07 kg DBO.(kg MES.j)<sup>-1</sup> (Burica *et al.*, 1996).

On pourra remarquer que la valeur guide de 0.10 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> utilisée pour un dimensionnement conventionnel en France (Tableau I-3) est très voisine des valeurs de charges proposées par McCartney (1990) et Burica (1996). On les retrouve approximativement en utilisant les valeurs classiques des ratios DCO/DBO  $\approx$  2.5 et MVS/MES  $\approx$  70 % pour les eaux usées domestiques.

La facilité de calcul et d'utilisation de la charge massique en ont fait le paramètre essentiel de dimensionnement des installations boues activées traitant l'azote. L'approche théorique et

les mesures expérimentales convergent vers une limitation de la charge massique en fonction de la température. On retiendra les valeurs du Tableau I-3.

C <sub>m</sub>	Température
kg DBO 5.(kg MVS.j) <sup>-1</sup>	°C
0.2	20
0.15	15
0.1	10

Tableau I-3 : Charges maximales à respecter (Martin, 1979)

Pour garantir des rendements élevés de traitement de l'azote même en hiver (à 10°C), les praticiens préconisent de **limiter la charge massique appliquée** aux installations de traitement par boues activées à **0.10 kg DBO**<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> correspondant à une valeur d'**âge de boue supérieure à 15 jours**.

### I.1.3.1.3 Système permettant de contourner ces contraintes

Pour conserver la biomasse nitrifiante, d'ingénieux systèmes permettant d'accroître le temps de séjour de la biomasse autotrophe ont été mis au point.

### I.1.3.1.3.1 Biomasse fixée sur support

L'introduction de supports au sein de la boue activée a donné naissance à des systèmes à biomasse partiellement fixée. Ceci ont fait l'objet de plusieurs investigations (Chudoba et Pannier, 1994; Hu *et al.*, 2001; Wartchow, 1990). Selon le taux de supports introduits, l'âge de boue peut être augmenté jusqu'à 30 %, la quantité de biomasse autotrophe jusqu'à 17 %, et la vitesse de nitrification jusqu'à 15 %. A performances identiques, cette technique requiert un volume de bassin d'aération un tiers inférieur à 10-15°C par rapport à une boue activée classique (Chudoba et Pannier, 1994). Un autre avantage réside dans la capacité de dénitrification mobilisable dans les couches profondes du biofilm même lorsque la boue activée est aérée.

# *I.1.3.1.3.2* Apport de biomasse nitrifiante

Certaines installations ont été équipées d'un système assurant un apport extérieur de biomasse autotrophe. Selon les concepteurs, cette source consiste à ensemencer régulièrement avec les boues provenant d'une autre installation traitant l'azote (Neethling *et al.*, 1998; Plaza *et al.*, 2001) ou bien à introduire de la biomasse autotrophe développée en bassin séparé, chauffé, et alimenté par les retours de fermenteurs très concentrés en azote (Kos, 1998; Kos *et al.*, 2000; Yuan *et al.*, 2000). Utilisée lorsque des évènements exceptionnels surviennent (surcharge, abaissement de température, passage de toxiques), cette technique permet d'augmenter le temps de séjour moyen de la biomasse autotrophe par rapport à celui des hétérotrophes (Rittmann, 1996).

# *I.1.3.1.3.3 Traitement en deux étages*

Réservée aux installations de capacité importante, une solution consiste à effectuer le traitement du carbone et de l'azote dans des bassins séparés. La zone réservée à l'abattement de l'azote reçoit un effluent pauvre en carbone ce qui est plus favorable à la croissance de la biomasse autotrophe (Haider *et al.*, 2000; Randall *et al.*, 1992). La compétition pour l'oxygène et pour les nutriments s'y trouve réduite. De plus, l'âge de boue y est plus important que sur les systèmes où le traitement du carbone et de l'azote sont effectués dans le même bassin. Les investigations conduites sur ce type de système ont mis en évidence un gain de rendement de nitrification important à basse température : +20 % à 10°C.

### I.1.3.1.3.4 Dénitrification simultanée par faible concentration en oxygène

Accroître la durée journalière d'aération favorise la nitrification. Cependant, pour conserver une élimination poussée des nitrates, la durée d'anoxie doit être suffisamment longue. Comme la somme des durées ne peut dépasser 24 heures, les conditions de mise en œuvre d'une dénitrification en présence d'oxygène ont été recherchées. Aujourd'hui, deux voies la mettent en œuvre :

- Dénitrification aérobie par des bactéries capables d'éliminer les nitrates en présence d'oxygène *(M. aerodenitrifcans)*. Leur implantation durable est difficile en station d'épuration car elles sont la cible d'une prédation importante (Bouchez, 2000; Patureau *et al.*, 1996) ;
- Dénitrification simultanée réalisée en diminuant la concentration en oxygène dissous à 0.5 mgO<sub>2</sub>/L. Cette limitation réduit la diffusion d'oxygène au sein des flocs et permet d'y ménager des zones anoxiques (Hanaki *et al.*, 1990; Wartchow, 1990). Ces conditions de carences en oxygène favorisent cependant le développement de micro-organismes filamenteux dont la présence est extrêmement défavorables à la gestion des installations boues activées.

# *I.1.3.2* Points faibles de la pratique de dimensionnement actuelle

Des incohérences sur les valeurs prises par la vitesse de nitrification révèle que la pratique de dimensionnement actuelle ne prend pas en compte les véritables paramètres régissant les performances de nitrification.

### I.1.3.2.1 Incohérence des cinétiques d'oxydation de l'azote

Mesurées en conditions stabilisées de fonctionnement, les vitesses maximales de nitrification relevées dans la bibliographie sont présentées dans le Tableau I-4. Même à température constante, les valeurs rencontrées sont très disparates.

Tableau I-4 : Vitesse de nitrification en fonction de la température, de la charge massique et du ratio DCO/NTK de l'eau brute

Température	Vitesse maximale de nitrification	Charge massique (C <sub>m</sub> )	DCO/NTK eau brute	Référence
°C	mg N <sub>nit</sub> .(g MVS.h) <sup>-1</sup>	kgDCO.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	-	
20	3.2	0.19	9.6	(Plottu, 1994)
10	1.5 à 1.7	0.19	9.6	
10	4.41	0.11	2	(McCartney et Oleszkiewicz, 1990)
6	2.05	0.11	2	
4	1.02	0.11	2	
10	1.6	-	-	(Christensen & Harremoes, 1978)
				dans (McCartney et Oleszkiewicz, 1990)
10	1.0 à 1.5	0.025 à 0.05	12	(Palis et Irvine, 1985)
7	2.3	0.14	4	(Oleszkiewicz et Berquist, 1988)
5	1.25	0.16	4	
2	0.33	0.17	4	

Nous constatons qu'une valeur unique ne peut être dégagée à partir de la seule connaissance de la température. McCartney (1990) s'étonne notamment d'avoir mesuré des valeurs de vitesses trois fois supérieures à celles rapportées par Palis (1985). Or, les conditions de charges azotées ne sont pas identiques et un écart de même amplitude se retrouve aussi sur les mesures de Plottu (1994). Ce constat confirme ainsi l'hypothèse émise

par Oleszkiewicz (1988) et Burica (1996) concernant l'impact de la richesse de l'effluent en azote (ratio C/N) sur la valeur de la vitesse de nitrification.

### I.1.3.2.2 Rôle de la charge azotée et du ratio C/N de l'intrant

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

Des recherches effectuées dans les années 80 sur des effluents industriels riches en azote ont mis en évidence que, lors de l'augmentation de la charge azotée, l'azote ne ressortait pas non traité, mais qu'au contraire, la concentration en nitrates augmentait en sortie d'installation (Al-Sa'ed, 1988).

Key	Type of event	Concentration	Start of event	Duration
ASL 1	NH₄-N	110 mg/L	day 30	3 days
ASL 2	NH4-N	320 mg/L	day 33	1 day
ASL 3	NH4-N	240 mg/L	day 46	6 days
ASL 4	NH4-N	300 mg/L	day 53	4 days
ASL 5	NH4-N	390 mg/L	day 64	11 days
SSL	Sulfide	35 mg/L	day 53	5 days



Caractéristiques des surcharges appliquées

Concentrations en nitrates et nitrites en sortie

Figure I-10 : Impact des surcharges azotées sur les performances de traitement de l'azote (Al-Sa'ed, 1988)

L'augmentation de charge azotée induit une augmentation de la proportion de biomasse autotrophe présente dans les boues (Argaman, 1981) ainsi qu'une augmentation de la vitesse de nitrification (Hall et Murphy, 1985). Thiem (1988) a mesuré un impact direct du rapport DBO<sub>5</sub>/N de l'intrant sur la valeur de la concentration en biomasse autotrophe au sein des boues : plus il est faible plus les boues sont riches en biomasse autotrophe (Figure I-11).



Figure I-11 : Relation entre le ratio DBO/N-NH<sub>4</sub> et la fraction d'autotrophes dans les boues (Fn) (Thiem et Alkhatib, 1988)

Les conditions favorables à la nitrification (température, charge en azote et âge de boue élevés) dans lesquelles ces résultats ont été acquis limitent leur extrapolation au cas des eaux urbaines. Des résultats récents (FNDAE *et al.*, 2002) obtenus pour des installations boues activées fonctionnant en aération prolongée (âges de boue d'une vingtaine de jours) démontrent que la vitesse de nitrification moyenne dépend linéairement de la charge volumique en azote reçue (Figure I-12).



Figure I-12 : Relation entre le la charge volumique en azote et la vitesse de nitrification moyenne (FNDAE *et al.*, 2002)

Le dimensionnement des installations boues activées pour la nitrification est aujourd'hui essentiellement effectué à partir de la charge massique (Burica *et al.*, 1996; Choi *et al.*, 1998; McCartney et Oleszkiewicz, 1990). Or, à charge donnée, il a été démontré que le

dimensionnement des installations était perfectible en tenant compte de la charge volumique en azote (Al-Sa'ed, 1988; Argaman, 1981; FNDAE *et al.*, 2002; Hall et Murphy, 1985; Thiem et Alkhatib, 1988).

### I.1.3.2.3 Rôle du ratio DBO<sub>5</sub>/MES de l'intrant

A un âge de boue de 10 jours correspond par exemple une charge massique de  $C_m = 0.11 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS.j})^{-1}$  pour un rapport DBO<sub>5</sub>/MES de 1.0 alors que pour un rapport DBO<sub>5</sub>/MES de 2.5 correspond une charge massique  $C_m = 0.15 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS.j})^{-1}$  (Martin, 1979). Le ratio DBO<sub>5</sub>/MES de l'intrant influence donc la valeur de charge massique maximale applicable en modifiant la production de boue (notée PB). Les valeurs mesurées sur des installations éliminant l'azote dépendent effectivement de la présence de prétraitement à l'amont des réacteurs biologiques : PB = 0.65 (0.5 à 0.75) gMES/gDBO<sub>5</sub> appliquée sur installations sans pré-traitements et PB = 0.85 (0.7 à 1.0) gMES/gDBO<sub>5</sub> appliquée sur installations de boue donné, la charge massique maximale applicable dépend du ratio DBO<sub>5</sub>/MES de l'intrant dont une valeur moyenne de 1.0 est généralement retenue pour les eaux usées urbaines.

### I.1.3.2.4 Rôle du débit appliqué

La conception de la plupart des installations de traitement intègre un coefficient de sécurité sur le débit appliqué. Si le dimensionnement est effectué sur le débit moyen mensuel, un coefficient de sécurité supérieur ou égal à 2 est utilisé ; s'il est effectué sur le débit maximal mensuel, un coefficient de sécurité de 1.5 est appliqué (Eckenfelder et Grau, 1992).

L'utilisation de tels facteurs de sécurité conduit à la réduction des concentrations en azote ammoniacal en sortie d'installation car les temps de résidence et les dilutions de l'effluent brut sont plus élevés (Figure I-13).



Figure I-13 : Impact des facteurs de sécurité sur le rejet (Martin, 1979)

# I.1.3.2.5 Conclusion – Discussion

La littérature fait donc apparaître une connaissance approfondie des processus biologiques et des paramètres qui les régissent en boues activées. En revanche, même pour étudier le procédé en régime permanent, l'interdépendance des phénomènes en jeu a nécessité des simplifications et l'utilisation de lois empiriques. L'obligation d'éliminer l'azote des eaux usées urbaines avec un rendement élevé aux faibles températures et pour des conditions dynamiques de fonctionnement, est respectée grâce à l'utilisation de facteurs de sécurité (Brands *et al.*, 1994), par exemple sur l'âge de boue.

La valeur d'âge de boue minimum (SRT<sub>mini</sub>) préconisée par l'Agence de Protection de l'Environnement Américaine (Équation I-22) conduit à des valeurs (présentées dans le Tableau I-5) inférieures de 30 à 50 % à celles calculées par la « formule d'Elancourt » (Équation I-21).

SRTmini =  $5.56 * \exp[0.116 * (B - T)]$ , avec T exprimée en °C (Eckenfelder et Grau, 1992)

#### Équation I-22

Tableau I-5 : Valeurs d'âges de boue minimum à différentes températures

Température T (°C)	10	15	20
Age minimum des boues <i>(j)</i>	16	10	7
Formule d'Elancourt			
Age minimum des boues (j)	10	6	3
Formule U.S. EPA			

Mais, l'âge de boue minimum obtenu par la formule américaine est couramment multiplié par un facteur de sécurité compris entre 1.5 et 2.5 (EPA., 1992). Les valeurs obtenues sont donc finalement les mêmes.

Il en découle un dimensionnement excessif des équipements (bassin, terrain, pompe, système d'aération) entraînant (Bendzuck, 1996) :

- des coûts de construction supérieurs à ceux qui seraient rigoureusement nécessaires.
   En zone urbaine, ce surdimensionnement devient extrêmement coûteux pour les installations situées car les contraintes topographiques sont fortes ;
- une mauvaise exploitation de la capacité de traitement biologique disponible. Le surdimensionnement provoque une diminution des vitesses de nitrification. Une approche sommaire à partir de l'équation de Monod, en prenant  $K_{NH} = 1 \text{ mg/L}$  et [N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>]<sub>s</sub>  $\approx 5 \text{ mgN/L}$ , montre que l'application d'un facteur de sécurité de 1.5 à 2.5 réduit la vitesse de nitrification de 10 à 20 %.

Elaborée pour des conditions de fonctionnement stabilisées, la pratique de dimensionnement conventionnelle permet de respecter les normes de rejets sur l'azote en régime dynamique

#### I.1 - Nitrification en boues activées – Paramètres clés

grâce à des coefficients de sécurité souvent importants. Trop simplifiée, elle ne prend toutefois pas vraiment en compte les paramètres régissant les performances de nitrification. La modélisation permet de dépasser ces contraintes de résolution et tient compte des processus qui se déroulent en lien avec la nitrification : compétition entre les réactions et limitation par le substrat et l'oxygène.

# **I.2 MODELE DYNAMIQUE ASM – ORIGINALITES ET CONTRAINTES**

Le modèle *Activated Sludge Model* (ASM) est un modèle semi-déterministe dont les équations expriment le déroulement des transformations chimiques et biologiques qui se déroulent au sein des systèmes de traitement (Carstensen *et al.*, 1997). Il met en œuvre le déroulement des réactions avec des simplifications moindres que celles nécessaires au régime permanent et prévoit les répercussions de conditions de fonctionnement dynamiques données en sortie d'installation (Daigger et Grady, 1995).

# I.2.1 Originalités

Issues d'un consensus scientifique, les équations du modèle ASM sont apparues à la fin des années 80. Associant simplicité de description des phénomènes biologiques et représentation conforme de la réalité, elles expriment les vitesses de dégradation des substrats carbonés et azotés en fonction de l'état de pollution (variables) et de caractéristiques des biomasses assurant le traitement (paramètres).

# *I.2.1.1 Evolution dynamique des variables*

Depuis une quinzaine d'années, l'utilisation du modèle ASM est fréquente dans le domaine du traitement des eaux usées. Sa capacité à prendre en compte les interactions entre les différentes réactions biologiques a été mise en œuvre au travers de scénarios numériques en régime permanent ou dynamique. Quelques exemples sont donnés ci-dessous :

#### En régime permanent

- aide au dimensionnement des installations de traitement (Brands *et al.*, 1994; Ladiges *et al.*, 1999; Larrea *et al.*, 2001) ;
- prédictions des performances de traitement en conditions de fonctionnement moyennes (Furumai *et al.*, 1999; Larrea *et al.*, 2001; Lesouef, 1990) ;

### En régime dynamique

- démarrage des installations ;
- prédictions des performances de traitement en conditions de fonctionnement dynamiques (Brdjanovic *et al.*, 2000; Carucci *et al.*, 1999; Stricker, 2000) ;
- aide à la gestion (Funamizu et Takakuwa, 1994) ;
- aide au contrôle des installations en temps réel (Lukasse *et al.*, 1999; Suescun *et al.*, 2001).

Le système d'équations caractérisant les phénomènes de croissance, de décès, d'hydrolyse et d'ammonification est constitué d'équations différentielles du premier ordre par rapport au temps. Résolues à différents instants, ces équations permettent d'étudier les phénomènes en <u>régime dynamique</u>.

# *I.2.1.2 Caractérisation de l'état de pollution*

Les bactéries dégradent des molécules avec une plus ou moins grande facilité selon leur taille et leur nature (Smith et Dudley, 1998). Pour être conforme à la réalité, le modèle met en œuvre, au delà des paramètres globaux classiques (DCO, DBO<sub>5</sub>, NTK, MES), une description plus détaillée des pollutions carbonées et azotées permettant de distinguer des vitesses de dégradation (Daigger et Grady, 1995).

### I.2.1.2.1 Variables du milieu réactionnel

La matière organique est fractionnée en différentes fractions dont les définitions se distinguent selon leur rôle dans la croissance de la biomasse. Elles interviennent dans le modèle sous forme de variables et caractérisent l'état de pollution de l'effluent brut, de la boue des bassins et de l'effluent traité.

On distingue la pollution dégradable, contribuant à la croissance de la biomasse, et la pollution réfractaire au traitement. Chacune d'elles comporte deux compartiments composés d'une partie soluble, rapidement dégradable, et d'une partie particulaire, nécessitant d'être hydrolysée avant que les bactéries y accèdent. La biomasse est représentée sous trois formes organiques (DCO) : biomasses vivantes (hétérotrophe et autotrophe) et inerte (issue de la mortalité de la biomasse vivante). Pour l'ensemble, on distingue finalement sept fractions : **Xi** (particulaire inerte), **Xs** (lentement dégradable), **Si** (soluble inerte), **Ss** (rapidement dégradable), **Xbh** (biomasse hétérotrophe), **Xba** (biomasse autorotrophe), **Xp** (biomasse inerte) dont la hiérarchie est présentée dans l'*Annexe I*.

Pour l'azote, le fractionnement consiste à déterminer les fractions minérales (**Snh** : azote ammoniacal et **Sno** : nitrates), hydrolysables (soluble : **Snd** et particulaire : **Xnd**) et réfractaires au traitement (soluble : **Sni** et particulaire : **Xni**).

### I.2.1.2.2 Vitesses d'oxydation des substrats

Les concentrations en sortie d'installation sont déterminées à partir des vitesses d'oxydation des substrats. Leurs valeurs sont calculées en fonction des conditions présentes dans le bassin d'aération (concentrations en biomasse, concentrations en substrat et en oxygène).

# I.2.1.2.2.1 Paramètres

Les paramètres du modèle sont des coefficients caractéristiques des biomasses intervenant dans les expressions des vitesses de croissance et d'oxydation. On distingue :

- les paramètres stœchiométriques : rendements cellulaires, proportion de substrat intégré dans la biomasse
- les paramètres cinétiques sensibles à la température : taux de croissance, taux de décès, constantes de demi-saturation.

Pour les eaux usées d'origine domestique, les valeurs sont assez bien connues (Argaman, 1994; Gujer et Henze, 1991). Dès 1986, l'IAWQ a proposé deux jeux de paramètres à 20°C et à 10°C (*Annexe I*). La plupart des utilisateurs du modèle ASM les utilisent comme des valeurs de base. Une modification de certains des coefficients est souvent pratiquée pour permettre l'adaptation de telle ou telle spécificité de développement (croissance, décès) ou d'utilisation des substrats (constantes de demi-saturation) au cas étudié.

### *I.2.1.2.2.2 Cinétiques des processus de croissance*

Les équations tirées de la matrice présentée en *annexe l* fournissent les vitesses d'oxydation des substrats. Celles-ci sont décrites par des fonctions continues en restant à un niveau de description macroscopique. Bien que seulement mise en évidence pour des cultures pures nourries avec un seul substrat (Smith et Dudley, 1998), la fonction de compensation (équation de Monod) a été généralisée aux boues activées et est utilisée par extension pour l'oxygène (Henze *et al.*, 1986). Si les résultats fournis sont conformes à la réalité, Gujer (1991) souligne que son utilisation nécessiterait cependant d'utiliser des taux de croissance supérieurs à la réalité. Pour y remédier, une modélisation du métabolisme au sein des bactéries serait nécessaire mais est lourde à mettre en œuvre (Daigger et Grady, 1995; Smith et Dudley, 1998).

# I.2.2 Contraintes d'utilisation

Le modèle ASM est un outil numérique dynamique dont l'utilisation nécessite une description très détaillée du déroulement des phénomènes physiques et des propriétés biologiques.

# *I.2.2.1 Description des réacteurs de l'installation simulée*

Le bassin d'aération est assimilé à un bassin parfaitement agité. Les réactions biologiques de transformation de l'azote suivent les équations du modèle ASM1 présentées en *Annexe I*.

Un modèle de décantation et d'épaississement de la boue, en fonction du régime hydraulique appliqué, est primordial pour reproduire la gestion de la boue dans l'installation à modéliser. On utilise généralement un modèle unidimensionnel distinguant différentes vitesses de décantation. Il permet de calculer la hauteur du voile de boue, les concentrations en MES en sortie d'installation, en fond de décanteur et dans les bassins de traitement biologique. Les bons résultats fournis par ce modèle ne justifient pas l'utilisation d'un modèle plus complexe, en deux, voire trois dimensions (Watson *et al.*, 1994).

Une description rigoureuse des caractéristiques physiques de l'installation à modéliser et de ses conditions de fonctionnement est nécessaire (Kristensen *et al.*, 1998; Potter *et al.*, 1998) :

- Caractéristiques physiques : géométrie des ouvrages, type d'agitation, modèle de décantation, débit des pompes ;
- Caractéristiques de fonctionnement : temps de fonctionnement de l'alimentation, du recyclage, de l'extraction des boues et de l'aération.

Pour des prévisions en régime transitoire (perturbation d'une durée inférieure à la journée), il est nécessaire d'utiliser une description détaillée du déroulement des phénomènes dans l'espace (dans chaque bassin) et dans le temps (à faible intervalle de temps).

# *I.2.2.2 Détermination des caractéristiques nécessaires au modèle (variables et paramètres)*

Pour fonctionner, il est nécessaire d'indiquer au modèle les valeurs initiales des variables du milieu réactionnel et les valeurs des variables d'entrée (effluent à traiter).

# I.2.2.2.1 Variables d'entrée

Dans la mesure où certains des paramètres caractérisant les processus biologiques sont déduits par ajustement des concentrations simulées sur de concentrations mesurées, il est important de connaître les fractions carbonées et azotées de l'effluent brut avec précision (Kristensen *et al.*, 1998).

# I.2.2.2.1.1 Méthodes de mesures

Hormis la fraction inerte soluble (Si) déterminée par mesure de la DCO filtrée sur de la boue soumise à une aération pendant plusieurs jours (à condition que la DBO<sub>5</sub> finale soit très faible) (Lesouef *et al.*, 1992), les autres fractions (Ss, Xs, Xi) sont mesurées par des techniques complexes car aucune analyse chimique simple ne permet d'y accéder (Gujer et Henze, 1991; Kristensen *et al.*, 1998). On distingue la méthode directe (consistant en une série de mesures de DCO effectuées au cours d'un test de dégradation) et la méthode indirecte (consistant en des mesures de consommation en oxygène dissous). Les fractions azotées sont généralement déduites à partir du fractionnement de la DCO (*Annexe I*).

### Test de dégradation en réacteur

Un échantillon d'effluent brut est soumis à une aération continue au sein d'un réacteur. La matière organique est transformée en  $CO_2$ , en biomasse et en matière organique inerte (Lesouef *et al.*, 1992; Stricker, 2000). Les fractions de DCO de l'intrant sont calculées à partir des  $DCO_{totale}$  et  $DCO_{filtrée}$  mesurées au début et en fin de test. La dissociation des fractions soluble et particulaire est obtenue moyennant une hypothèse entre biodégradabilité et taille des particules. Une filtration à 0.45 µm permet une séparation acceptable entre ces fractions (Stricker, 2000).

La technique de dégradation de la DCO n'exige pas un matériel expérimental complexe. Cependant, le délai de l'expérimentation (de l'ordre d'une vingtaine de jours) et le nombre d'analyses chimiques nécessaires sont importants.

#### Tests respirométriques

La demande en oxygène est mesurée à des intervalles très courts sur un mélange proportionné d'eau usée et de boue pendant une durée de plusieurs heures (Henze *et al.*, 1986; Lesouef *et al.*, 1992; Spérandio *et al.*, 2001). La comparaison des mesures obtenues permet de déduire le fractionnement de la matière organique carbonée.

Cette technique nécessite un équipement automatisé pour contrôler et réguler les conditions expérimentales (Brdjanovic *et al.*, 2000). Elle a l'avantage d'être rapide (quelques heures) et de ne nécessiter que peu d'analyses chimiques.

# I.2.2.2.1.2 Valeurs les plus fréquentes

Les fractions en DCO et en azote généralement obtenues sont comprises dans des gammes de valeurs assez larges (Tableau I-6).

Nom de la Fraction	Proportion mini et maxi de la DCO totale	Nom de la Fraction	Proportion mini et maxi de l'azote total
Si	8 à 11 %	Snd	14 à 17 %
Ss	24 à 32 %	Xnd	20 à 27 %
Xi	11 à 20 %	Snh	52 à 60 %
Xs	43 à 49 %	Sno	≈ 0
		Sni	4 à 5 %

Tableau I-6 : Exemple de résultats de fractionnement d'effluent brut (Henze et al., 1986)

Gujer (1991) justifie l'amplitude de ces intervalles par une variabilité géographique. Mais, au sein d'un même réseau de collecte, des variations peuvent aussi être constatées. Dans le cas d'un réseau unitaire, la nature de la pollution varie avec les précipitations. La DCO non biodégradable (Si + Xi) augmente de 10 à 20 % au passage d'un événement de temps sec à un début de temps de pluie (Stricker, 2000). En moyenne journalière, en revanche, le fractionnement resterait inchangé. Sur les réseaux séparatifs, la répartition serait plus stable.

# I.2.2.2.2 Milieu réactionnel

L'étude théorique précédente (I.1.2.2) met en évidence la nécessité de maîtriser les paramètres cinétiques de la biomasse autotrophe pour prévoir les vitesses d'oxydation en boues activées. Des techniques spécifiques de détermination de la vitesse maximale de nitrification, de la concentration en biomasse autotrophe et des paramètres de la biomasse autotrophe sont présentées de façon synthétique dans les paragraphes ci-dessous et de façon plus détaillée en *Annexe II*.

# I.2.2.2.2.1 Vitesse d'oxydation de l'azote

La réaction de nitrification se déroule selon l'équation bilan Équation I-6 rappelée cidessous :

 $NH_4^+ + 1.86 O_2 + 1.98 HCO_3^- \longrightarrow 0.020 C_5H_7NO_2 + 0.98 NO_3^- + 1.88 H_2CO_3 + 1.04 H_2O_3^-$ 

La vitesse de cette réaction peut être déterminée soit par méthode directe (suivi simple des concentrations des formes azotées), soit par mesure indirecte (demande en oxygène dissous, consommation en carbonates ou bien production de protons).

#### Mesures directes

Une technique de mesure simple de la vitesse de nitrification consiste à déterminer l'évolution des concentrations des formes azotées minérales en fonction du temps. Dans une enceinte thermostatée, de la boue fraîchement prélevée dans le bassin d'aération est placée en conditions non limitantes de substrat azoté et d'oxygène dissous. Les concentrations en ammoniaque et en nitrates sont mesurées à intervalles réguliers pendant une durée de 1 à 3 heures. Les pentes d'évolution des concentrations en fonction du temps permettent de calculer la vitesse de nitrification (Harremoës et Sinkjear, 1995).

L'activité nitrifiante peut aussi être obtenue en utilisant un traçage radioactif à l'azote 15. La méthode consiste à mesurer les formes de  ${}^{15}NO_2^-$  et de  ${}^{15}NO_3^-$  produites par nitrification lorsque le milieu étudié est enrichi en  ${}^{15}NH_4^+$  (Brion et Billen, 1998). Cette méthode est cependant lourde à mettre en œuvre et est réservée à l'étude des milieux peu homogènes comme c'est souvent le cas en milieu naturel.

#### Mesures indirectes

• Indicateur de métabolisme contenu dans les cellules

Le rôle clef joué par l'Adénosine Tri-Phosphates (ou ATP) dans le métabolisme de toute cellule vivante a fait l'objet de protocoles expérimentaux permettant de déterminer les concentrations bactériennes. Toutefois, cette méthode n'est pas utilisée en boues activées car la valeur du ratio « Biomasse / ATP » n'est pas constante (Pelmont, 1993) et est fonction d'un grand nombre de facteurs caractéristiques de chaque biomasse (taux de croissance, énergie consacrée à la maintenance, composition du milieu, nature de la source de carbone, ...).

• Oxygène dissous

En mesurant la concentration en oxygène dissous en continu en fonction du temps, la demande en oxygène des bactéries peut être évaluée ce qui permet de déterminer les vitesses de dégradation du carbone et de l'azote (Spanjers *et al.*, 1994; Spanjers *et al.*, 1996). Pour accéder à la vitesse de nitrification, de la boue est placée dans une enceinte thermostatée en conditions excédentaires de substrat azoté. Deux inhibiteurs de chacune des étapes de la nitrification sont injectés successivement (Brion et Billen, 1998; Ficara et Rozzi, 2001; Nowak, 1994; Surmacz-Gorska *et al.*, 1995) : Chlorates de sodium (Na<sup>+</sup>, ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>) pour inhiber la nitratation (effets inhibiteurs dès 20 mmol/L) et Allylthiourée (ATU) pour inhiber la nitritation (effets inhibiteurs dès 5 mg/L).

• Carbonates marqués au carbone radioactif

La vitesse de nitrification peut être déterminée en quantifiant la vitesse d'incorporation de bicarbonate radioactif (H<sup>14</sup>CO<sub>3</sub><sup>-</sup>) (Brion et Billen, 1998) dans les bactéries synthétisées pendant la nitrification. Le taux d'incorporation de <sup>14</sup>C dans la biomasse autotrophe est proportionnel au taux d'oxydation de l'azote par nitrification, ce qui permet d'en déduire la vitesse de la réaction. Cette méthode est plutôt réservée à l'étude de la nitrification en milieu naturel.

### • Production de protons

Le déroulement de la nitrification produit une acidification de la boue activée : la nitrification d'un ion ammonium s'accompagne d'une production de deux protons. Maintenir le pH à une valeur constante par ajout de soude permet indirectement de quantifier la vitesse de la réaction de nitrification (Gernaey *et al.*, 1998; Gernaey *et al.*, 1999; Massone *et al.*, 1998).

Dans une enceinte thermostatée, de la boue fraîchement prélevée est placée en aération continue et son pH est ajusté à une valeur de consigne. De petites quantités d'azote ammoniacal sont ensuite ajoutées qui, lorsqu'elles sont nitrifiées, acidifient le milieu. L'apport de soude nécessaire pour maintenir le pH constant permet de calculer la vitesse de nitrification.

### *I.2.2.2.2.2* Concentration en biomasse

### Mesures directes

Dans le domaine de l'écologie microbienne, de nombreux travaux de recherche ont été consacrés à la mise au point de méthodes simples et précises permettant de compter les bactéries actives (Jensen *et al.*, 1988). Deux grands types de méthodes de comptage existent :

- Les techniques de culture consistent à introduire et cultiver les bactéries dans des milieux spécifiques de croissance. Elles sont connues sous le nom de technique du nombre le plus probable (MPN) et de croissance sur milieu riche en carbonate de calcium. Ces méthodes sous-estiment considérablement le nombre de bactéries à croissance lente (détection de moins de 5 % de la quantité totale (Belser et Mays, 1982)) car le milieu de culture est souvent trop sélectif, voire inhibiteur (Feray *et al.*, 1999) ;
- Plus rapides et plus précises que les techniques précédentes, les techniques utilisant des propriétés de biologie moléculaire permettent de dénombrer les bactéries. On distingue l'immunofluorescence (coloration des bactéries par des anticorps fluorescents spécifiques) et la détection de séquences d'ADN du gène contenu dans l'un des enzymes intervenant dans l'activité de nitrification. La technique d'immunofluorescence est rapide mais restrictive aux sérotypes de bactéries connus (Feray *et al.*, 1999). Les travaux d'évaluation de cette technique montrent que l'on comptabilise moins de bactéries que par les techniques de mise en culture (Montuelle *et al.*, 1996).

En milieu naturel, le dénombrement des organismes nitrifiants par ces méthodes n'est donc pas satisfaisant (Brion et Billen, 1998). L'utilisation de telles techniques en boues activées est problématique d'autant que les protocoles s'appuient sur des conditions de culture très différentes de celles rencontrées en boues activées (Jensen *et al.*, 1988).

#### Mesures indirectes

La quantité de biomasse autotrophe contenue dans les boues d'une installation de traitement est accessible en analysant ses conditions moyennes de fonctionnement. Elles est déterminée à partir de bilans entrée/sortie sur l'azote et sur les boues extraites, ainsi qu'avec des mesures classique (concentrations et débits) (Nowak, 1994; Nowak *et al.*, 1999a).

### *I.2.2.2.2.3 Paramètres cinétiques*

Spécifiques à chacune des biomasses, les paramètres cinétiques peuvent être déterminés soit par mesure directe, soit par mesure indirecte.

#### Mesure directe

La méthode directe consiste en une détermination expérimentale des paramètres en réacteur fermé. Cette méthode offre à la biomasse des conditions de développement différentes de celles présentes dans les installations de traitement (Henze *et al.*, 1986; Spanjers et Vanrolleghem, 1995). Pour limiter les incertitudes liées à l'absence de sélection des micro-organismes qu'apporte la méthode (Carucci *et al.*, 1999), il est préférable de mesurer les paramètres dans des conditions de charges et d'âges de boues comparables à celles rencontrées sur les installations. Cette façon de procéder sera donc réservée aux cas où les conditions de fonctionnement de l'installation à modéliser diffèrent de façon importante de celles pour lesquelles le jeu par défaut a été établi (Brands *et al.*, 1994).

#### Mesure indirecte

La méthode indirecte, aussi appelée « calage », consiste à déterminer certains des paramètres par confrontation de concentrations simulées avec des valeurs mesurées. L'opération consiste à adopter un jeu de paramètres par défaut en première approche, puis à identifier les paramètres à modifier pour améliorer la fiabilité des prévisions numériques (Cinar *et al.*, 1998). Les valeurs des paramètres sont modifiées par ajustement des concentrations calculées avec les concentrations mesurées soit en sortie d'installation (Brdjanovic *et al.*, 2000; Carucci *et al.*, 1999; Cinar *et al.*, 1998; Furumai *et al.*, 1999), soit au sein du réacteur biologique (Kristensen *et al.*, 1998; Stricker, 2000). Dans les deux cas, seul un ajustement visuel permet de guider la modification des paramètres et aboutir à un jeu unique dont les valeurs ont un sens physique. L'optimisation mathématique permet plus difficilement d'aboutir à un jeu unique ayant une cohérence physique (Cinar *et al.*, 1998).

Les données en sortie étant faciles à acquérir, le calage est souvent effectué avec un nombre important de mesures. Cependant, l'amortissement qui a lieu en sortie rend le calage sur les concentrations de sortie peu sensible à la modification des paramètres. Lorsqu'il est effectué à partir des concentrations mesurées dans le bassin d'aération, il est plus facile d'ajuster les coefficients caractérisant les processus biologiques. L'acquisition de ces données est cependant plus lourde à mettre en œuvre car elle nécessite une séparation rapide de la boue de l'eau intersticielle par filtration et un pas de temps de prélèvements très

courts (5 à 20 minutes) en raison de l'alternance de l'aération et des variations du débit d'entrée.

Le modèle ASM permet de prendre en compte l'ensemble des réactions de transformation de l'azote. Il constitue un outil solide permettant d'étudier le fonctionnement des procédés de traitement dans toute leur complexité. La fiabilité de ses prédictions (qui n'est plus a démontrée) dépend cependant de mesures détaillées spécifiques et d'une utilisation rigoureuse

# I.3 CONCLUSIONS ET OBJECTIFS

La faible vitesse de croissance des bactéries nitrifiantes nécessite des règles de dimensionnement adaptées pour autoriser leur maintien au sein des réacteurs. La pratique de dimensionnement actuelle repose cependant sur une mauvaise prise en compte des paramètres régissant la nitrification en boues activées. Pour s'en affranchir, des facteurs de sécurité seraient de ce fait couramment utilisés lors de la conception des installations afin de réaliser une élimination poussée de l'azote même en conditions hivernales (pour une température minimale du mélange eau-boue de 12°C).

Depuis dix ans, l'expérience acquise au Cemagref préconise d'appliquer une charge massique inférieure à 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> sans surdimensionner les ouvrages. Les charges massiques réellement appliquées sont généralement très inférieures. Or, une telle sécurité conduit à la construction d'ouvrages de taille plus importante que nécessaire et peut devenir un handicap pour le maintien de la qualité des eaux traitées. Pour aboutir à une fiabilité raisonnée du dimensionnement des installations tout en permettant un traitement de l'azote en période hivernale, l'ensemble des paramètres et des réactions agissant sur les concentrations en azote doivent être considérées. La modélisation est pour cela un outil adéquat mais qui nécessite d'être adapté, évalué et utilisé avec rigueur.

Pour mieux comprendre et optimiser l'élimination de l'azote par le procédé, nous avons mis en œuvre une double démarche expérimentale et numérique :

- Les conditions de nitrification ont, dans un premier temps, été recherchées par voie expérimentale en conditions contrôlées maintenues pendant des périodes de fonctionnement de longue durée ;
- L'acquisition de ces résultats très détaillés a, dans un second temps, permis d'adapter et d'évaluer l'outil de simulations dynamique ASM : compréhension de l'interdépendance des paramètres et conditions limites de fonctionnement ont alors été recherchées par voie numérique.

# **II MATERIELS ET METHODES**

# **II.1 APPAREILLAGES PILOTES SPECIFIQUES**

Une installation expérimentale placée dans des conditions de fonctionnement contrôlées a fait l'objet de suivi des performances de traitement de l'azote soit par mesure directe sur l'installation, soit par mesures complémentaires en réacteur séparé.

# II.1.1 Réacteur ouvert boues activées

L'ensemble des expérimentations a été réalisé sur une station d'épuration à boues activées à échelle réduite munie d'équipements de même nature que ceux installés sur les installations vraie grandeur : système d'aération, décanteur raclé, agitateur de bassin, recirculation des boues (Figure II-1).



Figure II-1 : Schéma du dispositif expérimental

Cette installation « pilote » est placée dans une pièce à température régulée. Elle est constituée de deux bassins en plexiglas fixés sur une armature métallique mobile :

- Le bassin d'aération de forme parallélépipédique a un volume de 115 litres. Il est agité en continu, aéré par cycles et alimenté à la fois par l'effluent brut et par les boues recirculées provenant du pied du décanteur ;
- Le décanteur cylindrique à fond conique (demi angle au sommet de 40°) possède une surface de 1020 cm<sup>2</sup> et un volume de 45 litres. Les parois du cône sont raclées et une herse facilite l'épaississement des boues.

Une horloge digitale commande le fonctionnement des pompes d'alimentation, de recirculation ainsi que celui de l'aération. Placés dans le bassin d'aération, des capteurs enregistrent l'évolution des paramètres du milieu réactionnel (*Annexe III*).

Lors de la phase de démarrage, l'installation expérimentale a été ensemencée avec de la boue prélevée sur une station d'épuration dimensionnée pour le traitement biologique de l'azote.

# *II.1.1.1 Equipements de l'installation*

# II.1.1.1.1 Alimentation

L'effluent brut est injecté dans le bassin d'aération à l'aide d'un tube plongeant en dessous de la surface de la boue activée pour améliorer le mélange. L'alimentation suit un hydrogramme journalier dont les variations de débits reproduisent celles que l'on peut mesurer en entrée des petites stations de traitement : faibles débits d'alimentation la nuit et pointes marquées en début et en fin de journée (Figure II-2).

Le débit instantané de la pompe d'alimentation étant constant, les variations de volumes horaires admis sont réalisées en modifiant les durées de fonctionnement. Chaque tranche horaire compte au plus trois démarrages de pompe.





L'installation pilote a fait l'objet de deux campagnes expérimentales : l'une avec un effluent synthétique, l'autre avec un effluent domestique réel.

#### EFFLUENT SYNTHETIQUE

L'effluent synthétique est constitué in situ en mélangeant une solution de Viandox<sup>®</sup> (complétée en azote et phosphore) à de l'eau potable :

- la solution concentrée de Viandox<sup>®</sup> est introduite dans le bassin d'aération par une pompe péristaltique délivrant un débit de 1 mL/min (*Annexe III*);
- l'eau potable est injectée dans le bassin d'aération à un débit instantané de 450 mL/min par une pompe

#### EFFLUENT REEL

L'installation expérimentale est alimentée par un effluent issu du réseau séparatif alimentant l'installation de traitement des eaux usées (16000 E.H.) de la commune de Cestas (commune dortoir de la périphérie bordelaise).

1 m<sup>3</sup> d'effluent brut est prélevé 2 à 3 fois par semaine vers 9h30 à l'amont des prétraitements. Lors du pompage, un dégrillage en ligne est effectué avec un tamis de diamètre de maille de 1.6 mm.

#### péristaltique (Annexe III).

Des ajouts dosés de NH<sub>4</sub>Cl et de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> sont effectués dans chaque flacon de solution concentrée commerciale pour obtenir un effluent de composition voisine de celle des eaux usées urbaines. Après transport jusqu'au laboratoire, l'effluent est transvasé dans un réservoir réfrigéré pour être conservé à 4°C.

L'effluent brut est ensuite injecté dans le bassin d'aération du pilote à un débit instantané de 600 mL/min par une pompe péristaltique (*Annexe III*).

A concentrations constantes de l'effluent, la **durée totale d'alimentation journalière** est proportionnelle à la charge admise. En modifiant ce paramètre, la charge admise sur l'installation expérimentale est ajustée : **c'est un paramètre clef de sa gestion**.

# II.1.1.1.2 Brassage

La boue activée du bassin d'aération est mélangée en continu par un agitateur (*Annexe III*) sur lequel est montée une pale PVC (15 x 18 cm). Une vitesse de rotation de 60 tours/min a été appliquée, ce qui permet à la fois d'homogénéiser complètement la boue lors de l'arrêt de l'aération tout en limitant les apports en oxygène susceptibles de ralentir la dénitrification.

# II.1.1.1.3 Aération

L'aération des boues, est assurée par un compresseur connecté à une membrane de 25 cm de diamètre (*Annexe III*). Le tout permet une aération de type fines bulles. Le débit d'air est réglé de façon à ce que la concentration en oxygène dissous soit supérieure à 2 mg/L durant les phases de forte alimentation. L'apport horaire en eau claire à 20°C est de 6 g  $O_2$ /h pour un débit d'air de 7 L/min (*Annexe III*).

Nitrification et dénitrification sont réalisées dans le même bassin. La boue activée est soumise à une aération intermittente dont les arrêts-démarrages sont commandés par une horloge. La Figure II-3 présente la répartition de la durée d'aération journalière en 9 cycles journaliers. Elle précise pour chacun d'eux l'heure de démarrage et la durée en proportion du temps total d'aération journalier.



Figure II-3 : Heure de démarrage et durée de fonctionnement de l'aération

La durée de fonctionnement journalière de l'aérateur est un des paramètres de gestion de l'installation. Elle a été modifiée par rapport au séquençage de base pour permettre une élimination poussée de l'azote ammoniacal quelles que soient les conditions de charges. Lorsque les produits de la nitrification pouvaient avoir des effets néfastes (trop de nitrates provoquant des pertes de boues par l'eau traitée ou bien trop forte acidification, *i.e.* pH<7), la durée d'aération a été réduite.

# II.1.1.1.4 Recirculation des boues

La recirculation des boues est assurée par une pompe péristaltique identique à celle de l'alimentation mais est effectuée à un débit instantané 1.5 à 2 fois plus important (*Annexe III*). En journée, son fonctionnement est couplé à celui de la pompe d'alimentation en effluent brut. En période nocturne, des temps de recirculation plus longs ont été programmés pour réduire le temps de séjour de la boue dans le décanteur. Cela permet de limiter les risque de développement de bactéries filamenteuses et d'éviter ainsi d'encourir une dégradation des propriétés de décantation.

# II.1.1.2 Acquisition des données de fonctionnement

# II.1.1.2.1 Milieu réactionnel

Des capteurs placés dans le bassin d'aération de la boue activée ont enregistré l'évolution du potentiel rédox, de la concentration en oxygène dissous, du pH, de la température et de la concentration en boue (*Annexe III*). Le Tableau II-1 présente pour chaque paramètre les fréquences d'acquisition.

Paramètre mesuré	рН	Potentiel rédox	Oxygène dissous	Température	Taux de boue
Pas d'acquisition	6 min	30 sec	30 sec	30 min	30 min

Tableau II-1 : Appareillage équipant le bassin d'aération du pilote et pas d'acquisition

Un traitement régulier des données acquises par les capteurs a permis de déterminer la durée journalière de présence d'oxygène, à partir des concentrations en oxygène dissous, et la durée journalière de nitrification, à partir des valeurs de rédox (Charpentier *et al.*, 1998; FNDAE *et al.*, 2002; Lefevre *et al.*, 1993).

# II.1.1.2.2 Détermination des flux d'entrée et de sortie

# *II.1.1.2.2.1* Constitution d'échantillons moyens journaliers

• En entrée d'installation

### EFFLUENT SYNTHETIQUE

La composition des différents lots de Viandox<sup>®</sup> a été analysée (valeurs précisées *Annexe VIII*).

Reconstitué in-situ à partir d'une solution de Viandox<sup>®</sup> l'effluent a fait l'objet de prélèvements ponctuels. Ils ont permis de s'assurer du facteur de dilution et de l'homogénéité du mélange après complémentation en nutriments.

• En sortie d'installation

### EFFLUENT REEL

Une pompe péristaltique de faible débit (dixième du débit d'entrée) prélève une fraction du débit d'eau brute et la stocke dans une enceinte réfrigérée à 4°C, vidée toutes les 24 heures excepté les week-ends. Couplé au fonctionnement de l'alimentation, ce système constitue **un échantillon moyen proportionnel au débit d'entrée**. Il permet la détermination des concentrations en pollution réellement appliquées à l'installation.

Comme il n'est pas envisageable de stocker la totalité du volume d'eau transitant chaque jour dans le pilote, nous avons mis en place un système d'échantillonnage automatique. Une pompe de faible débit (dixième du débit d'entrée) asservie au fonctionnement de l'alimentation du pilote reconstitue un échantillon moyen journalier. Elle prélève une fraction du débit d'eau et le stocke dans une enceinte réfrigérée à 4°C vidée toutes les 24 heures excepté les week-ends (Figure II-1). Ce système permet de reconstituer **un échantillon moyen journalier de sortie**.

# II.1.1.2.2.2 Types et fréquences d'analyses

• Effluent brut

Une détermination quotidienne de la masse de solution de Viandox<sup>®</sup> introduite a été effectuée par pesée. La densité de la solution complétée (d=1.2232) a été utilisée pour déterminer le volume de solution injecté.

Dans le cas de l'effluent réel, l'échantillon moyen d'entrée constitué est retiré tous les jours en semaine sauf le week-end : quatre échantillons moyens journaliers et un échantillon moyen de 3 jours sont disponibles. Le Tableau II-2 présente les paramètres qui y sont analysés (méthodes de mesures employées présentées dans l'*Annexe III*).

	Lundi	Mardi	Mercredi	Jeudi	Week-end
DCO, [N-NH4 <sup>+</sup> ], MES, %MVS	Х	Х	Х	Х	Х
NTK				Х	Х
DCO filtrée, DBO <sub>5</sub>				Х	

Tableau II-2 : Paramètres mesurés sur les échantillons d'entrée

• Effluent traité

En sortie, quatre échantillons moyens journaliers et un échantillon moyen de 3 jours sont disponibles. Le détail des paramètres mesurés est résumé dans le Tableau II-3 (méthodes de mesures employées présentées dans l'*Annexe III*).

Tableau II-3 : Paramètres mesurés sur les échantillons de sortie

	Lundi	Mardi	Mercredi	Jeudi	Week-end
$[N-NH_4^+]$ , $[N-NO_x]$ , MES, %MVS	Х	Х	Х	Х	Х
NTK				Х	Х
DCO filtrée (0.2 $\mu$ m) et DBO <sub>5</sub>				Х	

# II.1.2 Réacteurs fermés pour mesure de la vitesse de nitrification maximale

L'élimination biologique de l'azote ammoniacal par nitrification se déroule selon les équations bilans suivantes :

$$NH_4^+ + \frac{3}{2} O_2 + H_2O \xrightarrow{nitritantes} NO_2^- + 2 H_3O^+$$
$$NO_2^- + \frac{1}{2} O_2 \xrightarrow{nitratantes} NO_3^-$$

De ces équations bilans, nous pouvons tirer deux techniques de mesure de la vitesse de nitrification :

- suivi de l'évolution des concentrations des formes azotées en fonction du temps ([N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>] d'une part et [N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>]+[N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>] d'autre part);
- suivi des concentrations en oxygène dissous en fonction du temps.

Ces mesures sont effectuées à partir de boue prélevée dans le bassin d'aération et placée en réacteur thermostaté où sont appliquées des conditions optimales pour la nitrification (excès d'oxygène et de substrat azoté).

# II.1.2.1 Suivi des formes azotées

Un récipient agité par un barreau aimanté et aéré par un tube poreux connecté à un bulleur à aquarium est plongé dans un bac rempli d'eau dont la température est maintenue identique à celle du pilote ( $\pm 0.2^{\circ}$ C) (Figure II-4).



Figure II-4 : Réacteur fermé pour la détermination de la vitesse maximale de nitrification par suivi des formes azotées

Prélevés dans le bassin d'aération du pilote en fin de phase d'anoxie et avant le premier pic d'augmentation du débit d'alimentation, <u>deux litres</u> de boues sont placés dans le réacteur thermostaté. 120 mg de chlorure d'ammonium sont ajoutés au mélange et la concentration en oxygène dissous est maintenue à une valeur supérieure à 4 mg/L. En appliquant la relation de Monod, on peut montrer que dans ces conditions la vitesse mesurée est au moins égale à 85 % de la vitesse maximale théorique.

Pendant une heure, des échantillons de boue de 20 à 25 mL sont prélevés toutes les 10 minutes, filtrés et stockés à 4°C. Les concentrations en  $N-NH_4^+$  et  $N-NO_x$  sont mesurées moins de 24 heures après les prélèvements (méthodes de mesures employées présentées dans l'*Annexe III*).

# II.1.2.2 Respirométrie et inhibiteurs spécifiques

Un erlenmeyer de <u>300 mL</u> est plongé dans un bac thermostaté à la température du pilote (Figure II-5). Hermétiquement fermé et agité par un barreau aimanté (250 à 300 tours/min), il constitue une enceinte respirométrique étanche. De la boue prélevée dans le pilote y est introduite. La concentration en oxygène dissous dans le mélange est enregistrée toutes les minutes (*Annexe III*).


Figure II-5 : Réacteur fermé pour la détermination de la vitesse maximale de nitrification par respirométrie

Un excès d'azote est ajouté par injection de 1 mL de NH<sub>4</sub>Cl (à 3.2 g/L) dans l'erlenmeyer. Une aération forcée est imposée à l'aide d'un bulleur à aquarium jusqu'à ce que la concentration en oxygène dissous atteigne 9 mgO<sub>2</sub>/L. L'aération est alors stoppée : la concentration en oxygène dans l'erlenmeyer décroît. Lorsqu'elle atteint 6 mgO<sub>2</sub>/L, 1 mL de chlorate (ClO<sub>3</sub><sup>-</sup> à 2.3 mol/L, inhibiteur de la nitratation) est injecté, puis, lorsque la concentration en oxygène atteint 4 mgO<sub>2</sub>/L, 1 mL d'allylthiourée (à 20 mmol/L inhibiteur de la nitritation) est injecté (Surmacz-Gorska *et al.*, 1995).

#### II.1.3 Réacteur fermé pour la caractérisation de l'eau usée

<u>2.5 litres</u> d'effluent brut complétés par 5 mL de boue du pilote sont placés dans une enceinte thermostatée (Figure II-6) (Stricker, 2000). Une aération et une agitation continues sont appliquées. Afin de réduire l'évaporation, l'ouverture du réacteur est fermée par un film extensible et le circuit d'air comporte une étape de bullage dans de l'eau déminéralisée.



Figure II-6 : Schéma de l'installation pour la caractérisation des eaux usées

Les paramètres oxygène dissous et pH sont mesurés tous les jours : le pH doit être maintenu entre des valeurs comprises 6 et 8 et l'oxygène dissous à une concentration supérieure à 4 mgO<sub>2</sub>/L. Pour y mesurer les DCO totale et filtrée (à 0.45  $\mu$ m), des échantillons du mélange contenu dans le réacteur sont prélevés aux jours 0, 10, 17, 20 et 23. Avant chaque prélèvement, il faut vérifier qu'il n'y a pas eu d'évaporation. Si cela a été le cas, le volume évaporé doit être remplacé par de l'eau déminéralisée avant le prélèvement. Une forte agitation est de plus appliquée pour remettre les dépôts en suspension dans le mélange.

Pour cet essai, chaque analyse de DCO est effectuée en triple (soit 3 brutes et 3 filtrées) pour vérifier la répétabilité des mesures et écarter, si nécessaire, des résultats incohérents. Un prélavage des membranes de filtration à l'eau déminéralisée puis à l'effluent brut permet de s'affranchir d'un relargage de DCO éventuel.

#### **II.2 PRINCIPES D'ANALYSES**

L'installation boues activées a été soumise à des conditions contrôlées (critères de pollution) de charge massique, de charge volumique en azote et d'âge de boue. Leurs effets sur les performances de traitement de l'azote ont été déterminés en mesurant la vitesse maximale de nitrification en réacteur séparé, et en calculant la concentration en biomasse autotrophe par bilans.

#### II.2.1 Critères de pollution

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

#### II.2.1.1 Charge massique appliquée

La charge massique (notée  $C_m$ ) appliquée à une installation de traitement est définie comme le flux de DBO<sub>5</sub> introduit ( $\phi_{DBO5}$ ), ramené à la quantité de biomasse présente dans le bassin d'aération ([MVS]<sub>réacteur</sub>). Elle est généralement calculée à partir d'une mesure ponctuelle de la concentration en boue comme le rappelle l'Équation II-1. Sur notre installation expérimentale, cette mesure a été effectuée avant le premier pic d'augmentation du débit d'entrée (à 9h00 cf. Figure II-2) :

$$C_{m} = \frac{\varphi_{DBO_{5}}}{[MVS]_{réacteur}} en \ kg \ DBO_{5}.(kgMVS.j)^{-1}$$

Équation II-1 : Expression de la charge massique

Relativement facile à déterminer sur site réel, ce paramètre a cependant été connu avec plus d'incertitude sur notre installation pilote car la concentration de boues dans le bassin d'aération a fluctué tout au long de la journée (Figure II-7). En effet, l'irrégularité du rythme d'alimentation associée à la surcapacité du décanteur a perturbé la décantation de la boue.

Etant donnée l'amplitude des fluctuations horaires de ce paramètre sur notre installation expérimentale, l'évaluation de la charge massique par une mesure ponctuelle du taux de boue peut conduire à un résultat faussé. Pour obtenir la valeur la plus représentative, les fluctuations du taux de boue ont été prises en compte.



Figure II-7 : Incidence de l'hydrogramme sur le taux de boue

Ainsi, pour chaque tranche horaire, nous avons distingué des valeurs différentes pour le taux de boue (noté [MVS](h<sub>i</sub>)) (Équation II-2). Compte tenu de la complexité de ce calcul, nous avons aussi défini la charge massique à partir de la moyenne journalière des taux de boue (Équation II-3).

$$C_m^j = \sum_{i=1}^{24} \frac{\Phi_{\text{DBOs}}(h_i)}{[\text{MVS}](h_i).\text{Vréacteur}}$$

Équation II-2 : Expression de la charge massique réelle pondérée



Équation II-3 : Expression de la charge massique à partir de la concentration de boue moyenne

#### **Remarque**

Ces équations prennent en compte les variations du taux de boue, mais les calculs ne peuvent être effectués qu'<u>a posteriori</u>.

#### *II.2.1.2* Age des boues

L'âge des boues (noté SRT) est calculé en divisant la masse totale de boue contenue dans le système par la masse de boue quotidiennement extraite. Travailler sur pilote a permis de quantifier les masses de boue contenues dans chaque bassin avec précision : pour le bassin d'aération après agitation vigoureuse ; pour le décanteur après vidange totale puis homogénéisation (mesure hebdomadaire). Cette procédure a permis de déterminer l'âge et la production de boue ainsi que la répartition de la boue dans les bassins. D'autres caractéristiques de la boue ont été mesurées en continu (décantabilité, ratio DCO/MVS, diamètre des flocs) conformément aux indications présentées dans l'*Annexe IV*.

#### II.2.1.2.1 Mesure des quantités de boues

#### II.2.1.2.1.1 Masse de boue contenue dans le système

La masse de boue présente dans l'installation à un instant donné t (notée  $M_{boue}^t$ ) se compose de la masse de boue du bassin d'aération et celle contenue dans le décanteur.

- Le bassin d'aération étant parfaitement agité, la masse de boue qui y est présente est déterminée à partir d'une simple mesure du taux de boue (MES et %MVS) effectuée chaque jour à 9 heures. Le rythme de ces mesures a permis de stabiliser la charge massique appliquée, de calibrer fréquemment la sonde mesurant les MES dans le bassin d'aération et de gérer la boue de façon à ce que la masse totale et la répartition dans les bassins soient les plus constantes possibles ;
- Le décanteur a fait l'objet d'une vidange hebdomadaire dans une cuve annexe. Après mélange, un échantillon représentatif a été prélevé pour mesurer la masse de boue qui

y était contenue. Dans le cas de notre pilote, la masse de boue présente dans le décanteur n'est pas négligeable devant celle contenue dans le bassin d'aération.

#### II.2.1.2.1.2 Masse de boue évacuée du système

Pratiquées pour maintenir une quantité de boue constante dans le système, des purges ponctuelles ont été effectuées quotidiennement. Les volumes extraits et les concentrations du mélange recueilli ont été à chaque fois mesurés. En plus des extractions de boues pratiquées pour contrebalancer la production de boue, la biomasse perdue par l'eau traitée a aussi été comptabilisée afin d'aboutir à la masse totale de boue évacuée du système sur une période donnée (entre t<sub>0</sub> et t<sub>1</sub>) notée  $\Delta M_{\text{boue évacuée}}^{\text{to-t1}}$ .

# II.2.1.2.2 Evaluation de la production, de la répartition et de l'âge de <u>boue</u>

#### II.2.1.2.2.1 Production de boue

La masse de boue produite sur une durée donnée (entre  $t_0$  et  $t_1$ ) s'écrit selon l'Équation II-4.

$$\Delta M_{\text{boue produite}}^{t_{o} \to t_{1}} = M_{\text{boue}}^{t_{1}} - M_{\text{boue}}^{t_{0}} + \Delta M_{\text{boue évacuée}}^{t_{o} \to t_{1}} \qquad \text{en g MVS}$$

Équation II-4 : Calcul de la masse de boue produite

En la ramenant au flux de DCO éliminé sur l'installation (noté  $\varphi_{DCO}^{\text{éliminé}}$  et exprimé en g DCO), la production de boue, notée PB, s'écrit alors selon l'Équation II-5.

$$PB = \frac{M_{boue}^{t_{i}} - M_{boue}^{t_{0}} + \Delta M_{boue}^{t_{0} \rightarrow t_{i}}}{\varphi_{DCO}}$$
 en g MVS/g DCO<sub>éliminé</sub>

Équation II-5 : Calcul de la production de boue

#### II.2.1.2.2.2 Répartition de la boue dans les bassins

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

#### II.2.1.2.2.3 Age des boues

L'âge moyen de la boue est calculé à partir de la <u>masse totale</u> de boue contenue dans les bassins et tient compte des pertes de biomasse avec l'effluent traité. Il a été calculé en divisant la masse de boue moyenne du système entre deux vidanges du décanteur par la moyenne journalière des masses de boues sorties pendant cette même période (extractions et pertes de MES avec l'eau traitée).

#### II.2.2 Capacité d'élimination de l'azote

La capacité de nitrification de l'installation a été caractérisée en routine par mesure de la vitesse maximale de traitement et par calcul de la concentration en biomasse autotrophe.

#### **II.2.2.1** Vitesses maximales de nitrification

#### II.2.2.1.1 Définition

La vitesse de nitrification maximale (notée V<sub>L, maxi</sub>) résulte de la concentration en biomasse autotrophe présente dans les boues (notée X<sub>B,A</sub>), du taux de croissance maximal ( $\mu_{A, maxi}$ ) et du rendement cellulaire des autotrophes (notée Y<sub>A</sub>). Exprimée en mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>, elle s'écrit (Équation II-6) :

$$V_{L, \text{ maxi}} = \frac{\mu_{A, \text{ maxi}.XB, A}}{Y_{A}} \text{où} \begin{cases} V_{L, \text{ maxi}} : \text{Vitesse de nitrification maximale} (\text{mg Nnit.}(\text{Lboue.h})^{-1}) \\ \mu_{A, \text{ maxi}} : \text{Taux de croissance} (j^{-1}) \\ X_{B, A} : \text{Concentration en biomasse autotrophe} (\text{mg DCO/L}) \\ Y_{A} : \text{Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe} (g \text{ DCOformée/g Nnit}) \end{cases}$$

Équation II-6 : Expression de la vitesse de nitrification maximale en mgNnit.(L.h)-1

La mesure de V<sub>L, maxi</sub> est proportionnelle au produit  $\mu_{A, maxi}$ . X<sub>B,A</sub> (Y<sub>A</sub> étant constant). A température constante,  $\mu_{A, maxi}$  est fixé. Toute variation de V<sub>L, maxi</sub> est alors due à celle de la concentration en biomasse autotrophe (X<sub>B,A</sub>).

La vitesse de nitrification maximale s'exprime généralement en fonction du gramme de boue. Les MVS étant essentiellement constituées de biomasse vivante, inerte et de DCO non dégradable (*Annexe I*), la vitesse exprimée en mgN<sub>nit</sub>.(gMVS.h)<sup>-1</sup> et notée V<sub>g, maxi</sub> s'écrit par l'Équation II-7 :

$$V_{\text{g, maxi}} = \frac{\mu_{\text{A, maxi}, X_{\text{B, A}}}}{Y_{\text{A}}.(x_{\text{Biomasse vivante}} + x_{\text{DCO non dégradable}})} \approx \frac{\mu_{\text{A, maxi}, X_{\text{B, A}}}}{Y_{\text{A}}.(x_{\text{B, H}} + x_{\text{DCO non dégradable}})} \text{ car } x_{\text{B,A}} << x_{\text{B,H}}$$

Équation II-7 : Expression de la vitesse de nitrification maximale en mgNnit.(gMVS.h)<sup>-1</sup>

La vitesse  $V_{g, maxi}$  donne une information sur la fraction de biomasse autotrophe (X<sub>B,A</sub> / X<sub>B,H</sub>) présente dans les boues mais ne lui est pas directement proportionnelle.

#### II.2.2.1.2 Détermination

La vitesse de nitrification maximale est mesurée en réacteur fermé par deux méthodes : soit par suivi des formes azotées, soit par suivi des concentrations en oxygène dissous. Les montages expérimentaux sont présentés au II.1.2. Des exemples d'exploitation types et de calcul de précision sont présentés en *Annexe VII*.

#### *II.2.2.1.2.1 Suivi des concentrations minérales azotées*

#### • Vitesse de disparition des ions ammonium (NH4<sup>+</sup>)

La pente de disparition de l'ion ammonium (Équation II-8) que l'on mesure résulte à la fois de la production d'ammonium par ammonification, de la disparition par assimilation et de la nitrification. Contrairement à cette dernière, les réactions d'assimilation et d'ammonification sont faiblement influencées par la température. A basse température, elles peuvent perturber significativement la mesure de la vitesse de nitrification. Pour limiter leurs effets parasites et améliorer la précision de la mesure, il est préférable de réaliser cette expérimentation sur des boues prélevées en période d'alimentation réduite en pollution (par exemple en fin de nuit).

$$\mathbf{V}_{1} = -\left(\frac{d}{dt}\left[N - NH_{4}^{+}\right]\right)_{apparente} = -\left(\frac{d}{dt}\left[N - NH_{4}^{+}\right]\right)_{nitrificat ion} - \left(\frac{d}{dt}\left[N - NH_{4}^{+}\right]\right)_{assimilati on} + \left(\frac{d}{dt}\left[N - NH_{4}^{+}\right]\right)_{ammonifica tion} +$$

Équation II-8 : Définition de la vitesse de nitrification maximale à partir de la disparition de l'azote ammoniacal

#### • Vitesse de production de la somme nitrates et nitrites

La détermination de la pente d'apparition des nitrates seule n'est pas un moyen fiable de mesure de la vitesse de nitrification. Il est préférable de mesurer la pente d'apparition de la somme nitrate + nitrite (notée N-NO<sub>x</sub>) (Équation II-9) pour prendre en compte l'accumulation éventuelle de l'azote sous forme nitrites.

$$V_2 = \frac{d}{dt} \left( \left[ N - NO_2^- \right] + \left[ N - NO_3^- \right] \right)$$

Équation II-9 : Définition de la vitesse de nitrification maximale à partir de l'apparition de la somme des formes nitrates et nitrites

#### • Remarque

L'expérience montre que la pente  $V_2$  est souvent déterminée avec plus de fiabilité que la pente  $V_1$  de disparition des ions ammonium. Il est cependant fortement recommandé de mesurer les deux pentes lors de chaque essai.

#### II.2.2.1.2.2 Suivi des concentrations en oxygène dissous (respirométrie)

L'injection d'inhibiteurs spécifiques de chaque étape de la nitrification permet de bloquer la consommation en oxygène dissous (II.1.2.2). La vitesse de nitrification maximale ( $V_L$ , <sub>maxi</sub>) est déduite des mesures de demandes en oxygène par l'intermédiaire de la consommation spécifique en oxygène pour nitrifier (notée  $i_{Nnit}$ ) (Équation II-10).

 $V_{L, maxi} = \frac{OURtotale - OURinhibée}{iN_{nit}} où \begin{cases} V_{L, maxi} : Vitesse de nitrification maximale (mg Nnit.(Lboue.h)^{-1}) \\ OURtotale : Demande en oxygène avant injection des inhibiteurs (mg O2.(L.h)^{-1}) \\ OURinhibée : Demande en oxygène après injection des inhibiteurs (mg O2.(L.h)^{-1}) \\ iN_{nit} : Consommation spécifique en oxygène pour nitrifier (4.3 g O2/g Nnit) \end{cases}$ 

Équation II-10 : Calcul du potentiel de nitrification à partir de la demande en oxygène

#### II.2.2.1.3 Remarque : vitesses moyennes de nitrification-dénitrification

Mesurer les concentrations en azote ammoniacal et en nitrates dans des échantillons moyens d'entrée et de sortie a permis d'accéder à la masse d'azote éliminée dans le système et d'aboutir à l'estimation des vitesses moyennes des réactions de nitrification et de dénitrification (*Annexe V*). Les valeurs obtenues tiennent compte des limitations par l'oxygène et le substrat, mais minorent les valeurs réelles prises par les vitesses dans le système de traitement car leur détermination n'est pas très précise.

#### II.2.2.2 Biomasse autotrophe

L'historique de gestion de la boue et des charges reçues a été exploité conformément à la méthodologie proposée par Nowak (1994) (*Annexe II*) pour évaluer la concentration en biomasse autotrophe.

#### II.2.2.2.1 Principe de détermination

La quantité présente dans le système de traitement (notée  $MX_{B,A}$ ) résulte de la production réelle (proportionnelle au flux journalier d'azote nitrifié  $\phi_{Nnit}$ ) à laquelle est soustraite la quantité qui disparaît par décès (b<sub>A</sub>) et par extraction (D<sub>x</sub>). Elle est calculable jour par jour par application de l'Équation II-11. Les valeurs des paramètres b<sub>A</sub> et Y<sub>A</sub> caractéristiques de la biomasse autotrophe sont définies comme dans le modèle ASM<sub>1</sub> (Tableau A1 et A3 de l'*Annexe I*).

$$\frac{dMX_{B,A}}{dt}(t) = Y_{A}.\phi_{N_{nit}} - (b_A + D_x).MX_{B,A}(t)$$

 $\hat{\textbf{OV}} \begin{cases} MX_{B,A}: \text{masse de biomasse nitrifiante dans le système (g DCO/j)} \\ \phi_{N_{nit}}: Flux journalier d'azote nitrifié pendant la durée dt (g N/j) \\ D_x: Taux d'extraction de boue pendant la durée dt (j<sup>-1</sup>) \\ Y_A: Rendement cellulaire (= 0.24 g DCOp/g Nnit) \\ b_A: Taux de décès des autotrophes (= 0.02 j<sup>-1</sup>) \\ V_{réacteur}: volume du réacteur biologique (bassin d'aération + zone d'anoxie en L) \end{cases}$ 

Équation II-11 : Expression de l'accumulation de biomasse autotrophe dans un système ouvert (Nowak, 1994)

La concentration de biomasse autotrophe ( $X_{B,A}$ ) est déduite de la quantité totale ( $MX_{B,A}$ ) en tenant compte de la répartition de la boue dans les bassins ( $%_{Boue réacteur}$  calculée II.2.1.2.2.2) comme le montre par l'Équation II-12.

$$X_{B, A} = \frac{MX_{B, A}}{V_{réacteur}.\%_{Boue \ réacteur}}$$

Équation II-12 : Expression de la concentration en biomasse autotrophe

#### II.2.2.2.2 Détermination de la valeur initiale

Pour effectuer le calcul de l'Équation II-11, la **valeur initiale** de la concentration en autotrophes est nécessaire. Ne pouvant la mesurer avec précision (I.2.2.2.2.2), nous l'avons choisie après avoir tracé un faisceau de courbes correspondant chacune à une valeur initiale. Des valeurs comprises entre 100 à 250 mg DCO/L ont été testées (Figure II-8).



Figure II-8 : Exemple du choix de la concentration initiale en biomasse autotrophe

Nous constatons qu'au delà des 3 ou 4 premières semaines, le choix de la valeur initiale n'a pas d'impact (le flux nitrifié devient le facteur déterminant de la concentration de biomasse autotrophe). Nous avons donc choisi la valeur qui induit dès les premiers jours une valeur stabilisée de la concentration en biomasse autotrophe (soit 200 mgDCO/L dans l'exemple présenté ci-dessus).

#### **II.3 DETERMINATION DES PARAMETRES DU MODELE DYNAMIQUE**

Le modèle ASM1 a été mis en œuvre au travers du logiciel GPS-X Version 3 développé par le bureau d'études canadien Hydromantis Inc. Pour déterminer les valeurs des variables d'entrée et des paramètres du modèle, les résultats acquis en régime stabilisé (sur pilote et en réacteur séparé) ont été utilisés.

#### **II.3.1** Expérimentations en régime stabilisé

Des conditions contraignantes stabilisées de température et de charges massiques ont été appliquées à l'installation pilote (II.1.1). Les modifications appliquées ont été effectuées individuellement et par pallier et maintenues pendant de longues durées.

L'installation pilote a fait l'objet de deux suivis expérimentaux : l'un, avec un effluent synthétique de composition voisine de celle des effluents urbains, l'autre, avec un effluent domestique réel. La température a été régulée à 12 et 11°C respectivement.

#### II.3.1.1 Conditions recherchées

#### II.3.1.1.1 Cas de l'effluent synthétique

La gestion de l'installation a consisté à la placer successivement dans des situations de charges massiques et volumiques stabilisées suivantes (Figure II-9) :

- 1. Application pendant 5 semaines d'une charge massique  $C_m = 0.10 \text{ kg DBO}_5.(\text{kg MVS.j})^{-1}$  et d'une charge volumique de 70 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> (l'installation est alimentée par un effluent concentré à 80 mg N/L) ;
- 2. Application d'une charge massique C<sub>m</sub> = 0.13 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> pendant 18 semaines, période pendant laquelle quatre valeurs de charge volumique en azote ont été appliquées et maintenues 2 à 3 semaines : 50, 65, 85 et 125 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>. Cette accroissement de charge a été effectuée par augmentation de la concentration azotée dans l'eau d'alimentation : 30, 40, 70 puis 80 mg N/L (Figure II-9). Les paramètres charge massique C<sub>m</sub> = 0.13 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> et charge volumique en azote de 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> ont ensuite été maintenus pendant 7 semaines (la concentration de l'eau brute est de 80 mg N/L).



Figure II-9 : Régimes stabilisés recherchés sur l'installation alimentée en effluent synthétique

Composition (mg / L)	Effluent synthétique reconstitué				Effluent domestique Moyen	
[DBO <sub>5</sub> ]			350			300
[DCO]			650			700
[N-NTK]	80	30	40	70	80	80
[N-NH <sub>4</sub> ]	25	25	30	60	75	60
[N-NO <sub>x</sub> ]	0.019				0	
[P-PO <sub>4</sub> ]			13			15

Tableau II-4 : Composition de l'effluent synthétique

#### II.3.1.1.2 Cas de l'effluent réel

Après une phase de stabilisation d'un mois, la gestion de l'installation a consisté à la mise en place de 4 régimes stabilisés de 6 semaines :

- Phase 1 : Performances de nitrification à  $C_m = 0.10 \text{ kg DBO}_5.(\text{kg MVS .j})^{-1}$ ;
- Phase 2 : Performances de nitrification à  $C_m = 0.13 \text{ kg DBO}_5.(\text{kg MVS .j})^{-1}$ ;
- Phase 3 : Influence de l'augmentation de la charge volumique en azote sur les performances de nitrification à charge massique constante ;
- Phase 4 : Influence de l'augmentation de la charge carbonée sur les performances de nitrification à charge volumique en azote constante. La charge massique visée est de C<sub>m</sub> = 0.16 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS .j)<sup>-1</sup>.

Pour caler le modèle ASM, des séries de prélèvements intensifs dans le bassin d'aération ont été effectuées (Figure II-10).



Figure II-10 : Régimes stabilisés recherchés sur l'installation alimentée en effluent réel

**<u>Remarque</u>** : Les différences entre les charges visées et les valeurs réellement appliquées seront présentées et commentées lors de l'examen des résultats.

#### II.3.1.1.3 Méthodologie de conduite de l'installation en régime stabilisé

La mise en place de régimes stabilisés nécessite de maintenir les charges massiques et volumiques appliquées, afin d'obtenir une qualité de traitement relativement constante en sortie.

#### II.3.1.1.3.1 Charges massiques et volumiques appliquées

• Charge massique

Pour maintenir une charge massique constante, le flux carboné imposé a été ajusté en fonction du taux de boue présent dans le bassin d'aération. Dans le cas de effluent réel, le maintien de la charge massique tient compte en plus de la diminution de la DCO de l'effluent brut qui a lieu lors du stockage (par dégradation de la DCO facilement dégradable).

• Charge volumique en azote

La stabilisation de la charge volumique en azote, en plus de la charge massique, a été possible grâce au maintien d'une concentration en boue constante dans le bassin d'aération. Il a été pour cela important d'effectuer les extractions de boues de façon régulière.

#### II.3.1.1.3.2 Concentrations azotées en sortie

Les limites de nitrification recherchées sur notre installation s'accompagnent généralement d'évolutions rapides des performances de traitement de l'azote. Pour les anticiper et limiter leurs conséquences, un dépouillement systématique de l'ensemble des paramètres mesurés par les capteurs a été utilisé (*Annexe VI*).

#### *II.3.1.2* Acquisition des performances de nitrification

Les capacités de nitrification de l'installation expérimentale (réacteur ouvert continu) ont été déterminées en deux temps :

- Analyse des performances moyennes du réacteur ouvert complétée par des essais réguliers en réacteur fermé ;
- Suivis détaillés de l'évolution des formes azotées dans le bassin d'aération en vue du calage du modèle ASM.

# II.3.1.2.1 Analyse du fonctionnement continu couplée aux mesures ponctuelles en réacteur séparé

#### *II.3.1.2.1.1* Type et fréquence des mesures

• Vitesse maximale de nitrification

La vitesse maximale de nitrification a été mesurée en réacteur fermé : une fois par semaine par la méthode du suivi des formes azotées (II.2.2.1.2.1) et deux à trois fois par semaine par la méthode respirométrique (II.2.2.1.2.2). Ces valeurs sont confrontées aux valeurs moyennes (II.2.2.1.3) dont cinq valeurs hebdomadaires sont calculables à partir des concentrations en azote mesurées sur les échantillons moyens de sortie.

• Concentration en biomasse

La biomasse autotrophe développée dans les boues a été évaluée jour après jour par la méthode présentée au II.2.2.2. Les valeurs des paramètres préconisées à 10°C ont été prises pour effectuer les calculs :  $b_A = 0.02 \text{ j}^{-1}$  et  $Y_A = 0.24 \text{ gDCO/gDCO}_{nit}$ ).

### II.3.1.2.1.2 Application au calcul du taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe

L'Équation II-13 obtenue à partir de l'Équation II-6 exprime le taux de croissance maximum des autotrophes ( $\mu_{A, maxi}$ ) à partir de la vitesse maximale de nitrification ( $V_{L, maxi}$ ), de la concentration en biomasse ( $X_{B,A}$ ) et du rendement cellulaire ( $Y_A$ ) :

$$\mu_{A, \text{ maxi}} = \frac{V_{L, \text{ maxi}}.Y_{A}}{X_{B, A}}$$

Équation II-13 : Expression du taux de croissance maximal des autotrophes

En utilisant les valeurs expérimentales, une valeur du taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe à 11°C a pu être dégagée.

# II.3.1.2.2 Suivi détaillé du bassin d'aération en vue du calage du modèle ASM sur eau usée réelle

L'installation pilote alimentée par un <u>effluent réel</u> a fait l'objet de huit séries de prélèvements intensifs. Chacune des 4 phases de fonctionnement stabilisées décrites au paragraphe II.3.1.1.2 en a compté deux : l'une, effectuée en milieu de phase, l'autre, effectuée en fin de phase. Les mesures suivantes ont été nécessaires :

#### <u>Intrant</u>

L'intrant est caractérisé par les paramètres classiques : DCO totale, NTK total, MES, %MVS, N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. Les concentrations de chaque fraction carbonée et azotée nécessaires au modèle ASM (I.2.2) en sont déduites en y appliquant les proportions obtenues lors du test de fractionnement présenté au II.1.3.

#### Milieu réactionnel

Les concentrations des formes azotées minérales sont mesurées pendant 3 cycles d'aération de la période diurne. Pendant 8 heures, le bassin d'aération fait l'objet de prélèvements toutes les 10 minutes pendant les phases d'aération, et toutes les 15 minutes en phase d'anoxie. Trois mesures de DCO et NTK filtrées y sont effectuées.

Les conditions de fonctionnement suivantes ont été relevées : débits des pompes, temps de fonctionnement, concentrations en oxygène dissous, indice de boue, masse de boue dans le décanteur.

#### Effluent traité

En sortie du décanteur, les concentrations en azote sont mesurées sur des échantillons moyens d'une durée de 2 heures.

#### II.3.2 Détermination des paramètres du modèle dynamique

#### *II.3.2.1* Schématisation de l'installation expérimentale

La schématisation de l'installation expérimentale consiste en la description du chemin hydraulique de l'installation : bassin de traitement biologique, ouvrage de clarification, alimentation en effluent brut, connexions de canalisations (Figure II-11).



Figure II-11 : Schéma numérique de l'installation pilote

La caractérisation des phénomènes en jeu dans chaque bassin (réactions biologiques, phénomènes hydrauliques) a été choisie parmi une liste de concepts disponible dans GPS-X de façon à mettre en œuvre le moins d'hypothèses simplificatrices :

- Au sein du réacteur biologique, le comportement des biomasses (vitesse de croissance et de décès), la disponibilité des substrats et de l'oxygène obéissent aux équations de l'ASM1 (*Annexe I*). Le mélange est homogène (réacteur parfaitement agité) et une aération séquencée y est appliquée. La qualité du traitement de l'azote est ajustée en modifiant les paramètres biologiques ;
- Le modèle appliqué au décanteur prévoit la concentration en MES dans l'eau de sortie et la concentration en boue dans le fond du décanteur en distinguant 10 couches horizontales (I.2.2.1). Il considère qu'aucune réaction de transformation des substrats n'y a lieu. La qualité de la clarification est ajustée par modification des propriétés de la boue (fraction des matières en suspension non décantable, indice de boue et indice de qualité de la décantation).

#### II.3.2.2 Ajustement des paramètres

Le jeu de paramètres proposé par Henze (1986) à 10°C a été adopté comme jeu par défaut (*Annexe I*). Les données expérimentales acquises en routine et les prélèvements détaillés spécifiques ont été utilisés pour déterminer les paramètres à modifier. L'ajustement a été effectué selon la démarche décrite ci-dessous et détaillée en *Annexe I*.

#### II.3.2.2.1 Reproduction des conditions de fonctionnement long-terme

En reproduisant le fonctionnement moyen de l'installation (flux de pollution reçue, flux de boue extraite), il est possible de caractériser l'état que la boue activée atteint en régime stationnaire : concentrations en biomasse ( $X_{B,H}$ ,  $X_{B,A}$ ,  $X_p$ ), concentrations des éléments évoluant lentement ( $S_I$ ,  $S_{ND}$ ,  $X_I$ ,  $X_{ND}$ ) et concentrations en boue dans les différentes couches du décanteur. L'essentiel de la difficulté de cette étape, aussi appelée « initialisation », porte sur la recherche du débit d'extraction permettant de reproduire l'âge des boues, les masses de boue et leur répartition dans les bassins de façon conforme à la réalité.

#### II.3.2.2.2 Modifications des paramètres à partir de campagnes de mesures détaillées

Pour les variables que l'on ne sait pas mesurer et dont les valeurs sont nécessaires pour effectuer les simulations, les concentrations obtenues par le régime permanent sont adoptées comme valeurs initiales.

Les résultats numériques obtenus dans le bassin d'aération sont confrontés aux mesures expérimentales acquises lors de la campagne de prélèvements effectuée en fin de phase de stabilisation (II.3.1.2.2). L'adéquation est recherchée sur les pentes (par modification des taux de croissance) et sur les points d'inflexions (par modification des constantes de demi-

saturation). Si les valeurs numériques ne décrivent pas correctement l'évolution réelle des concentrations azotées dans le bassin d'aération, les valeurs des paramètres sont modifiées. Les valeurs initiales des variables doivent alors être recalculées par la procédure du régime permanent, et ceci, jusqu'à ce que les valeurs calculées concordent avec les valeurs mesurées. A l'issue de ces deux premières étapes, **le jeu de paramètres obtenu est calé**.

#### II.3.2.2.3 Validation du jeu de paramètres en régime dynamique

La validation du jeu de paramètres consiste à vérifier si les coefficients obtenus à l'issue des étapes précédentes permettent d'effectuer des prédictions fiables dans d'autres situations de fonctionnement. Pour la réaliser, les mesures expérimentales acquises en milieu de phase de stabilisation ont été utilisées (II.3.1.2.2).

Si, avec la seule connaissance des variables d'entrée et des valeurs initiales des variables d'état, les évolutions des concentrations azotées au sein du bassin d'aération et en sortie de décanteur sont conformes aux mesures expérimentales, alors **le jeu de paramètres est validé**.

### **III RESULTATS ET DISCUSSION**

#### **III.1 RESULTATS EXPERIMENTAUX**

#### **III.1.1 Objectifs**

L'analyse bibliographique a mis en évidence que la vitesse maximale de nitrification n'est pas uniquement déterminée par la température. Les valeurs prises dépendent des conditions de fonctionnement appliquées à l'installation (I.1.3.2.1). Lors du dimensionnement, il est fréquent d'utiliser une valeur de vitesse de nitrification pour vérifier la faisabilité du traitement de l'azote. Pour la gestion, cette valeur permet de déterminer la durée d'aération nécessaire pour nitrifier. Mais, appliquée en dehors du contexte dans lequel elle a été acquise (nature de l'effluent, paramètres de fonctionnement), les résultats fournis risquent d'être erronés.

Une étude expérimentale a initialement été menée pour mesurer les performances de nitrification-dénitrification en conditions contraignantes maîtrisées proches de celles rencontrées sur site réel. Compte tenu des variations observées sur notre installation, l'influence des paramètres de fonctionnement a été recherchée. Les paramètres cinétiques de la biomasse autotrophe, invariants aux conditions appliquées mais déterminants la vitesse de nitrification, ont du être déterminés. Pour évaluer la validité des résultats obtenus en vue d'une extrapolation sur site, les paramètres permettant la comparaison ont été recherchés.

#### III.1.2 Démarche

L'installation expérimentale pilote a fait l'objet de deux séries d'expérimentations en régime stabilisé avec un effluent synthétique puis avec un effluent réel. Des suivis détaillés ont permis d'acquérir des données fiables sur les performances de nitrification et sur la biomasse impliquée pour des valeurs contraignantes de température (11-12°C) et de charge massique (supérieures à la charge massique conventionnelle de 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>).

L'observation de la réponse biologique consécutive à la modification d'un paramètre de fonctionnement **a nécessité l'application de conditions de fonctionnement stabilisées pendant une durée suffisante**. Les charges appliquées ont été ajustées quotidiennement par un calcul utilisant une mesure ponctuelle du taux de boue. On peut montrer que la valeur ainsi obtenue permet d'approcher la valeur réelle de la charge massique avec une précision de 10 % (*Annexe VI*) et que son utilisation permet d'établir des régimes stabilisés.

Lors de nos campagnes expérimentales, des périodes de durées minimales de trois à six semaines ont été aménagées au cours desquels les principaux paramètres ont pris des valeurs constantes. Malgré les incidents qui ont pu survenir, des sous-périodes de fonctionnement ont pu être dégagées :

 le fonctionnement est déclaré « <u>pseudo stabilisé</u> » lorsque les paramètres imposés (âge de boue, charge massique, durée d'aération et charge volumique en azote) sont stables ;  le fonctionnement est dit « <u>stabilisé</u> » lorsqu'en plus les performances de traitement de l'azote sont stables (concentration en sortie, vitesse de nitrification, concentration en biomasse autotrophe). <u>Les performances de traitement obtenues résultent alors</u> <u>des conditions appliquées au système.</u>

# III.1.3 Performances de nitrification obtenues sur effluent synthétique

Alimentée par un effluent synthétique, l'installation expérimentale a fonctionné pendant six mois dans des conditions de température et de charges stabilisées.

#### III.1.3.1 Conditions appliquées – Résultats en sortie

Les paragraphes ci-dessous font le point sur les valeurs réellement prises par les conditions de fonctionnement : charges appliquées, masse, âge et production de boue.

#### III.1.3.1.1 Conditions de fonctionnement appliquées

Le protocole de gestion de l'installation en régime stabilisé présenté au II.3.1.1.2 a permis d'appliquer les valeurs de charges volumiques et massiques guide recherchées présentées au II.3.1.1.1.1. La Figure III-1 présente les valeurs moyennes autour desquelles les valeurs réellement appliquées ont fluctué (présentation détaillée en *Annexe VIII*).

La durée totale de l'expérimentation a été découpée en trois phases pseudo-stabilisées caractérisées par :

- une charge massique moyenne de 0.10 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, une charge volumique en azote de 70 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> et une température de 12°C (phase 1) ;
- une charge massique moyenne de 0.13 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, une température de 12°C. La charge volumique en azote fixée par pallier entre 50 et 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> par ajouts dosés d'azote ammoniacal (phase 2) ;
- une charge massique de moyenne 0.13 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, une charge volumique en azote de 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, et une température de 10°C (phase 3).

Au cours de ces trois périodes pseudo stabilisées, huit sous-périodes ont été identifiées (Figure III-1). Six d'entre elles sont stabilisées car la concentration en azote ammoniacal en sortie y est constante.



Figure III-1 : Schématisation des caractéristiques des phases traversées (SYNTH)

Pour toutes les périodes, la durée de fonctionnement du système d'aération est comprise entre 17 et 18h/j. Elle permet d'appliquer une durée de présence d'oxygène comprise entre 18h30 à 20h/j.

#### III.1.3.1.2 Réponse biologique

Les résultats biologiques représentés Figure III-1 apportent des éléments concernant l'impact des paramètres régissant les performances de nitrification en boues activées.

#### III.1.3.1.2.1 Influence de la charge azotée

A 12°C, lorsque la charge carbonée reste constante (0.13 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>), une augmentation de la charge azotée de 65 à 85 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, puis de 85 à 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, provoque d'abord une augmentation de la concentration de sortie en azote ammoniacal (jusqu'à 25 mgN-NH<sub>4</sub>/L), suivie ensuite par une diminution jusqu'à 1 mgN-NH<sub>4</sub>/L. Cette amélioration de la concentration azotée en sortie s'explique par une modification de la vitesse de nitrification consécutive au changement de la charge en azote appliquée.

#### III.1.3.1.2.2 Influence de l'âge des boues

A 12°C, pour un âge de boue de 23 jours (soit une charge massique de 0.13 kgDBO<sub>5</sub>. (kgMVS.j)<sup>-1</sup>), un rendement poussé d'élimination de l'azote a été observé en régime stabilisé (concentration en azote ammoniacal en sortie inférieure à 1 mgN/L), pour une charge volumique en azote de 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> et une durée journalière d'aération de 18 heures. Un tel âge de boue correspondrait à une charge massique inférieure à 0.13 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> avec une eau usée urbaine.

#### III.1.3.1.2.3 Influence de la température

Un abaissement de la température de deux degrés (de 12 à 10°C période 3) maintenu pendant une durée de 15 jours (inférieure à l'âge des boues de 23 jours) a provoqué une augmentation insignifiante de la concentration moyenne de sortie en azote ammoniacal de 0.5 à 1.6 mg N/L. Cette phase n'a pu être maintenue plus longtemps pour des problèmes de décantation de la boue (phase grisée).

#### III.1.3.2 Vitesses de nitrification

La Figure III-2 présente l'évolution en fonction du temps des vitesses de nitrification maximales (déterminées par suivi des formes azotées en réacteur fermé) et moyennes (obtenues par bilan sur le réacteur ouvert). Les variations de la charge volumique en azote (notée  $C_v(N)$ ), comprises entre 50 et 125 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>, sont aussi représentées.



Figure III-2 : Evolution comparée des différentes vitesses de nitrification (SYNTH)

Tout au long de l'expérimentation, les vitesses de nitrification ont subi des variations. Les valeurs mesurées sont comprises entre 1 et 3.5 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup> pour la vitesse maximale et entre 2 et 8 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup> pour la vitesse moyenne. En fractionnant la phase 2 en fonction des trois paliers de charge volumique appliquée, nous constatons que :

- lors de l'application d'une charge volumique de 70 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> à une charge massique de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (phase 1), les vitesses de nitrification maximales et moyennes augmentent pour atteindre leur valeur d'équilibre comprise entre 4 et 6 mgN<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>;
- lorsque la charge volumique en azote diminue brutalement de 70 à 50 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, les vitesses de nitrification diminuent de 4 à 1.5 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> (Phase 2, Zone A). La vitesse moyenne de nitrification diminue brutalement. En revanche, la vitesse maximale évolue progressivement vers sa nouvelle valeur d'équilibre sans qu'elle puisse véritablement l'atteindre car la durée de la phase n'a pas été assez longue. La durée d'aération n'ayant pas été modifiée, ces évolutions sont dues à la diminution de la quantité d'azote nitrifié ;
- lorsque la charge volumique a été augmentée par paliers : 70 (Phase 2, Zone B), puis 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> (Phase 2, Zone C), la vitesse moyenne augmente de 2-3 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> à 7 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>. Dans le même temps, la vitesse de nitrification maximale reste constante (1.5 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> pour une charge volumique de 80 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>), puis augmente (mais de façon anarchique car ses valeurs sont inférieures aux valeurs de la vitesse moyenne). La durée d'aération n'ayant pas été modifiée, ces évolutions sont dues à l'augmentation de la quantité d'azote nitrifié.

Il existe donc une forte dépendance des valeurs prises par les vitesses de nitrification avec la charge volumique en azote appliquée. Les valeurs des charges volumiques en azote appliquées et des vitesses mesurées sont rassemblées dans le Tableau III-1.

	Phase 1	Phase 2	Phase 2	Phase 2
		Zone A	Zone B	Zone C
DCO/NTK	8	22	15	8
DBO₅/NTK	4.7	12.9	8.8	4.7
C <sub>∨</sub> (N) <i>(mgN.(L.j)⁻¹)</i>	70	50	70	125
	L × 0.	7 Å L ×		x 1.8
V <sub>L, maxi</sub> <i>(mgN.(L.h)<sup>-1</sup>)</i>	4.0 - 4.2	1.8 – 2.0	Non-	mesurée
V <sub>L, moy</sub> ( <i>mgN.(L.h)<sup>-1</sup></i> )	3.5 – 4.5	2 – 3	3.0 – 3.5	6 – 7
	<b>x</b> 0.	4 <sup>↑</sup> L x 1.2	à 1.5	x 2

Tableau III-1	: Amplitudes	des variations	de la vitesse	de nitrification	(SYNTH)
---------------	--------------	----------------	---------------	------------------	---------

La comparaison des amplitudes de variations de charge imposée et de vitesse mesurée montre l'existence d'une relation entre la teneur en azote de l'intrant et les vitesses de nitrification. Elle ne met cependant pas en évidence un lien direct de proportionnalité. La vitesse moyenne suit une évolution rapide, tandis que la vitesse maximale, plus représentative des phénomènes biologiques en jeu, suit une évolution lente, d'une durée de l'ordre d'un mois pour que les nouvelles valeurs d'équilibre soient atteintes.

#### **Remarque**

Du 29 janvier au 28 avril, la vitesse maximale est de l'ordre du double de la vitesse moyenne conformément aux mesures de McCartney (1990). En revanche, entre le 28 avril et le 14 juillet, la vitesse maximale de nitrification prend des valeurs trois à quatre fois inférieure à la vitesse moyenne de nitrification. Cette différence s'explique par la présence d'une dénitrification aérobie à partir du 28 avril, alors qu'une alternance classique de phases de nitrification et de dénitrification a lieu les 3 premiers mois. Une augmentation du diamètre moyen des flocs pourrait en être à l'origine en ménageant des conditions d'anoxie permettant à une partie des bactéries hétérotrophes de dénitrifier durant l'aération (*Annexe IV*). La vitesse de nitrification n'ayant été déterminée que par le suivi de la production des nitrates (l'évolution de l'azote ammoniacal n'a pas été mesurée), les résultats des vitesses de nitrification maximale sont sous estimés ce qui expliquerait pourquoi, dans cette phase, les vitesses de nitrification maximales sont inférieures aux valeurs moyennes.

#### III.1.3.3 Production de biomasses autotrophe et hétérotrophe

#### III.1.3.3.1 Biomasse autotrophe

La Figure III-3 présente l'évolution en fonction du temps de la vitesse de nitrification maximale, de la concentration en biomasse autotrophe (obtenue par la méthode des bilans II.2.2.2), et du taux de croissance maximal de cette biomasse ( $\mu_{A, maxi} = V_{L, maxi} \cdot Y_A / X_{B,A}$ ).



Figure III-3 : Evolution de la concentration en biomasse autotrophe – Détermination du taux de croissance maximal (SYNTH)

#### III.1.3.3.1.1 Concentration en autotrophes

La concentration en biomasse autotrophe a varié entre 200 et 100 mg DCO/L jusqu'en mai, puis entre 100 et 300 mg DCO/L. La différence entre ces deux gammes de valeurs serait essentiellement due à la différence de charge volumique en azote car la charge massique et la durée de présence d'oxygène sont constantes.

Lors de la phase 1, la concentration en biomasse autotrophe se stabilise à une valeur de  $200 \pm 10 \text{ mg DCO/L}$  correspondant à une vitesse maximale de nitrification de 4 mgN<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>. Lors du passage à la phase 2, la charge volumique en azote est réduite de 70 à 50 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>, provoquant une diminution de la concentration en biomasse autotrophe qui se stabilise lors de la phase 3 à 100 ± 10 mg DCO/L, soit une diminution de 50 %. La vitesse maximale de nitrification prend pour valeur 1.5 mgN<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>. L'application d'une charge volumique en azote de 125 mg N.(L.j)<sup>-1</sup> (Phase 2 Zone C) a induit une augmentation de la

concentration en biomasse autotrophe jusqu'à une valeur d'équilibre de  $300 \pm 10 \text{ mg DCO/L}$  correspondant à une vitesse moyenne de nitrification 6 à 7 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>. A âge de boue et température constants, les fluctuations de la vitesse de nitrification s'expliquent donc par une modification de la concentration en biomasse autotrophe au sein des boues. Celle-ci est dictée par la charge volumique en azote qui, à masse de boue et charge massique constantes, dépend directement du ratio DCO/NTK de l'intrant.

La valeur la plus faible de biomasse autotrophe mesurée est de 100 mg DCO/L pour un âge de boue de 23 jours et une charge volumique en azote de 70 mg N.(L.j)<sup>-1</sup> alors qu'à un âge de boues de 44 jours et une charge volumique en azote comprise entre 20 et 30 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>, Stricker (2000) a déterminé une concentration en autotrophes de 80 mg DCO/L. Dans le cas du pilote, la charge azotée plus élevée a généré une quantité de biomasse autotrophe plus importante malgré un renouvellement de la masse de boue plus fréquente (âge des boues plus faible). Cette comparaison confirme que l'âge de boue n'est pas le seul facteur régissant les performances de nitrification.

#### *III.1.3.3.1.2 Caractéristiques cinétiques*

Les taux de croissance maximaux obtenus sont compris dans une gamme très large : entre 0.01 et 0.17 j<sup>-1</sup>. Au démarrage de l'installation (jusqu'au 18 février), les conditions de fonctionnement ne sont pas stabilisées ; dans la période où la dénitrification aérobie est présente (à partir du 29 avril), les vitesses de nitrification maximales sont sous estimées. Dans les deux cas, les valeurs de  $\mu_{A, maxi}$  calculées sont faussées. C'est pourquoi elles ne sont pas prises en compte dans la détermination de la valeur du taux de croissance des autotrophes.

Parmi les 24 mesures effectuées, 11 d'entre elles (obtenues entre la mi-mars et la fin avril) permettent de retenir une valeur stable du taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe de  $0.10 \pm 0.02$  j<sup>-1</sup> à 12°C. Cette valeur est trois fois plus faible que la valeur proposée dans le jeu de paramètres par défaut du modèle ASM<sub>1</sub> (0.3 j<sup>-1</sup> à 10°C). Sur installation réelle, Stricker (2000) a déterminé un taux de croissance maximale de 0.38 j<sup>-1</sup>, qui, converti à 10°C fournit une valeur de 0.18 j<sup>-1</sup>, soit une valeur presque deux fois supérieure à la valeur mesurée sur effluent synthétique.

#### III.1.3.3.2 Production de boue hétérotrophe

Même si les concentrations en éléments solubles sont voisines de celles des effluents d'origine domestique (*Annexe VIII*), l'effluent synthétique utilisé ne comporte aucune matière en suspension. La production de boue biologique qu'il engendre lui est spécifique. Elle a été déterminée expérimentalement, puis a été confrontée aux valeurs habituellement rencontrées sur stations réelles.

#### III.1.3.3.2.1 Valeurs mesurées sur effluent synthétique

La Figure III-4 représente l'évolution de la production de boue mesurée sur l'installation pilote en fonction du temps déterminée comme décrit au II.2.1.2.2.1.



Figure III-4 : Production de boue mesurée (SYNTH)

Hormis quelques valeurs atypiques au démarrage, les mesures de production de boue obtenues sur une durée de 4 mois sont comprises entre 0.20 et 0.25 g MVS/g DCO<sub>dégradée</sub>.

#### <u>Remarque</u>

Au démarrage de l'installation (jusqu'au 5 mars), la production de boue a chuté de 0.35 à 0.05 g MVS/g DCO<sub>dégradée</sub>. Ces valeurs ne sont dues ni à des pertes de boues en sortie, ni à un stockage de DCO au sein même de la biomasse (dont le rapport DCO/MVS est resté inchangé). Les paramètres imposés ne permettent pas d'apporter d'explications. Pendant cette période, nous avons en revanche mesuré des respirations de fin de nuit anormalement élevées due à une forte activité endogène des boues. Identifié une seconde fois vers la mi-juillet et confirmé par l'observation d'un important développement de micro-faune, ce phénomène a eu lieu sans modification de la concentration en DCO dans l'eau épurée (restant comprise entre 80 et 100 mgDCO/L).

#### III.1.3.3.2.2 Estimation théorique

Le flux de DCO éliminé quotidiennement sur l'installation pilote est de l'ordre de 70 à 75 g DCO/j pour une charge massique de 0.10 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> et 105 à 115 g DCO/j pour une charge massique de 0.13 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>.

Par application de la « formule du binôme » en prenant k = 0.84 (Duchène, 1999), la quantité de matières en suspension à extraire chaque jour s'écrit (Équation III-1) :

$$\Delta S = \frac{k}{2} \cdot \left( \phi_{\text{MES} \& \text{ traiter}} + \phi_{\text{DBO} \& \text{ traiter}} \right) \approx \frac{0.84}{2} \phi_{\text{DBO} \& \text{ traiter}} = \begin{cases} 21 \text{ g MES/j \& C_m = 0.10 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS}.j)^{-1} \\ 30 \text{ g MES/j \& C_m = 0.13 \text{ kgDBO}_5.(\text{kgMVS}.j)^{-1} \end{cases}$$

Équation III-1 : Calcul de la production de boue

En ramenant  $\Delta$ S à la masse de DCO journalière éliminée, nous obtenons une estimation de la production de boue de 0.25 g MVS / g DCO<sub>dégradée</sub>, soit 0.47 g MES / g DBO<sub>5 dégradée</sub> (90 %

des MES sont des matières volatiles et le ratio DCO /  $DBO_5$  du Viandox vaut 1.7). Ce résultat est en accord avec les mesures.

#### III.1.3.3.2.3 Valeurs rapportées par la littérature sur effluent réel

Pour des installations alimentées par des effluents réels fonctionnant en faible charge, les valeurs de production de boues suivantes sont généralement mesurées (Eckenfelder et Grau, 1992) : 0.65 à 0.85 g MES/g DBO<sub>dégradée</sub> selon que l'installation est équipée ou non de prétraitement. La « formule du binôme » (Duchène, 1999) estime la production de boue entre 0.8 et 0.9 gMES/gDBO<sub>dégradée</sub>. Nous constatons donc que la production de boue mesurée sur effluent synthétique est 1.5 à 2 fois inférieure aux valeurs que l'on rencontre sur installation réelle en raison de la nature de la DCO de l'intrant et de l'absence de matières en suspension (inertes et dégradables).

Par conséquent, les charges massiques carbonées appliquées avec l'effluent synthétique correspondent à des âges de boues plus élevés que ceux imposés à charge massique identique avec un effluent réel. Le temps disponible pour le développement de la biomasse autotrophe est, de ce fait, plus long ce qui constitue des conditions plus favorables pour la nitrification. Il est donc préférable de privilégier l'âge des boues devant la charge massique comme critère de comparaison d'installations traitant des effluents de nature différente.

# III.1.3.4 Bilan des résultats observés sur effluent synthétique

#### III.1.3.4.1 Performances en régime stabilisé à 12°C

A un âge de boue de 23 jours et pour une charge volumique en azote de 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, une nitrification poussée s'est établie (concentration en ammoniaque résiduelle inférieure à 1 mgN/L) pour une durée d'aération de 18h/j.

Le taux de croissance maximal des autotrophes a pu être évalué à  $0.1 \pm 0.02 \text{ j}^{-1}$ .

Le suivi exclusif de la pente de production des nitrates est inadapté à la mesure de la vitesse maximale de nitrification lorsque une dénitrification simultanée est présente. Il est préférable de mesurer aussi la pente de disparition de l'ammoniaque.

#### III.1.3.4.2 Critère déterminant des performances de nitrification

La production de boue engendrée par la dégradation du substrat agro-alimentaire (Viandox<sup>®</sup>) exempt de matières minérales est correctement prédite par la formule du « binôme ». Elle est moitié moindre que celle que l'on rencontre sur installations réelles. Pour une même charge massique, l'âge des boues obtenu avec l'effluent synthétique est environ deux fois plus élevé qu'avec une eau usée urbaine. La charge massique n'est donc pas un bon critère

de comparaison pour comparer le fonctionnement d'installations traitant des effluents de nature différente : il est préférable de raisonner en terme d'âge des boues.

#### III.1.3.4.3 Paramètres influençant les performances de nitrification

En conditions d'aération non-limitantes, à âge des boues et température donnés, la valeur prise par le « potentiel de nitrification » (vitesse maximale ou moyenne) est dictée par la charge volumique en azote appliquée (FNDAE *et al.*, 2002). Contrairement à la vitesse moyenne, la vitesse maximale de nitrification fluctue lentement car elle suit les modifications de la concentration en biomasse autotrophe contenues dans les boues.

Les caractéristiques de fonctionnement de l'installation pilote ont pris des valeurs trop différentes de celles rencontrées sur installation réelle pour pouvoir extrapoler ces résultats. Pour y remédier, des expérimentations ont été effectuées avec un effluent urbain en appliquant une gestion analogue à celle exposée ci-dessus.

#### III.1.4 Expérimentations menées sur effluent réel

Alimentée par un effluent domestique réel et placée dans des conditions de température constante, l'installation expérimentale a été soumise pendant six mois à une succession de charges stabilisées.

#### III.1.4.1 Composition de l'effluent brut

Les importantes précipitations de l'hiver et du printemps 2001 ont provoqué une remontée du niveau de la nappe phréatique provoquant des entrées d'eaux parasites au sein du réseau d'assainissement. Celles-ci ont provoqué une dilution importante de l'effluent brut pendant plusieurs mois. Les valeurs présentées Figure III-5 en témoignent. En fractionnant la durée totale de l'expérimentation en quatre périodes (notée RP1 à RP4), des valeurs moyennes ont été dégagées et rassemblées dans le Tableau III-2.



Figure III-5 : Concentrations en DCO, MES, NTK, N-NH<sub>4</sub> de l'effluent brut (ERU)

	DCO	NTK	MVS
	mg/L	mg/L	mg/L
RP1	300	50	125
RP2	300	50	120
RP3	450	85	175
RP4	530	85	190

Tableau III-2 : Concentrations moyennes de l'intrant (ERU)

	ERU CESTAS	Valeurs les plus fréquentes
Rapports usuels	9-10h	(Plottu, 1994)
DCO/DBO <sub>5</sub> =	2,3 à 3,0	1,8 à 2,5
DCO/NTK =	5,5 à 6,5	-
DBO/NTK =	2à3	4,5 à 5,5
DCO/MES =	2,0 à 2,5	-
$NTK/N-NH_4 =$	1.5	1,33 à 2,0

Tableau III-3 : Rapports usuels de l'intrant (ERU)

L'analyse des rapports usuels (Tableau III-3) met en évidence que l'effluent appliqué essentiellement d'une eau usée urbaine par sa richesse en azote (rapports DBO<sub>5</sub>/NTK et DCO/NTK deux fois plus élevés). L'analyse des données d'auto-surveillance de la station de Cestas (*Annexe X*) montre en revanche que le ratio DCO/NTK calculé avec les concentrations moyennes journalières est proche de celui d'un effluent domestique moyen. La particularité de l'effluent utilisé s'expliquent donc par le caractère ponctuel de son prélèvement, semble-t-il effectué à l'heure où les rejets azotés étaient les plus abondants (des rejets d'urine plus fréquents en fin de nuit pourraient en être à l'origine).

Maintenir la charge massique à partir de cet effluent très riche en azote conduit donc à imposer des charges volumiques en azote deux fois plus élevées que celles normalement admises avec un effluent dont le rapport DCO/NTK est classique.

# III.1.4.2 Conditions appliquées – Résultats obtenus en sortie

#### III.1.4.2.1 Conditions de fonctionnement

Le protocole de gestion de l'installation présenté au II.3.1.1.2 a permis d'appliquer les conditions de fonctionnement stabilisées mais **différentes des valeurs guide recherchées** (II.3.1.1.1.2). La Figure III-6 présente les valeurs moyennes autour desquelles les valeurs réelles appliquées présentées au II.3.1.1.1.2 ont fluctué. L'ensemble de l'expérimentation s'est déroulé à une température de 11°C. Quatre phases pseudo-stabilisées peuvent être distinguées :

- La phase 1 est caractérisée par une charge massique de 0.09 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (âge de boue de 15 jours) et une charge volumique en azote de 130 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>. On distingue, dans cette phase, l'application de deux paliers de durées d'aération : 13h30 d'une part, et 9h45 rapidement augmentée à 10h30 d'autre part ;
- La phase 2 est caractérisée par une charge massique de 0.115 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (âge de boue de 12 jours), une durée d'aération de 15h/jour et une charge volumique en azote de 160 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>;

- La phase 3 est caractérisée par une charge massique identique à la précédente mais avec une charge volumique en azote 15 % supérieure (185 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>) réalisée par ajout d'azote ammoniacal dans l'effluent (réduction du ratio DCO/NTK de 6 à 5);
- La phase 4 est caractérisée par une charge volumique en azote identique à la précédente mais avec une charge massique 20 % supérieure : 0.14 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j) <sup>-1</sup> (âge des boue de 10 jours). Elle est réalisée sans ajout d'azote, en augmentant seulement les volumes admis sur l'installation.

La Figure III-6 synthétise les paramètres imposés et les concentrations de sortie obtenues.



	Phas	e 1	Phase 2	Phase 3	Phase 4	
C <sub>m</sub>	0.09	0.09	0.115	0.115	0.14	•,
(kg DBO <sub>5</sub> .(kg MVS.j) <sup>-1</sup> )						
$C_v(N) (mgN.(L.j)^{-1})$	130	130	160	185	185	_
Température (°C)	11	11	11	11	11	
Age de boue (j)	15.4	15	12	12	9.8	Phase
[NTK] <sub>E.B.</sub> (mg N/L)	50	50	50	85	85	> pseudo-
Durée Aération (h/j)	13.5	10.5	15	14	13.25	stabilisée
Durée phase (j)	41	16	43	42	33	)
Durée avec rejet						Ĵ
[N-NH4 <sup>+</sup> ] <sub>s</sub> stable (j)	40	10	25	19	20	Phase
(% période)	(100)	(60)	(60)	(45)	(60)	stabilisée

Figure III-6 : Présentation synthétique des phases traversées (ERU)

Au sein de ces 4 phases, des périodes stabilisées couvrant plus de la moitié de leur durée peuvent être dégagées (concentration en azote ammoniacal en sortie constante). Leur durée est au moins aussi longue que celles appliquées lors de la campagne effectuée avec l'effluent synthétique.

#### <u>Remarque</u>

La charge volumique en azote appliquée lors de cette expérimentation est comprise entre 130 et 185 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> alors que lors de l'expérimentation avec l'effluent synthétique, ce paramètre a été compris entre 50 et 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>. La charge carbonée restant comparable, mais les flux d'azote appliqués et nitrifiés étant plus importants que ceux que l'on aurait mesuré avec un effluent classique, il est normal que **des concentrations en nitrates élevées aient été mesurées en sortie de l'installation (10 à 30 mgN/L)**.

#### III.1.4.2.2 Observations concernant la réponse biologique

### III.1.4.2.2.1 Effet de l'action conjuguée de l'âge des boues et de la charge volumique en azote

En régime stabilisé, pour une température de  $11^{\circ}$ C, un âge de boue de 15 jours et une charge volumique en azote de 130 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> (Phase 1), une durée journalière d'aération de 13.5h/j permet une nitrification poussée (concentration de sortie en ammonium inférieure à 5 mgN/L). Une valeur de 14h/jour est préconisée par le document (FNDAE *et al.*, 2002) pour une température de 10°C, un âge de boue de 17 jours mais une charge volumique en azote deux fois plus faible (70 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>). Cette comparaison suggère que la quantité journalière d'azote nitrifié est indépendante de la durée d'aération. Ce serait la vitesse de nitrification (et donc la concentration en autotrophes) qui serait donc différente dans les deux situations.

Au cours de la phase 1, la durée d'aération journalière a été raccourcie de 13h30 à 9h45 pour diminuer la concentration en nitrates en sortie excessive pour cette charge. Cette réduction a entraîné une augmentation de la concentration de sortie en ammonium de 5 à 20 mgN/L. Après 10 jours, la durée d'aération a été augmentée de 9h45 à 10h30 pour rétablir une concentration en azote ammoniacal inférieure à 5 mgN/L en sortie. Cette gestion de l'aération fait apparaître qu'à âge de boue et température donnés, une valeur minimale de durée journalière d'aération est nécessaire pour maintenir la nitrification. Si celle-ci n'est pas respectée, le traitement de l'azote se dégrade rapidement. Un impact identique de la durée d'aération a été mis en évidence par Heduit (1990) pour une modification d'amplitude équivalente au voisinage de la valeur minimale requise.

En régime stabilisé, pour une température de 11°C, un âge de boue de 12 jours, une charge volumique en azote de 160 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> et une durée d'aération journalière de 15h/jour (Phase 2), une nitrification moins complète que lors de la phase 1 a été obtenue (concentration de sortie en ammonium inférieure à 10 mgN/L), faisant apparaître une limite

de réalisation de la nitrification à 11°C. Dès la modification des conditions appliquées (au passage de la phase 1 à la phase 2), la concentration de sortie en ammonium augmente à 20 mgN/L, pour **atteindre lentement sa valeur d'équilibre** (proche de 10 mgN/L) après une vingtaine de jours.

### III.1.4.2.2.2 Effet de l'augmentation de la charge volumique en azote à âge des boue constant

A une température de 11°C, l'augmentation de la charge volumique en azote de 160 à  $185 \text{ mgN.(L.j)}^{-1}$  à âge de boue et durée d'aération constants (12 jours et 15h/jour respectivement) n'a provoqué qu'une faible augmentation de la concentration en azote ammoniacal en sortie (10 à 15 mgN/L) traduisant une augmentation de la vitesse de nitrification et donc de la quantité de bactéries autotrophes. Au bout de 15 à 20 jours, la nitrification de ce surplus d'azote a augmenté la consommation d'alcalinité provoquant un abaissement du pH de la boue activée (le pH minimum atteint dans la journée a diminué de 6.4 à 5.5) inhibant partiellement la nitrification (augmentation de la concentration en ammoniaque en sortie de 15 à 40 mgN/L). Pour y remédier, la durée d'aération journalière a été réduite de 15 à 14h/j. Cette action a provoqué une baisse de la concentration en nitrates de 30 à 15 mgN/L.

# III.1.4.2.2.3 Effet de la diminution de l'âge des boues à charge en azote constante sans augmentation de la durée d'aération

Au passage de la phase 3 à la phase 4, **la diminution de l'âge des boues** (de 12 à 10 jours) par augmentation de la charge carbonée (de 0.115 à 0.14 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>) **sans avoir été compensée par une augmentation de la durée d'aération a entraîné une augmentation de la concentration en ammoniac résiduelle** de 10 à 20 mgN/L. Dans le même temps, la concentration de sortie en nitrates a diminué de 20 à 10 mgN/L du fait de la diminution de la quantité de nitrates produite et de l'augmentation de la quantité de carbone apportée.

#### *III.1.4.3 Vitesses de traitement de l'azote*

#### III.1.4.3.1 Vitesse maximale de nitrification

La vitesse maximale de nitrification a été déterminée par deux techniques de mesure (II.1.2). L'une, basée sur les suivis des concentrations en nitrates et en ammonium ; l'autre, basée sur le suivi de la consommation en oxygène. La vitesse moyenne a été déterminée par bilan entrée-sortie sur l'installation pilote. Les évolutions en fonction du temps des vitesses de nitrification moyenne et maximale sont présentées sur la Figure III-7.


Figure III-7 : Vitesses de nitrification maximales obtenues par différentes méthodes (ERU)

Nous constatons que les valeurs prises par les vitesses moyennes et maximales concordent. Ceci s'explique par une concentration en ammoniaque résiduelle toujours supérieure à 5 mgN/L en sortie et par un apport en oxygène non limitant pendant les phases d'aération permettant la réalisation de la nitrification dans le pilote avec une vitesse proche de la vitesse maximale.

Le premier mois (au démarrage de l'installation pilote), les valeurs des vitesses ont subi une augmentation importante (de 5 à  $10-12 \text{ mgN}_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>) avant d'atteindre une valeur plus stable. Cette évolution s'explique par l'application (lors de la phase de démarrage) de conditions plus favorables pour la nitrification que celles appliquées sur l'installation où a été prélevée la boue (charge azotée 2 à 3 fois plus élevée et âge des boues ponctuellement plus favorable par des extractions limitées).

A partir de la mi-février, l'amplitude du nuage de points est importante et ne permet pas de discerner de variations dans cette gamme. La tendance d'évolution est relativement constante ce qui signifie qu'en dépit des modifications des conditions appliquées, le flux journalier nitrifié reste le même au cours de l'expérimentation. Les valeurs fournies par les trois méthodes sont **généralement comprises entre 6 et 9 mg N.(L.h)**<sup>-1</sup>. Cette amplitude de 3 mg N.(L.h)<sup>-1</sup> est en adéquation avec l'incertitude maximale de 30 à 50 % avec laquelle la vitesse de nitrification est estimée par la méthode des moindres carrés (*Annexe VII*).

Ramenées au gramme de boue, les vitesses mesurées sont comprises entre 1.9 et 2.7 mg N.(g MVS.h)<sup>-1</sup> à 11°C. Ces valeurs sont comprises entre celles proposées par Plottu (1994) (1.5 à 1.7 mg N.(g MVS.h)<sup>-1</sup> à 10°C) et celles de McCartney (1990) (4.4 mg N.(g MVS.h)<sup>-1</sup>). Les différences au niveau des caractéristiques de l'intrant appliqué au pilote expliquent ces écarts.

Le phénomène de dénitrification simultanée supposé à partir des résultats obtenus sur effluent synthétique n'a pas été observé ici. Nous constatons en revanche que la valeur

obtenue à partir de la pente de disparition de l'ammoniaque est le plus souvent inférieure à celle obtenue avec la pente de production de nitrates (*Annexe VII*).

#### III.1.4.3.2 Vitesse moyenne de dénitrification

Le traitement des effluents domestiques permet de dénitrifier les nitrates formés dans le bassin d'aération à condition qu'une aération intermittente soit appliquée (Heduit, 1990; Henze, 1990). La vitesse instantanée de dénitrification est fonction de la présence de carbone et de son aptitude à être facilement dégradé. Lorsqu'elle est effectuée à partir du carbone de l'eau brute, la quantité de nitrates éliminée journellement est proportionnelle à la quantité de DCO reçue et donc à la charge massique appliquée aux installations (FNDAE *et al.*, 2002). L'évolution en fonction du temps des vitesses moyennes de dénitrification calculées par bilan sur le réacteur ouvert (détails dans l'*Annexe V*) est présentée sur la Figure III-8.





A 11°C, La vitesse moyenne de dénitrification a augmenté de 3.5 à 6 mgN<sub>dénit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> et de 6 à 9.5 mgN<sub>dénit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> pour des augmentations de charge massique appliquée de 0.09 à 0.115 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (passages RP1 à RP2) et de 0.115 à 0.14 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (passages RP3 à RP4). Elle reste inchangée (6 mgN<sub>dénit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>) au passage des phases RP2 à RP3 caractérisées par des charges massiques carbonées identiques (0.115 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>). Les valeurs retenues sont rassemblées et confrontées aux valeurs rapportées par FNDAE (2002) (Tableau III-4).

	Unité	RP 1	RP 2	RP 3	RP 4
Charge massique	kg DBO5. (kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.09	0.115	0.115	0.14
Vitesse de dénitrification moyenne		L x 1	.3	- x 1	.2
Valeurs mesurées	$\int_{C} mg N_{dénit} (L.h)^{-1}$	3.5 (3 à 4)	6 (5.5 à 7)	6 (5.5 à 7)	9.5 (8 à 11) .6
	mg N <sub>dénit</sub> . (gMVS.h) <sup>-1</sup>	1 (0.5-1.5)	1.7 (1.5-2.2)	1.7 (1.5-2.2)	3 (2.8-3.1)
(FNDAE <i>et al</i> ., 2002)	mg N <sub>dénit</sub> . (L.h) <sup>-1</sup>	6 x 1	8	8 x 1.	10 25 ♪

Tahlaau III 1 · Vitaeeae	do dénitrification	movennes	rotonuos	(EDII)
1 abicau 111-4 . Vilesses		moyennes	recenues	

Les valeurs obtenues sont inférieures à celles proposées dans le document FNDAE (2002). Cette différence peut s'expliquer soit par la disparition d'une partie de la DCO facilement dégradable lors du stockage de l'effluent (II.3.1.1.2.1) soit par une surestimation de la durée d'anoxie prise en compte lors du calcul. Cette dernière raison peut expliquer pourquoi les valeurs des vitesses moyennes de dénitrification mesurées sur l'installation ont augmenté dans une proportion supérieure à celle imposée à la charge massique contrairement à celles préconisées dans le document FNDAE (2002) qui suivent une augmentation dans la même proportion.

# III.1.4.4 Production de biomasses autotrophe et hétérotrophe

#### III.1.4.4.1 Biomasse autotrophe

L'évolution en fonction du temps des concentrations ( $X_{B,A}$ ) et du taux de croissance ( $\mu_{A, maxi}$ ) des bactéries autotrophes est présentée Figure III-9. L'évolution de la vitesse maximale de nitrification mesurée en réacteur fermé ( $V_{L, maxi}$ ) y est aussi représentée.



Figure III-9 : Paramètres cinétiques de la biomasse autotrophe (ERU)

#### III.1.4.4.1.1 Concentration en biomasse autotrophe

La concentration en biomasse autotrophe a varié entre 150 et 250 mg DCO/L au cours de l'expérimentation. Ces valeurs sont nettement supérieures à la concentration mesurée par Stricker (2000) (III.1.3.3). Les conditions appliquées à l'installation pilote ont favorisé le développement d'une biomasse autotrophe plus abondante car l'effluent brut est plus riche en azote que la normale. Les variations de la concentration en autotrophes s'expliquent par la modification de la durée d'aération journalière, de la charge volumique en azote, mais aussi du mode de réalisation des purges de boue :

- Lors de la première période de fonctionnement (RP1), la concentration en biomasse autotrophe se stabilise à une valeur de 240 ± 10 mg DCO/L. Le 17 février, la durée journalière d'aération a été réduite de 13h30 à 9h45 provoquant une diminution de la concentration en biomasse autotrophe. La durée d'aération portée 15 jours plus tard à 10h30 a permis de stabiliser cette biomasse à une concentration de 190 ± 10 mg DCO/L (soit une réduction de 20 %);
- Lors du passage de la seconde à la troisième phase, la charge azotée est augmentée de 15 % (de 160 à 185 mg N.(L.j)<sup>-1</sup>). En 3 jours, elle provoque une augmentation de la concentration en biomasse autotrophe dans la même proportion (de 210 ± 10 mg DCO/L à 240 ± 10 mg DCO/L);
- L'application conjointe d'une durée d'aération plus courte (diminution de 14h/j à 13.25h/j) et d'une gestion non stabilisée de la quantité de boue (III.1.4.2) n'a, dans un premier temps, pas provoqué de modification de la concentration en biomasse autotrophe lors de la phase 4. Lors du rétablissement des extractions, la concentration en autotrophe a diminué car la durée d'aération ne devait pas suffire au maintien de la nitrification à un âge de boue de 10 jours.

#### III.1.4.4.1.2 Paramètre cinétique

Le taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe ( $\mu_{A, maxi}$ ) a pris une valeur constante au cours des trois premières phases expérimentales :  $0.22 \pm 0.02 \text{ j}^{-1}$ . Lors de la quatrième phase, la méthode de détermination par les bilans donne une valeur différente :  $0.285 \text{ j}^{-1}$ .

La valeur de 0.22 j<sup>-1</sup> est deux fois plus élevée que celle mesurée sur effluent synthétique. Elle a été obtenue à 13 reprises parmi les 26 mesures effectuées. Une certaine confiance peut donc être accordée à ce résultat même s'il est aussi 25 % inférieur à la valeur par défaut du modèle  $ASM_1$  (0.3 j<sup>-1</sup> à 10°C) et 20 % supérieur à la valeur convertie à 10°C à partir de la valeur mesurée à 20°C par Stricker (2000) (III.1.3.3).

Avec l'effluent réel caractérisé par un ratio DCO/NTK de 6, l'application de charges massiques identiques à celles appliquées avec l'effluent synthétique a engendré des âges de boues deux fois plus faibles (15 à 10 jours au lieu de 30 à 23 jours) et des charges volumiques en azote deux fois plus élevées (130 à 185 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> au lieu de 70 à 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>). Les évolutions opposées des paramètres « âge des boues » et « charge volumique en azote » ont développé une quantité de biomasse voisine lors des deux campagnes expérimentales (entre 150 et 250 mgDCO/L). La différence constatée sur la vitesse maximale de nitrification (6 à 9 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> au lieu de 1.5 à 4 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>) s'explique par la différence de la valeur du taux de croissance maximum, deux fois plus élevée avec l'effluent réel (0.22 j<sup>-1</sup>) qu'avec l'effluent synthétique (0.1 j<sup>-1</sup>). Avec un effluent dont le ratio DCO/NTK serait classique (11 au lieu de 6), la quantité de biomasse autotrophe, et de ce fait la vitesse maximale de nitrification, seraient deux fois plus faibles.

#### <u>Remarque</u>

Une différence si importante entre la valeur du taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe mesurée sur effluent synthétique et celle mesurée sur effluent réel pourrait être due à la salinité de l'effluent synthétique dont l'effet est proportionnel à la concentration en sels (Campos *et al.*, 2002). La valeur mesurée sur effluent synthétique pourrait intégrer un facteur de compensation (par rapport à la valeur vraie) lié à la salinité.

Le différentiel de charge volumique en azote (compris entre 50 et 125 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> avec l'effluent synthétique et entre 130 et 185 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> avec l'effluent réel) pourrait aussi en être responsable. Cette dernière hypothèse est peu probable car l'influence de la durée de présence d'oxygène sur le maintien de la nitrification est complètement compatible avec les valeurs rencontrées sur installation réelle (FNDAE *et al.*, 2002).

S'il est difficile d'identifier la cause d'une telle différence, il est en revanche démontré que l'application au cas réel d'une valeur mesurée sur effluent synthétique est fortement déconseillée.

#### III.1.4.4.2 Production de boue

La Figure III-10 présente les valeurs de la masse et de la production de boue mesurées sur l'installation expérimentale (II.2.1.2.2.1). La concentration en matières en suspension est aussi rapportée.



Figure III-10 : Production de boue sur effluent réel (ERU)

Les valeurs de production de boue obtenues sont comprises entre 0.35 et  $0.45 \text{ g MVS/g DCO}_{\text{éliminé}}$ , soit 0.8 à 1.0 gMES/gDBO<sub>dégradée</sub> en prenant un ratio DCO/DBO<sub>5</sub> de 2 et un pourcentage de matières volatiles de 80 %). Elles correspondent aux valeurs rencontrées dans la littérature (III.1.3.3.2.3). Contrairement à la première campagne expérimentale, nous en déduisons que l'installation a fonctionné à des âges de boue correspondant à ceux que l'on aurait mesuré sur installation réelle fonctionnant aux mêmes charges massiques.

## III.1.4.5 Bilan des résultats observés sur eau usée réelle

Les résultats obtenus au cours de cette expérimentation fournissent des éléments complémentaires à ceux obtenus lors de la première campagne expérimentale menée avec l'effluent synthétique.

#### III.1.4.5.1 Performances en régime stabilisé à 11°C

En régime stabilisé, pour une température de 11°C, nous pourrons retenir les valeurs présentées dans le Tableau III-5.

Paramètre	Unité	Valeurs	à retenir
Age de boue	j	15	12
Charge massique	kg DBO <sub>5</sub> .(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.115	0.14
Charge volumique en azote	mgN.(L.j)⁻¹	130	160
Durée d'aération requise	h/j	13.5	15
Azote ammoniacal en sortie	mg N/L	< 5	< 10

Tableau III-5 : Valeurs à retenir pour une nitrification poussée à 11°C (ERU)

Pour un âge de boue de 15 jours et une charge volumique en azote de 130 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, une durée journalière d'aération de 13.5h/j est requise pour assurer une nitrification poussée (concentration de sortie en ammonium inférieure à 5 mgN/L). Pour un âge de boue de 12 jours, une charge volumique en azote de 160 mgN.(L.j)<sup>-1</sup>, une durée d'aération journalière de 15h/j est nécessaire pour maintenir la nitrification. Une élimination moins complète est cependant obtenue (concentration de sortie en ammonium inférieure à 10 mgN/L), faisant apparaître une limite à la réalisation de la nitrification.

Pour une température de 11°C, la vitesse de nitrification maximale a été comprise entre 6 et 9 mg  $N.(L.h)^{-1}$ , soit entre 1.9 et 2.7 mg  $N.(g MVS.h)^{-1}$ , mais ces valeurs sont spécifiques au ratio DCO/NTK de l'intrant (valeur prise : 6).

#### III.1.4.5.2 Critères déterminants des performances de nitrification

Correctement prédite par la « formule du binôme » (Duchène, 1999), la production de boue engendrée par le traitement de l'eau usée urbaine correspond aux valeurs généralement mesurées sur sites réels. Le pilote a fonctionné à des âges de boue comparables à ceux que l'on aurait mesuré sur une installation réelle fonctionnant aux mêmes charges massiques. La sélection appliquée aux bactéries autotrophes est donc transposable à une installation réelle fonctionnant dans ces conditions.

A âge de boue et température donnés, une valeur minimale de durée journalière d'aération est nécessaire pour maintenir la nitrification. La diminution de l'âge des boues sans compensation par une augmentation de la durée d'aération entraîne une diminution de la concentration en biomasse autotrophe provoquant un accroissement rapide et durable de la concentration en ammoniaque résiduelle.

#### III.1.4.5.3 Paramètres influençant les performances de nitrification

Le ratio DCO/NTK de l'intrant a un effet direct sur la concentration en biomasse autotrophe des boues et donc sur la vitesse maximale de nitrification. Lorsque la durée d'aération appliquée est suffisante et le ratio DCO/NTK constant, la vitesse maximale de nitrification reste pratiquement inchangée lorsque l'âge des boues diminue. En effet, l'augmentation de

charge massique qui l'engendre s'accompagne d'une augmentation de la charge volumique en azote dont la nitrification créé un surplus de biomasse autotrophe et compense l'augmentation du rythme des extractions.

Le taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe ( $\mu_{A, maxi}$ ) a pris une valeur constante : 0.22  $\pm$  0.02 j<sup>-1</sup>. Les valeurs d'équilibre des vitesses et des concentrations en biomasse autotrophe sont atteintes après une vingtaine de jours d'application des mêmes conditions de fonctionnement.

# III.1.5 Conclusions et limites de la démarche expérimentale suivie

Malgré tous les avantages que procure l'expérimentation sur pilote, le maintien de conditions de fonctionnement stabilisé est long et difficile à mener à terme. Les incertitudes de mesures des paramètres suivis sont importantes. En toute rigueur, les comparaisons et interprétations que l'on peut effectuer à partir de ces résultats restent au stade des constats qualitatifs. Les vitesses obtenues sur l'installation expérimentale ont pris des valeurs différentes de celles que l'on aurait pu mesurer sur une installation réelle :

- Avec l'effluent synthétique, l'âge des boues a été favorable à la nitrification car la production de boue était deux fois plus faible que celle généralement mesurée sur installation réelle ;
- Trop riche en azote (le ratio DCO/NTK était deux fois plus faible que celui d'un effluent classique), l'effluent réel utilisé a développé une biomasse autotrophe plus abondante que celle que l'on aurait pu mesurer sur installation réelle aux mêmes charges massiques.

En plus d'être dépendant de la température et de l'âge des boues, la vitesse maximale de nitrification est aussi déterminée par les paramètres « charge volumique en azote » et « durée d'aération » dont les valeurs modifient la concentration en biomasse autotrophe. Lors du dimensionnement et de la gestion d'une installation de traitement, il est donc essentiel de tenir compte de ces paramètres pour déterminer la valeur réelle de la vitesse de nitrification que l'on peut attendre.

Pour mieux connaître et mieux prédire la valeur de la vitesse maximale de nitrification, le procédé de traitement par boues activées a dans la suite été étudié en utilisant un outil de simulations dynamiques intégrant, dans ses équations, les effets de tous ces paramètres. Réalisés à partir des nombreuses données expérimentales acquises en continu, la réévaluation de certains des paramètres du modèle et l'évaluation de ses prédictions sont exposées dans le prochain chapitre.

#### **III.2** OUTIL DE SIMULATION DYNAMIQUE

Le modèle ASM1, dont les relations cinétiques traduisent l'activité des cultures épuratrices autotrophes et hétérotrophes, fait référence dans le domaine du traitement biologique de l'azote. Nous l'avons mis en œuvre à la fois pour son aptitude à intégrer un grand nombre de paramètres et pour sa capacité de prédiction dynamique.

Les coefficients du modèle ont été adaptés à partir des résultats expérimentaux présentés au III.1.4 (données acquises en régime stabilisé) et de campagnes de prélèvements approfondies spécifiques (II.3.1.2.2). Dans le cas des conditions expérimentales testées, la pertinence de l'outil a ensuite été étudiée pour mettre en avant la précision de ses prédictions et la rigueur d'utilisation nécessaire. Enfin, l'impact des principaux paramètres de gestion sur les performances de nitrification a été recherché pour permettre de confirmer et préciser les observations expérimentales.

# III.2.1 Adaptation de l'outil numérique sur effluent réel

L'adaptation du modèle ASM consiste en la détermination de ses paramètres. Dans ce but, les variables d'entrée et les variables internes ont été déterminées soit par voie expérimentale, soit pas voie numérique (II.3).

## III.2.1.1 Fractionnement de l'effluent brut

Le fractionnement de la DCO de l'effluent appliqué a été effectué par la méthode présentée au paragraphe I.2.2.2.1.1.

#### III.2.1.1.1 Evolution des concentrations dans le réacteur fermé

Les concentrations en DCO brute et filtrée mesurées au cours des 25 jours d'incubation de l'effluent brut dans un réacteur aéré sont présentées Figure III-11.



Figure III-11 : Evolution de la DCO brute et filtrée dans le réacteur

Les trois valeurs de DCO filtrée mesurées à la fin du test sont comprises entre 45 et 50 mg  $O_2/L$ . Pendant la même période, la concentration moyenne de DCO filtrée en sortie d'installation était comprise entre 48 et 58 mg DCO/L (5 valeurs). Ces valeurs sont concordantes.

#### III.2.1.1.2 Détermination des fractions

Les fractions ont été calculées pour chaque mesure de concentration en DCO mesurée. Un encadrement de la valeur « vraie » de chaque fraction a donc ainsi été obtenu. Les fractions Xs et Xi ont été calculées à partir de la valeur par défaut du rendement de la DCO ( $\rho_a = 0.134$ ) dont le calcul est présenté en *Annexe XI*. D'autres valeurs ont été utilisées pour mesurer l'impact de ce choix sur les valeurs des fractions (détails en *Annexe XI*). Le Tableau III-6 présente, par rapport à la DCO totale, les gammes de valeurs obtenues, ainsi que la valeur choisie et les valeurs généralement rencontrées dans la littérature.

Fractions	Mesures dont dépend la valeur des fractions	Valeurs mini - maxi obtenues d'après mesures	Valeur choisie pour les simulations	Valeur de la littérature
Ss	DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale	22 à 24 %	22.5%	7 à 30 %
Xs	DCO <sub>totale</sub> initiale DCO <sub>totale</sub> finale DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale rendement	62 à 68 % pour $0.12 < \rho_a < 0.15$ 62 à 72 % pour $0.10 < \rho_a < 0.2$	65.0%	40 à 60 %
Si	DCO <sub>filtrée</sub> finale	5.9 à 6.6 %	6.5%	6 à 13 %
Xi	DCO <sub>totale</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale rendement	4 à 7 % pour 0.12 < $\rho_a$ < 0.15 0 à 9 % pour 0.1 < $\rho_a$ < 0.2	6.0%	8 à 13 %

Tableau III-6 : résultats du fractionnement de la DCO totale de l'effluent brut

Les résultats obtenus sont situés dans la fourchette de valeurs généralement déterminée pour les effluent domestiques (Henze *et al.*, 1986; Lesouef *et al.*, 1992; Stricker, 2000). La fraction Xs est légèrement plus importante que les valeurs classiques au détriment d'une fraction Xi plus faible.

#### III.2.1.1.3 Discussion

Stricker (2000) a montré l'importance du fractionnement sur les prédictions du modèle :

- Connaître la fraction Si<sub>0</sub> de l'effluent brut est incontournable pour prédire la DCO filtrée en sortie d'installation ;
- L'élimination de l'azote ammoniacal n'est pas significativement sensible aux fractions de DCO en entrée, alors que celle des nitrates dépend significativement de la biodégradabilité de la DCO entrante.

L'impact des valeurs des fractions étant peu significatif sur la nitrification, mais la durée et la quantité d'analyses nécessaires étant importantes, l'expérimentation de fractionnement n'a été réalisée qu'une seule fois en période où les concentrations étaient normales. Les pourcentages obtenus ont cependant été utilisées en période de pluie (III.1.4.1) ce qui suppose que la composition de la pollution carbonée n'a subi qu'une simple dilution. Les prélèvements ayant toujours été effectués à la même heure et au même endroit sur un réseau séparatif pouvant capter des eaux de nappe à certaines périodes, cette hypothèse est acceptable.

# III.2.1.2 Ajustement des paramètres du modèle

#### III.2.1.2.1 Principe

La démarche adoptée et présentée dans la méthodologie a permis d'aboutir aux valeurs les plus fiables des paramètres du modèle ASM1. Elle est rappelée de façon schématique sur la Figure III-12.

#### III.2.1.2.2 Détermination des variables d'entrée

Pour la pollution carbonée, les concentrations en Ss, Xs, Si et Xi sont déterminées à partir de la concentration en DCO totale à laquelle est appliquée les résultats de fractionnement obtenus (III.2.1.1). Pour la pollution azotée, Snd et Xnd sont déduites de la concentration en azote Kjeldahl et ammoniacal mesurées sur l'effluent brut et des fractions carbonées (*Annexe I*).

Les autres variables d'entrée sont des valeurs de débits et des temps de fonctionnement de l'aérateur ou bien des pompes d'alimentation et de recyclage. Les valeurs sont intégrées dans le modèle telles qu'elles sont mesurées sur l'installation.



#### III.2.1.2.3 Détermination des valeurs initiales

Les effets des paramètres de gestion (charges appliquées, âges des boues, durées d'aération) sur les concentrations en biomasse établies sont obtenus par des simulations de longue durée dite « en régime permanent ». Elles consistent à :

- Décrire le fonctionnement moyen de l'installation (le fractionnement III.2.1.1 est appliqué aux concentrations moyennes présentées dans le Tableau III-2);
- Ajuster le débit d'extraction des boues permettant de reproduire les quantités de boue présentes dans les bassins conformément à la réalité.

Les valeurs des concentrations obtenues au terme de ce type de simulation de longue durée sont généralement considérées comme valeurs initiales pour les variables non mesurables.

Le Tableau III-7 et les Figure III-14 présentent les caractéristiques des quatre périodes de fonctionnement reproduites dans le modèle et les confrontent aux valeurs imposées lors de l'expérimentation.

			Valeurs ex	cpérimentales	Valeurs Modèle
			moyenne	mini - maxi	
	Cm(DCO)	kgDCO.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.23	0.20 - 0.27	0.24
ō	Cv(N)	mgN.(L.j) <sup>-1</sup>	130	105 - 155	130
Ř	SRT	j	15	14.5 - 17.5	15.2
	Masse de boue totale	g MVS	415	396 - 418	420
	Cm(DCO)	kgDCO.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.3	0.24 - 0.34	0.29
	Cv(N)	mgN.(L.j) ⁻¹	165	120 - 190	161
R	SRT	j	11	9.6 - 11.5	12
	Masse de boue totale	g MVS	405	396 - 414	422
~	Cm(DCO)	kgDCO.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.3	0.27 - 0.35	0.31
ň	Cv(N)	mgN.(L.j) ⁻¹	185	145 - 195	185
R	SRT	j	10.3	9.5 - 126	12
	Masse de boue totale	g MVS	405	365 - 430	400
<del></del>	Cm(DCO)	kgDCO.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.37	0.33 - 0.39	0.37
ñ	Cv(N)	mgN.(L.j) <sup>-1</sup>	185	185 - 205	185
Ř	SRT	j	9	7.8 - 9.1	9.7
	Masse de boue totale	g MVS	405	365 - 479	398

Tableau III-7 : Comparaison des conditions de fonctionnement numériques et expérimentales



Figure III-13 : Valeurs expérimentales et numériques des charges massiques et volumiques appliquées



Figure III-14 : Valeurs expérimentales et numériques âges et masses de boues

Au cours des quatre phases, les charges appliquées sont reproduites de façon conforme à la réalité. En ce qui concerne la gestion de la boue, l'hypothèse du régime permanent est vérifiée au cours des trois premières phases. Pour la quatrième, la masse de boue a varié dans une amplitude importante ne permettant pas de reproduire, par le procédure du régime permanent classique, les observations réelles.

A ce stade, il est alors possible d'ajuster les paramètres biologiques : taux de croissance, taux de décès et accès aux substrats.

#### III.2.1.2.4 Résultats obtenus à partir du jeu de paramètres par défaut

Les huit campagnes de prélèvements détaillés effectuées dans le bassin d'aération (II.3.1.1.1.2) peuvent être classées en deux catégories : celles pour lesquelles la nitrification a été poussée, celles pour lesquelles elle n'a été que partielle. Pour chacune d'entre elles, le jeu de paramètres par défaut a été adopté en première approche. Après présentation et analyse des résultats obtenus, nous montrons la nécessité de modifier quatre des paramètres afin d'obtenir un jeu de valeurs unique permettant de simuler l'ensemble des campagnes de prélèvements détaillés.

La réalisation de simulations à partir du jeu de paramètres par défaut (*Annexe I*) fournit les résultats des Tableau III-8 et Tableau III-9 et les Figure III-15 et Figure III-16.

#### III.2.1.2.4.1 Cas de la nitrification poussée

Tableau III-8 : Cas d'une nitrification poussée. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres par défaut

Variable	Unité	Résultats obtenus avec les paramètres par défaut	Mesure expérimentale	
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	256	240	
$[N-NH_4^+]_s$	mg N/L	3.6	3.5	
[N-NO <sub>x</sub> ]s	mg N/L	19.6	21	
V <sub>L, maxi</sub>	mg N.(L.h) <sup>-1</sup>	13.3	10.3	



Figure III-15 : Evolution des formes azotées dans le bassin d'aération obtenue avec le jeu de <u>paramètres par</u> <u>défaut</u> dans le cas d'une **nitrification poussée** 

L'écart entre les valeurs de concentrations simulées et mesurées dans le bassin d'aération est faible (Figure III-15) : la somme des valeurs absolues des écarts est de 35 pour les nitrates et de 40 pour l'ammoniaque. Les simulations effectuées à partir du jeu de paramètres par défaut fournissent des prédictions de la concentration en biomasse autotrophe et des concentrations moyennes de sortie conformes aux mesures expérimentales. En revanche, la vitesse maximale de nitrification prévue par le modèle est 30 % supérieure à la valeur mesurée.

#### III.2.1.2.4.2 Cas de la nitrification partielle

Variable	Unité	Résultats obtenus avec les paramètres par défaut	<sup>2</sup> Mesure expérimentale
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	288	185
$[N-NH_4^+]_s$	mg N/L	5.8	18
[N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub>	mg N/L	38.3	15
$V_{L, maxi}$	mg N.(L.h) <sup>-1</sup>	15.0	7.2

Tableau III-9 : Cas d'une nitrification incomplète.

Résultats obtenus avec les paramètres par défaut



Figure III-16 : Evolution des formes azotées dans le bassin d'aération obtenue avec le jeu de <u>paramètres par</u> <u>défaut</u> dans le cas d'une **nitrification incomplète** 

L'écart entre les valeurs de concentrations simulées et mesurées est important (Figure III-16). La somme des valeurs absolues des écarts est de 214 sur l'ammoniaque et de 356 sur les nitrates. Les simulations effectuées à partir du jeu de paramètres par défaut prévoient une nitrification complète alors que les mesures témoignent d'une nitrification partielle. La concentration en biomasse autotrophe prévue et les concentrations moyennes de sortie sont radicalement différentes des mesures expérimentales. La vitesse maximale de nitrification prévue par le modèle est deux fois plus élevée que la valeur mesurée. Le taux de croissance maximal des autotrophes paraît surestimé par rapport à la valeur réelle.

Dans les deux cas étudiés, les valeurs par défaut des paramètres ne conviennent pas complètement. Pour améliorer les prévisions du modèle, les valeurs de certains des paramètres ont du être modifiées.

#### III.2.1.2.5 Effets de l'ajustement des paramètres

Ce chapitre présente les effets de la modification du taux de croissance maximal des autotrophes et de trois constantes de demi-saturation dont les nouvelles valeurs constituent un jeu de paramètres unique pour l'ensemble des campagnes de prélèvements détaillés.

#### III.2.1.2.5.1 Cas de la nitrification poussée

Modifié seul (de 0.3 à 0.22 j<sup>-1</sup>), le taux de croissance maximal des autotrophes augmente l'écart entre la courbe de concentrations simulées et les mesures. Mais, en réduisant aussi les constantes de demi-saturation  $K_{NH}$  (de 1 à 0.05 mgN/L),  $K_{OH}$  (de 0.2 à 0.05 mgN/L) et en augmentant  $K_S$  (de 20 à 30 mg/L), l'ajustement est meilleur qu'avec le jeu de paramètres par défaut (Figure III-17, la somme des valeurs absolues des écarts est de 18 pour l'ammoniaque et de 29 pour les nitrates).

La diminution de  $K_{NH}$  rend l'accès de l'azote ammoniacal plus facile aux bactéries ce qui permet de développer une concentration en biomasse autotrophe plus importante et provoque une augmentation de la vitesse de nitrification instantanée. La diminution de  $K_{OH}$  rend l'accès des bactéries hétérotrophes à l'oxygène plus facile et permet de supprimer totalement la dénitrification en présence d'oxygène. L'augmentation de  $K_s$  permet l'ajustement de la vitesse de dénitrification pendant les phases d'anoxie.



Figure III-17 : Ajustement des paramètres du modèle lorsque la **nitrification est poussée** L'utilisation d'un taux de croissance maximal ( $\mu_{A, maxi}$ ) de 0.22 j<sup>-1</sup> et d'une constante de demisaturation (K<sub>NH</sub>) de 0.05 mgN/L fournit les résultats du Tableau III-10.

Variable	Unité	jeu de paramètres modifié	Mesure expérimentale
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	260	240
$[N-NH_4]$ s	mg N/L	1.8	3.5
[N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub>	mg N/L	24.6	21
$V_{L, maxi}$	mg N.(L.h) <sup>-1</sup>	9.9	10.3

Tableau III-10 : Nitrification incomplète. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres modifiés

La nitrification obtenue avec ces nouvelles valeurs des paramètres est plus poussée qu'avec le jeu par défaut. En sortie, les concentrations moyennes en azote ammoniacal sont plus faibles et plus élevées en nitrates. La valeur de vitesse maximale obtenue est plus proche de la valeur expérimentale. La réduction du taux de croissance maximal des autotrophes de 35 % a provoqué une diminution de la vitesse de nitrification dans la même proportion. Cette variation signifie, d'une part, que la valeur du taux de croissance réel est restée la même quelle que soit la valeur du taux de croissance maximal, et d'autre part, que la concentration en biomasse autotrophe est restée inchangée. Ces évolutions s'expliquent par la limitation imposée par le substrat azoté car la nitrification est totale dans les deux cas.

#### III.2.1.2.5.2 Cas de la nitrification incomplète

L'adoption d'un taux de croissance maximal plus faible que celui proposé par défaut pour les autotrophes réduit significativement l'écart entre la courbe de concentrations simulées et les mesures expérimentales (Figure III-18). La diminution de  $K_{NH}$  n'a aucune influence sur l'ajustement car le substrat azoté n'est pas limitant. La somme des valeurs absolues des écarts est de 16 pour l'ammoniaque et de 34 pour les nitrates, soit dix fois moins que les valeurs obtenues avec les valeurs par défaut.



Figure III-18 : Ajustement des paramètres du modèle lorsque la **nitrification est incomplète** L'utilisation d'un taux de croissance maximal ( $\mu_{A,maxi}$ ) de 0.22 j<sup>-1</sup> et d'une constante de demisaturation (K<sub>NH</sub>) de 0.05 mgN/L fournit les résultats du Tableau III-11.

Variable	Unité	Unité jeu de paramètres modifié	
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	180	185
$[N-NH_4^+]_s$	mg N/L	26	18
[N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub>	mg N/L	24	15
$V_{L, maxi}$	mg N.(L.h) <sup>-1</sup>	7.4	7.2

Tableau III-11 : Nitrification incomplète. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres modifié

Lorsque la nitrification est partielle, la modification du taux de croissance des autotrophes provoque une réduction de la concentration de cette biomasse car le flux nitrifié journalier est réduit. De ce fait, réduire le taux de croissance maximal des autotrophes de 35 % a provoqué une diminution de la vitesse de nitrification de 50 % par rapport à celle obtenue avec le jeu de paramètres par défaut. La valeur de vitesse maximale obtenue est plus proche de la valeur expérimentale mesurée. Les concentrations moyennes en sortie en azote ammoniacal et en nitrates sont différentes des valeurs expérimentales mais plus proches qu'avec le jeu de paramètres par défaut.

#### III.2.1.2.6 Déduction d'une technique d'ajustement

Les conclusions issues des observations précédentes permettent de dégager une technique d'ajustement des paramètres du modèle ASM1 en fonction du niveau de nitrification établi et du nombre de séquences de prélèvements détaillés disponibles.

#### *III.2.1.2.6.1 Influence du niveau de nitrification*

Lorsque la nitrification est poussée, la modification du jeu de paramètres n'améliore pas de façon significative les prévisions du modèle. La seule incohérence indiquant le mauvais choix des paramètres porte sur la vitesse maximale de nitrification. La diminution du taux de croissance des autotrophes n'affecte pas la concentration de cette biomasse. Elle induit une diminution de la vitesse maximale de nitrification dans la même proportion.

Lorsque la nitrification est partielle, la modification du taux de croissance maximal des autotrophes améliore significativement les prévisions numériques. La diminution du taux de croissance des autotrophes modifie la concentration de cette biomasse et induit une plus forte diminution de la vitesse maximale de nitrification. Dans cette situation, il n'est pas possible d'ajuster les valeurs des constantes de demi-saturation car les substrats ne sont pas limitants.

#### *III.2.1.2.6.2 Influence du nombre de jeu de données disponibles*

Lorsque plusieurs séquences de prélèvements sont disponibles pour caler le jeu de paramètres biologiques, il est préférable de débuter par les campagnes où la nitrification est incomplète afin d'obtenir la valeur du taux maximal de croissance des autotrophes. Cette valeur pourra être utilisée dans les campagnes où la nitrification est totale pour ajuster les valeurs des constantes de demi-saturation. Lorsqu'on souhaite caler les paramètres du modèle à partir d'une seule campagne de prélèvements sur une installation où la nitrification est poussée, il peut être utile de modifier le séquençage de l'aération. En augmentant les périodes d'anoxie, l'azote ammoniacal s'accumule ce qui permet l'ajustement du taux de croissance maximum des autotrophes. En les diminuant, l'azote ammoniacal se raréfie ce qui permet de caler les constantes de demi-saturation.

#### III.2.1.2.7 Calage et Validation - Jeu de paramètres retenu

Les quatre périodes de fonctionnement sont caractérisées par l'application de paramètres stabilisés (charges et âges des boues). Chacune de ces périodes a fait l'objet de deux campagnes de prélèvements : l'une effectuée au bout de 20 jours, l'autre au bout de 40 jours. Les paramètres ajustés lors des campagnes effectuées après 40 jours de stabilisation permettent de simuler l'évolution des formes azotées lors des campagnes effectuées au bout de 20 jours à partir de la seule connaissance des temps des variables d'entrée (aération et effluent) et des valeurs initiales des concentrations. Le même jeu de paramètres convient

pour simuler l'ensemble séquences de prélèvements (*Annexe XII*). Les valeurs des paramètres calés sont ainsi validées.

Un taux de croissance maximal de  $0.22 \text{ j}^{-1}$  convient pour simuler les trois premières phases de fonctionnement. Au cours de la phase 4, et dans l'hypothèse où la quantité de boue y a été maintenue constante, cette valeur est trop faible pour maintenir la nitrification : un taux de croissance maximal de  $0.285 \text{ j}^{-1}$  serait nécessaire conformément aux résultats obtenus par la méthode des bilans. Toutefois, en tenant compte des fluctuations de la masse de boue (de 25 % autour de la valeur cible), un taux de croissance maximum de  $0.22 \text{ j}^{-1}$  convient car une concentration en autotrophe 30 % supérieure à la valeur obtenue en régime permanent s'établit.

Parmi les valeurs du jeu de paramètres par défaut à 10°C (Henze *et al.*, 1986), seules quatre d'entre elles ont été modifiées (Tableau III-12). Les modifications de  $\mu_{A, maxi}$  et de  $K_{NH}$  permettent une meilleure prédiction des concentrations en azote ammoniacal. La modification des valeurs de  $K_{OH}$  et de  $K_s$  permet une meilleure adéquation de l'évolution des nitrates lors de la dénitrification.

Paramètre modifié	Unité	Valeur par défaut à 10°C	Valeur après calage	Signification physique du changement
	r <sup>1</sup>	0.00	0.00	Nitrification :
μA, maxi	J	0.30	0.22	Biomasse autotrophe plus sensible aux extractions de boue
К <sub>он</sub>	mg O₂⁄L	0.20	0.05	Déroulement de la <b>Dénitrification</b> en anoxie stricte : oxygène davantage disponible (réaction d'ordre zéro)
K <sub>NH</sub>	mg N-NH₄/L	1.00	0.05	<b>Nitrification</b> : Azote ammoniacal davantage disponible (réaction d'ordre zéro)
V	ma DCO/l	20.0	20.0	Dénitrification :
r\ <sub>s</sub>	Ing DCO/L	20.0	30.0	DCO facilement assimilable moins accessible

Tableau III-12	: Paramètres i	modifiés
----------------	----------------	----------

Les simulations obtenues avec ce nouveau jeu de paramètres sont présentées en *Annexe XII*. La détermination de la précision de la méthode fait l'objet du paragraphe suivant.

# **III.2.2** Pertinence des prédictions numériques

La pertinence des résultats fournis par le modèle a été évaluée par comparaison avec les valeurs expérimentales (concentrations en biomasse, vitesses de nitrification, concentrations en sortie) obtenues au cours des états stabilisés établis (III.1.4). La précision avec laquelle la valeur du taux de croissance a été déterminée a ensuite été évaluée.

## III.2.2.1 Précision des prévisions

#### III.2.2.1.1 Résultats des simulations en régime permanent

Les résultats numériques obtenus à l'issue de la procédure de régime permanent sont présentées Tableau III-13. Au cours des périodes RP1 et RP4, on peut distinguer deux sous périodes différenciées par la durée d'aération appliquée ou la masse de boue établie respectivement. Au cours de la période RP1, deux durées d'aération ont été appliquées : 13h30 et 10h30 ; au cours de la période RP4, la masse de boue n'a pas été maintenue constante : passage de 400 à 475 gMVS (soit +20 %), puis retour à 400 gMVS.

			RP 1 1 <sup>ère</sup> campagne	RP 1 2 <sup>ième</sup> campagne	RP 2	RP 3	RP 4 1 <sup>ère</sup> campagne	RP 4 2 <sup>ième</sup> campagne
us es	SRT	j	15	15	12	12.1	9.8	9.8
lué	C <sub>v</sub> (N)	mgN.(L.j)-1	130	130	160	185	185	185
pliq	C <sub>m</sub>	kgDBO₅.(kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0.090	0.089	0.108	0.116	0.137	0.137
api	D <sub>aer</sub>	h/j	13:30	10:30	15:00	14:00	13:15	13:15
Variables biologiques	μ <sub>A, maxi</sub> X <sub>B,A</sub> V <sub>L, maxi</sub>	j <sup>-1</sup> mg DCO/L mgNnit.(L.h) <sup>-1</sup>	0.22 260 9.9	0.22 204 7.8	0.215 243.5 9.1	0.215 198.3 7.4	0.225 198 7.6	0.225 148 5.78
Concentration en sortie	[N-NH4 <sup>+</sup> ] <sub>s</sub> [N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub> DCO <sub>s</sub> <sup>filtrée</sup> MES <sub>s</sub>	mgN/L mgN/L mgDCO/L mgMES/L	1.8 24.6 45 19	7.4 16 45 19	3.1 24.7 46.1 18.4	26.1 23.9 55.1 18	25.8 15.75 60 17.1	33.5 10.5 60 17.1

Tableau III-13 : Bilan des résultats numériques obtenus en régime permanent

#### III.2.2.1.2 Comparaison aux mesures expérimentales

#### III.2.2.1.2.1 Variables biologiques

La Figure III-19 confronte les valeurs numériques aux valeurs expérimentales mesurées : concentration et taux de croissance de la biomasse autotrophe et vitesse maximale de nitrification.



Figure III-19 : Adéquation entre les valeurs expérimentales et numériques

Nous constatons que les valeurs déterminées par simulations et par expérimentations sont concordantes. La Figure III-20 présente l'écart relatif des valeurs numériques par rapport aux valeurs expérimentales.



Figure III-20 : Ecart entre les valeurs expérimentales et numériques

La Figure III-20 montre que les valeurs prises par la vitesse maximale de nitrification sont 5 % inférieures aux valeurs expérimentales. Cet écart est faible. Il résulte de différences plus importantes portant sur la concentration et sur le taux de croissance de la biomasse autotrophe, mais dont les effets sont antagonistes et se compensent :

- la concentration en biomasse autotrophe déterminée par le modèle fournit des valeurs 10 à 15 % supérieures à celles déterminées par la méthode des bilans. Cette différence signifie que le flux d'azote nitrifié est surévalué, et donc que la concentration en azote ammoniacal en sortie calculée doit être inférieure à celle mesurée par voie expérimentale ;
- le taux de croissance maximum obtenu par calage prend des valeurs 10 % supérieures à celles déterminées par voie expérimentale.

#### III.2.2.1.2.2 Concentrations azotées en sortie

La Figure III-21 confronte les concentrations moyennes journalières simulées aux valeurs obtenues au cours de la campagne d'expérimentations pilote (azote ammoniacal et en nitrates).



Figure III-21 : Evolution des concentrations en azote minérale en sortie du pilote

Dans les trois premières phases, les prévisions numériques sont conformes avec les tendances prises par les valeurs mesurées. Dans la dernière en revanche, l'écart entre les prévisions numériques et les mesures est plus important. Cet écart s'explique par la mauvaise stabilité de la gestion de la boue au cours de cette phase (III.1.4.4.1.1) alors que nous avons considéré pour le modèle que le régime stabilisé était établi (III.2.1.2.3). Si les concentrations calculées se situent dans une gamme compatible avec les valeurs mesurées, ces observations mettent en évidence que **pour que les prédictions numériques soient fiables, la description du fonctionnement de l'installation fournie au modèle doit correspondre au fonctionnement du système réel.** 

# III.2.2.2 Sensibilité à la description des conditions de fonctionnement

La valeur du taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe est située au cœur de la pratique de dimensionnement des *boues activées*. Lors du calage, ce paramètre a été modifié (initialisation en régime permanent, puis ajustement des concentrations simulées sur des mesures expérimentales). Pour cela, nous avons déterminé le débit d'extraction de façon à ce que les masses de boues reproduites dans le modèle soient conformes à la réalité. Or, l'impact de la gestion de la boue a un rôle décisif sur les performances de

nitrification établies. Il est important que sa description soit effectuée de façon rigoureuse afin que la valeur de  $\mu_{A, maxi}$  déterminée soit la plus proche possible de la valeur vraie.

Sans changer les variables d'entrée (flux carbonés et azotés admis), nous avons quantifié l'écart qu'entraîne un changement de longue durée de la gestion de la boue sur les principales variables du système. Pour cela, nous avons modifié le débit d'extraction des boues de  $\pm$  10 % autour de sa valeur d'équilibre (7 L/j). Les résultats sont présentés dans Tableau III-14.

Débit extraction	MES Bassin d'Aération	C <sub>m</sub> (en DCO)	Masse de boue totale	SRT	$X_{B,A}$	μ <sub>A, maxi</sub>	[N-NH4 <sup>+</sup> ]s	[N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub>
L⁄j	g/L	kgDCO	kg MVS	j	mgDCO/L	آ <sup>1</sup>	mgN/L	mgN/L
		.(kgMVS.j)⁺						
7	3.9	0.249	417	17.6	229	0.22	7.3	13.8
+ 10 %	-6%	+ 5 %	-6%	- 13 %	-7 %	+7 %	-4 %	+ 3 %
– 10 %	+6%	-7%	+ 5 %	+6%	+3 %	-7%	+7%	-4 %

Tableau III-14 : Impact d'une modification du débit d'extraction de boue sur les principales variables

Nous constatons que le débit d'extraction **influence inégalement l'estimation des conditions de fonctionnement** (âge des boues et charge massique) et **des variables** (concentrations de sortie, en boue et en biomasse autotrophe), ce qui **perturbe finalement l'estimation du taux de croissance maximum des autotrophes** :

- Une <u>surestimation</u> du débit d'extraction des boues de +10 % provoque une augmentation de 5% de la charge massique, et une diminution de 6 % de la masse et de la concentration en boue. En revanche, l'âge de boue diminue de 13 % car il intègre à la fois l'effet sur le taux de boue et sur le débit extrait. Il est nécessaire d'ajuster la valeur de l'âge des boues de façon conforme à la réalité. Une <u>sous estimation</u> du débit d'extraction des boues de -10 % provoque une diminution de 7% de la charge massique, et une augmentation de 5 à 6 % de la masse et de la concentration en boue. L'âge de boue diminue de 6% ;
- La valeur du taux de croissance maximal des autotrophes déterminée par cette méthode est influencée par la rigueur d'ajustement du débit d'extraction des boues. Une surestimation du débit d'extraction de +10 % (respectivement –10 %) provoque un surévaluation du taux de croissance de +7 % (respectivement –7 %) pour compenser la diminution de la concentration en biomasse autotrophe de –7 % (respectivement +7 %);
- L'impact sur les concentrations de sortie est de –4 % sur l'ammoniaque et +3 % sur les nitrates pour une surestimation du débit d'extraction de 10 %. Ces amplitudes sont les plus faibles, ce qui confirme qu'il est préférable d'ajuster les paramètres sur les concentrations du bassin d'aération plutôt que sur les concentrations de sortie (Kristensen *et al.*, 1998; Stricker, 2000).

On en déduit donc que la précision avec laquelle le taux de croissance maximal des autotrophes est déterminé lors du calage du modèle ASM1 est tributaire d'une reproduction de la gestion de la boue conforme à la réalité lors de l'initialisation. Pour minimiser les erreurs d'estimation, l'âge des boues est le paramètre qu'il est nécessaire de reproduire avec précision. La valeur de  $\mu_{A, maxi}$  est obtenue par cette technique avec une erreur de  $\pm$  7 % pour une erreur d'estimation du débit d'extraction de  $\pm$  10 %. Un tel écart étant repérable, le calage du modèle permet d'atteindre une précision supérieure à celle atteinte par la méthode des bilans dont la précision d'évaluation du taux de croissance des autotrophes est de  $\pm$ 10 % (Figure III-9).

# III.2.3 Application des simulations pour l'interprétation des modifications du potentiel de nitrification

Les campagnes expérimentales ont montré que la vitesse maximale de nitrification est fortement sensible aux conditions de fonctionnement imposées (III.1.3.4 et III.1.4.5). Par ailleurs, cette caractéristique de la boue s'est montrée difficile à déterminer car les pentes de production de nitrates et de disparition de l'ammoniaque se distinguent par une différence importante (III.1.4.3.1 et *Annexe VII*).

L'outil de simulations a été mis en œuvre de façon à effectuer une analyse approfondie permettant de renforcer et interpréter ces constats expérimentaux

# III.2.3.1 Paramètres agissant sur les performances de nitrification

Pour confirmer les rôles de paramètres énoncés jusqu'à présent (durée d'aération, charge volumique en azote, âge de boue, charge massique,), des simulations numériques ont été effectuées en régime permanent. Les résultats obtenus sont présentés dans les paragraphes ci-dessous.

## III.2.3.1.1 Influence des paramètres de fonctionnement : durée d'aération et charge volumique en azote

#### *III.2.3.1.1.1 Influence de la durée d'aération journalière*

Le Figure III-22 illustre les performances de traitement établies à différentes durées d'aération journalière. L'âge de boue est de 15 jours, la charge volumique en azote de 130 mgN.(L.j)<sup>-1</sup> et la température de 11°C.



Figure III-22 : Influence de la durée d'aération sur les performances de nitrification (SIM)

Pour maintenir une nitrification poussée, les résultats de simulation montrent qu'une durée minimum de 11 heures d'aération journalière est nécessaire (soit 11h40 de présence d'oxygène). Une valeur inférieure ne permet pas de maintenir la nitrification. Au-dessus de cette valeur, les performances de traitement s'améliorent au fur et à mesure que la durée d'aération augmente, mais les variations sont de plus en plus faibles.

Durant la période expérimentale RP1, la charge massique appliquée était de 0.09 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (SRT = 15 j) et la température de 11°C. La diminution de la durée d'aération à 9h45 (soit 11h10 de présence d'oxygène légèrement inférieure au 11.4h théoriques) a entraîné une décroissance de la concentration en biomasse autotrophe dans le système (III.1.3.3.1.1). L'augmentation de la durée journalière d'aération à 10h30 a inversé la tendance (III.1.4.2.2.1). Les résultats de simulations paraissent donc cohérents avec les résultats expérimentaux.

#### III.2.3.1.1.2 Influence de la charge volumique en azote

La Figure III-23 présente les résultats numériques obtenus pour différentes charges volumiques en azote à charge carbonée constante. Les variations ont été réalisées par modification du ratio DCO/NTK à âge de boue constant de 15 jours, pour une durée d'aération de 15h/j et une température de 11°C.



Figure III-23 : Influence de la charge volumique en azote sur les performances de nitrification (SIM)

Nous obtenons une relation linéaire entre la vitesse maximale de nitrification et la charge volumique en azote dont le coefficient de linéarité vaut 0.0696. Cette valeur est 10 % supérieure à la valeur proposée par FNDAE (2002).

Les valeurs prises par les paramètres, dont le rôle est étudié ci-dessus, dépendent des facteurs de gestion (charge massique appliquée et durée d'aération). Ceux-ci agissent sur le développement de la biomasse autotrophe par l'intermédiaire des paramètres de fonctionnement.

# III.2.3.1.2 Influence du paramètre de gestion charge massique et du ratio DCO/NTK

En réseau séparatif, la charge massique varie dans la même proportion que la charge azotée. Si la durée d'aération appliquée est suffisante, l'accroissement de charge massique est à la fois favorable à la nitrification car la charge azotée augmente (III.2.3.1.1.2) et pénalisant car l'âge des boues diminue. Déjà pressenti par l'expérimentation, l'effet résultant de ces tendances antagonistes a été recherché par simulations.

#### *III.2.3.1.2.1 Effet d'une augmentation de charge massique sur la production de boue*

Le temps de séjour moyen des boues au sein d'une installation *boues activées* est essentiellement déterminé par la charge massique carbonée appliquée. Il est de plus admis que les boues sont d'autant plus minérales que la charge massique appliquée est faible. C'est pourquoi la quantité de biomasse produite ramenée à la pollution dégradée (ou production de boue) est d'autant plus élevée que la charge appliquée est forte. Eckenfelder (1992) rapporte ainsi des valeurs de 1gMES/gDCO<sub>éliminée</sub> pour une charge massique de 1gDBO.(gMES.j)<sup>-1</sup>, alors que pour une charge massique de 0.05 gDBO.(gMES.j)<sup>-1</sup>, la production de boue n'est plus que de 0.2gMES/gDCO<sub>éliminée</sub>. Pour des variations de charge massique d'amplitude moindre, la production de boue est le plus souvent considérée comme constante. Mais, des simulations montrent que des variations de faibles amplitudes ont lieu. Pour les quantifier, la composition de la boue a été déterminée par simulations numériques pour différents âges de boue (Figure III-24).



Figure III-24 : Variation de la composition de la boue avec l'âge des boues (SIM)

Nous remarquons que lorsque l'âge de boue diminue, la proportion de biomasse hétérotrophe contenue dans les boues augmente. Cette évolution s'explique par une diminution de la part de DCO convertie en CO<sub>2</sub>. La réduction du temps alloué à la dégradation de la pollution carbonée pourrait en être à l'origine.

Le modèle ASM1 prévoit une augmentation de production de boue de 0.31 à 0.33 gMVS/gDCO<sub>éliminée</sub> (soit une augmentation de 6 %) lorsque l'âge des boues diminue de 15 à 10 jours (pour une diminution de 30 %). **Cette modification entraîne une variation non linéaire de l'âge des boues lorsque la charge massique augmente.** Les incertitudes de mesures rendent ses variations difficiles à mesurer (III.1.4.4). Comme la concentration en biomasse autotrophe et la vitesse de nitrification maximale en dépendent, nous avons choisi d'en tenir compte en approfondissant le rôle de la charge massique par des simulations numériques.

#### III.2.3.1.2.2 Impact de la charge massique et du ratio DCO/NTK de l'intrant sur la biomasse autotrophe

La Figure III-25 présente les concentrations en biomasse autotrophes obtenues à différentes charges massiques (0.12 et 0.48 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>) pour deux ratios DCO/NTK. Les simulations ont été effectuées à une température de 11°C en adaptant la durée d'aération (de 6h30 à 24h/j) en fonction de l'âge des boues.



Figure III-25 : Impact de la charge massique sur les performances de nitrification (SIM)

Pour un effluent dont le ratio DCO/NTK vaut 11.5 (valeur classique), l'augmentation de la charge massique de 0.12 à 0.48 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (accroissement de 400 %) provoque une diminution de la concentration en biomasse autotrophe de 125 à 90 mg DCO/L (diminution de 30 %). Avec un ratio de 6, l'augmentation de la charge massique de 0.1 et 0.15 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (augmentation de 50 %) provoque une diminution de la concentration de 260 à 240 mg DCO/L (soit une diminution de 8 %). Cette réduction de la concentration en biomasse autotrophe avec la charge massique provient de l'augmentation de la production spécifique de boue (III.2.3.1.2.1).

A température constante et dans le cas où la durée d'aération est suffisante pour maintenir la nitrification, nous retiendrons que :

- il existe un lien entre les caractéristiques de l'intrant et la concentration moyenne de biomasse autotrophe ;
- lorsque le ratio DCO/NTK est constant, la concentration en biomasse autotrophe (et de surcroît la vitesse maximale de nitrification qui à température constante lui est proportionnelle) diminue avec la charge massique.

# III.2.3.2 Origine et interprétation du différentiel de pente lors de la mesure du potentiel de nitrification

#### III.2.3.2.1 Problématique

Lorsque la vitesse de nitrification maximale est mesuré à basse température (réacteur séparé), la pente de décroissance de l'ammoniaque est souvent inférieure de 2 mg N.(L.h)<sup>-1</sup> à celle de la production des nitrates (Figure III-26).



Figure III-26 : Ecart entre les pentes d'évolution de l'ammoniaque et des nitrates (ERU)

Cet écart d'environ 20 % par rapport à la valeur absolue de la vitesse (comprises entre 6 et 9 mg N.(L.h)<sup>-1</sup>) est trop important pour n'être dû qu'aux seules perturbations que pourraient apporter l'ammonification et l'assimilation. Pour identifier la cause, le modèle ASM1 a été utilisé. Il a permis d'analyser les flux d'azote en jeu au sein du système.

#### III.2.3.2.2 Décomposition des flux d'azote

Le flux assimilé journalier théorique est équivalent à 5 % du flux de DBO<sub>5</sub> entrant (l.1.1.1). Il prend une valeur de 1.9 gN/j environ dans les conditions de l'expérience. Or, calculé par le modèle, le flux réellement assimilé au sein de la boue est plus important : il vaut 9.4 gN/j. La définition de la masse d'azote assimilée au sens classique exprime donc uniquement la part d'azote assimilé provenant de l'effluent brut, mais sous estime largement la masse d'azote réelle assimilée dans le système.

Cet écart important s'explique par **une production d'azote interne au système et provient de la lyse bactérienne** (*Annexe XIII*). Lors du décès des hétérotrophes (Figure III-27), une partie de l'azote constituant les bactéries se retrouve sous forme d'azote inerte (0.5 gN/j) et l'autre partie sous forme d'azote organique ammonifiable (7.5 gN/j). En présence de carbone, un flux d'azote de 8gN/j est immédiatement réintégré sous forme de biomasse par assimilation. En l'absence de carbone, il est disponible pour la nitrification ou l'assimilation, tout comme l'azote provenant de l'intrant.





#### III.2.3.2.3 Interprétations de la différence de pente

Le flux d'azote produit lors de la lyse bactérienne constitue une production horaire de 2 mg N.(L.h)<sup>-1</sup> (*Annexe XIII*). Pour un effluent dont le ratio DCO/NTK est classique (11.5), il représente une masse journalière équivalente à celle apportée quotidiennement par l'effluent ; Pour un effluent plus riche (cas illustré Figure III-27), elle peut correspondre à la moitié (*Annexe XIII*).

Dans le cas où la boue est pauvre en matière organique (en fin de nuit par exemple), l'azote produit par cette voie est plus lentement réintégré dans les nouvelles cellules synthétisées. Il s'accumule ce qui contribue à augmenter la concentration en azote ammoniacal et provoque une diminution de la pente de disparition de l'ammoniaque comme l'illustre la Figure III-28. La pente apparente que l'on mesure est donc inférieure à la pente de production des nitrates.



Figure III-28 : Schématisation expliquant la pente nette de disparition de l'azote ammoniacal

L'ampleur de la production d'azote par cette voie est liée à la concentration en biomasse hétérotrophe des boues. A 10°C et pour un âge de boue de 44 jours, Stricker (2000) a montré par simulations que la biomasse hétérotrophe est deux fois plus abondante qu'à

20°C. L'écart entre les pentes de consommation en azote ammoniacal et de production en nitrates se creuse à basse température.

#### III.2.3.2.4 Eléments expérimentaux complémentaires

Ces premiers éléments de réponse ont été déterminés par des simulations numériques. Pour apporter une aide à cette interprétation, nous avons examiné les résultats des tests respirométriques effectués avec des inhibiteurs de la nitrification (Chlorates et Allylthiourée). Lorsque la concentration initiale (à  $t_0$ ) en azote ammoniacal est négligeable, la méthode provoque une diminution de la demande en oxygène de 10 à 20 % (Figure III-29). L'inhibition d'une partie des hétérotrophes causée par la non-spécificité des chlorates et de l'Allylthiourée est parfois proposée pour l'expliquer.



Figure III-29 : Effets de inhibiteurs de la nitrification sur la demande en oxygène totale (SYNTH)

Cette différence pourrait s'expliquer par l'arrêt de la nitrification endogène réalisée avec la source d'azote ammoniacal produite au sein des boues. Pour confirmer ces interprétations, une étude poussée en laboratoire serait nécessaire en vérifiant si de l'azote ammoniacal s'accumule après injection d'inhibiteurs de la nitrification.

# III.2.4 Conclusion partielle

L'adaptation de l'outil numérique à notre installation expérimentale a nécessité la modification de quatre paramètres. La réduction du taux de croissance de la biomasse autotrophe de 30 % par rapport à la valeur par défaut ( $\mu_{A, maxi}$  réduit de 0.3 à 0.22 j<sup>-1</sup>) est essentielle mais nécessite aussi la modification de trois paramètres stœchiométriques ( $K_{NH}$ ,  $K_{OH}$ , et  $K_S$ ). Le nouveau jeu de paramètres obtenu a montré son aptitude à fournir des performances de traitement de l'azote conformes à la réalité.

#### III.2 - Outil de simulation dynamique

Lors de la détermination des concentrations en biomasse (étape d'initialisation), la conformité de gestion de la boue avec la gestion réelle est essentielle pour aboutir à une détermination fiable du taux de croissance maximum des autotrophes. La valeur du débit d'extraction permettant de reproduire les masses et l'âge des boues influence significativement la valeur du taux de croissance maximum des autotrophes. Si cette étape n'est pas réalisée avec rigueur, le caractère généralisable de l'outil est compromis.

Les rôles des paramètres « durée journalière d'aération » et « charge volumique en azote » mis en évidence lors des expérimentations ont été confirmés par simulations. L'utilisation du modèle a renforcé les observations expérimentales en montrant que le ratio DCO/NTK de l'effluent brut joue un rôle essentiel sur la concentration en biomasse autotrophe des boues, dont la valeur est modulée par la charge massique appliquée à condition que la boue soit gérée de façon à être maintenue constante. Toute augmentation de charge massique maintenue pendant une longue durée provoque un appauvrissement de la boue en biomasse autotrophe, qui de surcroît, réduit la vitesse maximale de nitrification.

A basse température, la concentration en biomasse hétérotrophe des boues est plus importante qu'à 20°C. Sa lyse constitue une source d'azote interne aux systèmes de traitement expliquant le différentiel de pente constaté lors de la mesure du potentiel de nitrification maximum.

L'évaluation des prédictions de l'outil de simulations ASM est satisfaisante. Son utilisation a permis de préciser certains mécanismes régissant les performances de nitrification pressenties par l'expérimentation. Dans la suite, il a été appliqué pour dégager une meilleure fiabilité de l'élimination de l'azote en conditions contraignantes stabilisées, puis dynamiques. La présentation de ces résultats fait l'objet du prochain chapitre.

# **III.3 OPTIMISATION DU TRAITEMENT DE L'AZOTE EN BOUES** ACTIVEES : QUANTIFICATION DES PARAMETRES « CLEFS »

Les paramètres importants pour le maintien de la nitrification en boues activées ont d'abord été pressentis par observations expérimentales, puis confirmés par simulations numériques. Les valeurs obtenues restent toutefois liées à la spécificité de l'effluent testé plus riche en azote qu'un effluent domestique classique. Pour aboutir à des consignes généralisables permettant une gestion et un dimensionnement optimum des installations *boues activées* à basse température, des valeurs extrapolables des paramètres « clefs » ont été recherchées.

Dans ce but, une analyse théorique du système a été effectuée pour déterminer les valeurs des paramètres nécessaires au maintien de la nitrification. Si cette réflexion a fourni les éléments nécessaires à la construction de scénarii adaptés, elle a ensuite été complétée par des simulations dynamiques permettant de dégager la charge massique limite applicable et d'évaluer les effets des variations des conditions de gestion sur le traitement. Le Tableau III-15 résume les valeurs numériques utilisées. Les valeurs non précisées ont été prises égales à celles proposées par défaut à 10°C par Henze (1986) présentées en *Annexe I*.

PARAMETRE	VALEUR
Température	11°C
%Bassin d'aération	80 à 85 % pour l'installation BU
	55 à 60 % pour l'installation avec ZA
Caractéristiques effluent brut	DCO / DBO <sub>5</sub> = 2.4 et DCO / NTK = 11.5
Paramètre stoechiométrique	$Y_A = 0.24 \text{ gDCO}_{\text{produit}}/\text{gN}_{\text{nit}}$
Paramètre cinétique	$\mu_{A, \text{ maxi}} = 0.22 \text{ j}^{-1} \text{ et } b_A = 0.02 \text{ j}^{-1}$
Constantes de demi-saturation	$K_{OH}$ = 0.05 mgO <sub>2</sub> /L, $K_{NH}$ = 0.05 mgN/L et $K_s$ = 30 mgDCO/L

Tableau III-15 : Valeurs numériques utilisées pour l'analyse théorique et les simulations

# III.3.1 Analyse théorique en régime permanent : Rôle de la durée journalière d'aération et propriété de la vitesse maximale de nitrification

Notre compréhension du comportement des vitesses de nitrification en boues activées a été améliorée par une analyse théorique des conditions nécessaires à la croissance de la biomasse autotrophe.

# III.3.1.1 Flux contribuant à la croissance des autotrophes

Après avoir écrit les équations permettant de prévoir la concentration en biomasse autotrophe, les rôles respectifs de la durée de nitrification et de la charge volumique en azote ont été recherchés.
#### III.3.1.1.1 Quantité de biomasse autotrophe produite

La quantité journalière d'autotrophes produite lors de la nitrification s'exprime en écrivant que la réaction a lieu dans le bassin d'aération (en faisant intervenir la part de boue totale présente dans le bassin d'aération  $%_{Bassin d'aération}$ ) pendant une durée donnée ( $T_{nitrif}$  dépendant de la présence d'oxygène et d'azote ammoniacal) (l'Équation III-2).

$$MXB, A^{\text{produite}} = YA.\phi N_{\text{nit}} = \mu A, \text{maxi.} \frac{Tnitrif}{24}.\%Bassin \, d'aération.MXB, A^{\text{présente}} \qquad \text{en gDCO/j}$$

(YA : Rendement cellulaire des autotrophes (gDCOproduit/gNnit)

 $\phi N_{nit}$ : Flux journalier nitrifié (gN/j)

Tnitrif : Durée de nitrification journalière (h/j)

% Bassin d'aération : Part de la masse de boue totale présente dans le bassin d'aération (-)

 $\mu$ A, max : Taux de croissance maximal des autotrophes ( $i^{-1}$ )

MXB, A : masse de biomasse autotrophe (g DCO)

Équation III-2 : Expression de la quantité journalière d'autotrophes produite

#### III.3.1.1.2 Production nette en biomasse autotrophe

La production nette de biomasse autotrophe est obtenue par différence de la masse produite par nitrification et de la masse disparue du système par décès et extractions (Equation I-11). En utilisant l'Équation III-2, l'accroissement relatif de biomasse autotrophe ( $\frac{d MX_{B,A}}{MX_{B,A}}$ ) pendant une durée donnée (dt) s'exprime par l'Équation III-3.

$$\frac{d \text{ MXB, A}}{\text{MXB, A}} = \left(\mu_{\text{A, maxi}} \cdot \frac{\text{Tnitrification}}{24} \cdot \frac{9}{6} \text{ Bassin d'aération} - \left(b\text{A} + \frac{1}{\text{SRT}}\right)\right) \cdot dt$$

Équation III-3 : Gain net en biomasse autotrophe

Le signe du quotient  $\frac{d M X_{B,A}}{M X_{B,A}}$  donne le sens d'évolution de la quantité d'autotrophes présentes dans les boues. S'il est positif ou nul, le système évolue vers un état de nitrification poussée. S'il est négatif, la biomasse nitrifiante est progressivement lessivée. A partir de l'Équation III-3, nous avons identifié et quantifié l'impact des paramètres régissant le développement de la biomasse autotrophe en relation avec les valeurs des vitesses maximales.

#### III.3.1.2 Rôle de la durée journalière d'aération et de sa durée d'application

#### III.3.1.2.1 Condition de présence des micro-organismes nitrifiants

#### III.3.1.2.1.1 Expression littérale

La biomasse autotrophe est retenue dans un système boues activées dès lors que le terme d'accroissement ( $\frac{d M X_{B,A}}{M X_{B,A}}$ ) est positif ou nul. Pour être vérifiée, une durée minimale de présence d'oxygène (D<sub>aer</sub>) doit être respectée (Équation III-4).

$$\frac{d MX_{B,A}}{dt} \ge 0 \iff \qquad \text{Daer} \ge \text{Tnitrif} = \left(bA + \frac{1}{\text{SRT}}\right) \cdot \frac{24}{\mu_{A, \text{maxi}} \cdot \% \text{ Bassin d'aération}}$$

Équation III-4 : Condition de maintien de la nitrification

La durée minimale de présence d'oxygène dépend à la fois :

- des caractéristiques intrinsèques à la biomasse autotrophe. A 11°C, les taux de décès (b<sub>A</sub>) et de croissance (μ<sub>A, maxi</sub>) prennent respectivement pour valeurs 0.02 j<sup>-1</sup> et 0.22 j<sup>-1</sup> (valeurs déterminées exclusivement par suivi expérimental ou bien par modélisation);
- des conditions de développement appliquées : l'âge de boue (SRT) et la répartition de la boue dans les bassins (%<sub>Bassin d'aération</sub>).

L'analyse de l'Équation III-4 met en évidence que la durée de nitrification minimale obéit aux propriétés suivantes :

- A âge des boues donné, la durée minimum de présence d'oxygène est d'autant plus faible que la proportion de boues contenue dans le bassin d'aération est grande ;
- A proportion de boues contenue dans le bassin d'aération donnée, la durée minimale de présence d'oxygène est d'autant plus élevée que l'âge des boues est faible (i.e. que la charge massique est élevée);
- La durée minimale de présence d'oxygène est indépendante de la charge volumique en azote appliquée.

#### III.3.1.2.1.2 Applications numériques

Le Tableau III-16 rassemble les durées journalières de présence d'oxygène minimales nécessaires à 11°C, calculées à partir de l'Équation III-4 pour deux proportions de boues et différentes charges massiques.

%Bassin d'aér	ation =	83%	_%Bassin d'aér	ation =	57%
C <sub>m</sub>	SRT	Tnitrif	C <sub>m</sub>	SRT	Tnitrif
kg DBO 5.	;	h	kg DBO 5.	i	h
(kg MVS.j) ⁻¹	J	П	(kg MVS.j) ⁻¹	J	11
0.09	15	11.4	0.09	15	16.6
0.115	12	13.6	0.115	12	19.8
0.14	10	15.8	0.14	10	23.0

Tableau III-16 : Durées journalières de présence d'oxygène nécessaire pour maintenir la nitrification à 11°C à différents âges de boue et fractions aérées

Durant la période expérimentale RP1 (III.1.4.2.2.1), la charge massique appliquée était de 0.09 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> (SRT = 15 j), la proportion de boues contenue dans le bassin d'aération de 83 % et la température de 11°C. Dans ces conditions, une durée minimale de présence d'oxygène de 11.4 heures serait nécessaire. La diminution de la durée d'aération à 9h45 (soit 11h10 de présence d'oxygène légèrement inférieure au 11.4h théoriques) a entraîné une décroissance de la concentration en biomasse autotrophe dans le système (III.1.3.3.1.1). L'augmentation de la durée journalière d'aération à 10h30 a inversé la tendance. Le calcul théorique paraît donc cohérent avec les résultats expérimentaux. Dans les mêmes conditions de fonctionnement, les simulations présentées Figure III-22 ont montré qu'une durée d'aération de 11h/j environ était nécessaire. Le calcul théorique est aussi cohérent avec les résultats de simulations. Il définit cependant la limite avec plus de précision.

## III.3.1.2.2 Accroissement de la biomasse autotrophe selon la durée journalière de présence d'oxygène

Si on suppose que la boue contient une quantité d'autotrophes insuffisante pour assurer une nitrification poussée, l'azote est excédentaire et la nitrification a lieu dès que l'oxygène est présent. Dans cette hypothèse, les Équation III-3 et Équation III-4 démontrent que tout excès de durée de présence d'oxygène par rapport à la durée minimale nécessaire contribue à l'augmentation de la quantité de biomasse autotrophe des boues.

#### III.3.1.2.2.1 Cas d'un fonctionnement en aération séquencée

Le Tableau III-17 présente les valeurs numériques du terme d'accroissement calculées par l'Équation III-3 à 11°C pour une proportion de boue dans le bassin d'aération de 83 %. Des durées de présence d'oxygène excédant de 10 et 20 % la durée minimale nécessaire ont été appliquées. La durée d'application des conditions d'aération a été évaluée pour des durées comprises entre un jour et 3 âges de boue.

C <sub>m</sub>	SRT	T <sub>nitrif</sub>	Duré présence	Gain en biomasse d MX <sub>B,A</sub> / MX <sub>B,A</sub>						
kg DBO ₅.										
(kg MVS.j) <sup>-1</sup>	j	h	T <sub>nitrif</sub> +10%	T <sub>nitrif</sub> +20%	par	jour	en 1	SRT	en 3	SRT
0.09	15	11.4	12.5	13.7	0.9%	1.7%	14%	29%	47%	117%
0.115	12	13.6	14.9	16.3	1.0%	2.1%	13%	28%	45%	109%
0.14	10	15.8	17.3	18.9	1.2%	2.4%	13%	27%	43%	104%

Tableau III-17 : Application numérique de l'accroissement en aération séquencée à 11°C et pour %<sub>Bassin d'aération</sub> de 83 %

A 11°C, pour des âges de boue de 10 à 15 jours, et pour une proportion de boue présente dans le bassin d'aération de 83 %, un excès de présence d'oxygène de 10 % (soit 1h environ) permet un gain en autotrophes de 1 % par jour, soit de 15 % en un âge de boue et de 45 % en trois âges de boue. Pour un excèdent de 20 % (soit 2h environ), le gain est de 2 % par jour, soit de 30 % en un âge de boue et de 100 % en 3 âges de boue.

#### III.3.1.2.2.2 Cas d'un fonctionnement en aération continue

En phase de démarrage des installations, une présence d'oxygène continue est souvent recommandée (Nowak et al., 1999b). Le Tableau III-18 présente les valeurs numériques du terme d'accroissement calculées par l'Équation III-3 pour une aération continue à une température de 11°C avec une proportion de boue dans le bassin d'aération de 83 %.

C <sub>m</sub>	SRT	T <sub>nitrif</sub>	Gain en	biomasse
kg DBO ₅.				
(kg MVS.j) <sup>-1</sup>	j	h	en 1j	en 1 SRT
0.09	15	11.4	9.6%	295%
0.115	12	13.6	7.9%	150%
0.14	10	15.8	6.3%	84%

Tableau III-18 : Application numérique du gain en aération continue à 11°C et pour %<sub>Bassin d'aération</sub> = 83 %

Dans ces conditions (11°C, %<sub>Bassin d'aération</sub> = 83 %), le gain en biomasse autotrophe est compris entre 6 et 10 % par jour pour des valeurs d'âge de boues de 10 à 15 jours. Si l'aération continue est maintenue pendant un âge de boue, la quantité de biomasse autotrophe est multipliée par un facteur 2 voire 3. Une telle pratique provoque néanmoins un risque de remontée de boue dans le clarificateur (due à de la dénitrification dans le décanteur) si la concentration en nitrates en sortie est trop importante.

#### Remarque

La durée de présence d'oxygène est un paramètre clef de la présence des micro-organismes nitrifiants dans les systèmes boues activées. Ce n'est cependant pas un paramètre sur lequel l'opérateur agit directement. Il découle de la durée de fonctionnement du système d'aération, de la demande en oxygène et de la concentration en oxygène dissous atteinte lors de l'arrêt de l'aérateur.

La Figure III-30 présente l'évolution les mesures de durées d'aération et de présence d'oxygène mesurées sur l'installation pilote à 11°C pour des charges massiques comprises entre 0.09 et 0.14 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>.



Figure III-30 : Valeurs des durées d'aération et de présence d'oxygène (ERU)

Dans nos conditions expérimentales, nous avons mesuré des durées de présence d'oxygène environ 9 % supérieures à la durée d'aération.

#### III.3.1.3 Propriétés de la vitesse maximale de nitrification

#### III.3.1.3.1 Expression littérale

#### III.3.1.3.1.1 Masse de biomasse autotrophe à l'équilibre

D'après l'Équation III-2, la quantité de biomasse autotrophe établie au sein d'un système boue activée fonctionnant en régime permanent (notée  $MX_{B,A}(éq)$ ) s'écrit par l'Équation III-5.

$$MX_{B,A}(\acute{eq}) = \frac{Y_A}{b_A + \frac{1}{SRT}} \mathscr{P} N_{nit} \qquad \text{ en gDCO}$$

 $Y_A$ : Rendement cellulaire des autotrophes (gDCOproduit/gNnit)  $\phi_{N_{nit}}$ : Flux journalier nitrifié (gN/j)  $b_A$ : Taux de décès des autotrophes (j<sup>-1</sup>) SRT: Age des boues (j)  $V_{B.A.}$  = Volume du réacteur biologique (zone d'anoxie incluse en L)

Équation III-5 : Masse de biomasse autotrophe à l'équilibre

Cette quantité s'écrit aussi en fonction de la concentration en autotrophe (X<sub>B,A</sub>) et de la proportion de boue présente dans le réacteur biologique (%<sub>Boue réacteur</sub>, zone d'anoxie comprise si présente) par la relation :  $MX_{B,A}(\acute{eq}) = \frac{X_{B,A}(\acute{eq}) \cdot V_{B,A}}{\frac{0}{0}_{Boue réacteur}}$ .

La concentration en biomasse autotrophe établie à l'équilibre s'écrit donc (Équation III-6) :

$$X_{B,A}(\acute{eq}) = \frac{\%_{BA}}{V_{BA}} \cdot \frac{Y_A}{b_A + \frac{1}{SRT}} \cdot \mathcal{P}_{Nnit}$$

Équation III-6 : Concentration en biomasse autotrophe en fonction des conditions de développement

#### III.3.1.3.1.2 Part d'azote nitrifié

L'Équation III-7 exprime le coefficient  $\lambda$  défini comme la part d'azote Kjeldahl nitrifié dans le système par rapport à l'azote total. Il tient compte de l'azote assimilé et de l'azote sortant (démonstration en *Annexe XIV*).

$$\lambda = \frac{C_v(N_{nitrifié})}{Cv(N)} = \eta_{\text{NTK}} - 5\% \cdot \eta_{\text{DBO5}} \cdot \frac{[DCO]_{\text{moyen}}}{[NTK]_{\text{moyen}}} \cdot \frac{[DBO_5]_{\text{moyen}}}{[DCO]_{\text{moyen}}}$$

Équation III-7 : Expression de la part d'azote entrant disponible pour la nitrification

Lors de la campagne sur effluent réel, l'effluent est très riche en azote (ratio DCO/NTK = 6 au lieu de 11.5) : 84 % de l'azote entrant est disponible pour la nitrification ( $\lambda$  = 0.84). Pour un effluent de composition classique, la part d'azote nitrifiable représente seulement 73 % de l'azote entrant ( $\lambda$  = 0.73).

#### III.3.1.3.1.3 Expression de la vitesse de nitrification maximale

Conformément à l'Equation II-6 et l'Équation III-6, la vitesse de nitrification maximale ( $V_{L, maxi}$ ) s'écrit (Équation III-8) :

$$V_{L, maxi} = \frac{\mu_{A, maxi}}{Y_A} \cdot \frac{X_{B, A}(\acute{eq})}{Y_A} = \lambda \cdot \frac{\%_{oBoue \ réacteur}}{24} \cdot \frac{\mu_{A, maxi}}{b_A + \frac{1}{SRT}} \cdot C_v(N) \qquad \text{en mgN}_{nit} \cdot (L.h)^{-1}$$

Équation III-8: Relation entre la vitesse maximale de nitrification et la charge volumique en azote L'Équation III-8 permet d'émettre les observations suivantes :

 Lorsque la nitrification est poussée, à âge des boues donné, la vitesse de nitrification maximale prend des valeurs proportionnelles à la charge volumique en azote. Cette expression met en évidence l'influence directe des caractéristiques de l'intrant sur la capacité de nitrification des système boues activées et confirme la relation linéaire expérimentale établie entre la charge volumique en azote et la vitesse de nitrification moyenne (FNDAE *et al.*, 2002). L'Équation III-8 met de plus en évidence que la vitesse de nitrification dépend de l'âge des boues. Son effet est antagoniste à celui de la charge volumique en azote, mais ne lui est pas inversement proportionnelle ;

• Lorsque la nitrification est partielle (en condition non optimale d'oxygène dissous par exemple), la vitesse maximale de nitrification prend des valeurs inférieures à celle que l'on mesurerait dans le cas d'une nitrification totale. Le rendement d'élimination de l'azote permet d'en tenir compte.

#### III.3.1.3.2 Application numérique

Les applications numériques sont, dans un premier temps, présentées dans le cas d'une nitrification totale. Les mesures expérimentales de vitesses dont nous disposons ayant été acquises avec des concentrations en azote ammoniacal supérieures à 5 mgN/L en sortie, l'évaluation de la relation a été effectuée en les comparant aux valeurs calculées en tenant compte des rendements d'élimination de l'azote mesurés.

#### III.3.1.3.2.1 Cas où la nitrification est totale

Le Tableau III-19 rassemble les expressions de la vitesse maximale de nitrification obtenues par application de l'Équation III-8 pour deux ratios DCO/NTK (6, valeur expérimentale et 11.5, valeur classique). Ces relations sont valables pour une température de 11°C dans le cas où la nitrification est complète.

C <sub>m</sub>	SRT	V <sub>L, maxi</sub>	V <sub>L, maxi</sub>
		Si DCO/NTK = 6	Si DCO/NTK = 11.5
kg DBO₅.(kg MVS.j)⁻¹	j	$mg N_{nit.} (L.h)^{-1}$	$mg N_{nit}.(L.h)^{-1}$
0.04	20	$V_{L, \text{ maxi}} = 0.091 * C_v(N)$	$V_{L, maxi} = 0.079 C_v(N)$
0.09	15	$V_{L, \text{ maxi}} = 0.074 C_v(N)$	$V_{L, maxi} = 0.064 C_{v}(N)$
0.115	12	$V_{L, \text{ maxi}} = 0.062 C_v(N)$	$V_{L, maxi} = 0.054 C_v(N)$
0.14	10	$V_{L, \text{ maxi}} = 0.053 * C_v(N)$	$V_{L, maxi} = 0.046 C_v(N)$

Tableau III-19 : Coefficient de linéarité liant vitesse et charge volumique en azote à 11°C et pour une
proportion de boue dans le réacteur biologique de 83 %

A 10°C et pour un âge de boue de 20 jours environ, FNDAE (2002) et Schétrite (2000) proposent la relation linéaire entre la vitesse **moyenne** de nitrification et la charge volumique en azote :  $V_{L, moy} = 0.0632 * C_v(N)$  en mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>. Le coefficient de linéarité est 20 % inférieure à celui obtenu avec l'Équation III-8 pour le même âge de boue avec un effluent dont le ratio DCO/NTK est classique (11.5). Deux arguments peuvent expliquer cette différence :

- La vitesse considérée est une vitesse **maximale** dont la valeur est généralement 1.5 à 2 fois plus élevée que la vitesse moyenne (McCartney et Oleszkiewicz, 1990) ;
- La vitesse rapportée par FNDAE (2002) reflète des limitations par le substrat et l'oxygène non prises en compte dans l'expression théorique.

#### III.3.1.3.2.2 Cas où la nitrification est incomplète

Lorsque la nitrification n'est pas totale, le flux d'azote journalier nitrifié est inférieur au flux disponible. Le développement de la biomasse autotrophe n'est alors pas optimal : la vitesse maximale de nitrification prend alors une valeur inférieure à celle que l'on obtient lorsque la nitrification est totale. Le Tableau III-20 présente les résultats obtenus par application de l'Équation III-8 avec un ratio DCO/NTK de 6 en prenant en compte les rendements de nitrification mesurés sur eau usée réelle. Ces valeurs sont confrontées aux valeurs de vitesses maximales mesurées sur la boue du pilote.

Date	[N-NH <sub>4</sub> ] <sub>s</sub>	λ	$\mathbf{V}_{L,\ maxi}$	$\mathbf{V}_{L,maxi}$	Ecart	Gestion
	(sortie pilote)		Calculé	mesurée		de la boue
Unités	mgN/L	-	$mgN_{nit}.(L.h)^{-1}$	$mgN_{nit.}(L.h)^{-1}$	%	-
13-févr	5	0.744	8.7	10.3	15 %	non stabilisée
06-mars	7.5	0.694	8.0	6.6	-22 %	stable
18-avr	3.1	0.808	9.5	7.5	-27 %	sable
30-mai	12.5	0.697	9.5	8.5	-12 %	stable
02-juil	20	0.609	7.0	7.2	3 %	non stabilisée

Tableau III-20 : Prévision de la vitesse de nitrification maximale lorsque la nitrification est partielle

Lorsque la masse de boue est gérée de façon stabilisée, le raisonnement théorique permet d'approcher la vitesse de nitrification maximale avec un écart de 20 % par excès. Cet écart pourrait être réduit en prenant en compte la limitation induite par l'oxygène. La concentration de 5 mg  $O_2/L$  d'oxygène appliquée lors de l'essai en réacteur fermé provoque une réduction de 10 à 15 % de la vitesse maximale de nitrification (II.2.2.1.2.1).

#### III.3.1.3.3 Sensibilité aux variations des paramètres

La sensibilité de la vitesse de nitrification maximale aux différentes variables a été étudiée en dérivant les expressions de la durée de nitrification (Équation III-4) et de la vitesse de nitrification (Équation III-8) par rapport à l'âge de boue (SRT) et à la charge volumique en azote ( $C_v(N)$ ). Les dérivées partielles s'expriment par les Équation III-9 à Équation III-11.



Équation III-9 : Dérivée par rapport à l'âge des boues de la durée de présence d'oxygène nécessaire au maintien de la nitrification



Équation III-10 : Dérivée de la vitesse maximale de nitrification par rapport à la charge azotée



L'Équation III-9 montre que la dérivée est inversement proportionnelle à la fraction de boue présente dans le bassin d'aération et au carré de l'âge de boue. Lorsque l'un de ces paramètres diminue, la dérivée de la durée de présence d'oxygène minimale requise prend des valeurs de plus en plus élevées. On en déduit que lorsque la durée de présence d'oxygène minimale n'est pas assurée, le risque de voir disparaître la nitrification est d'autant plus important que l'âge des boues est faible.

L'Équation III-10 montre que la dérivée de la vitesse maximale de nitrification est indépendante de la charge azotée et qu'elle est d'autant plus importante que l'âge de boue est élevé. L'Équation III-11 montre que la dérivée de la vitesse maximale de nitrification dépend linéairement de la charge volumique en azote et prend des valeurs d'autant plus fortes que l'âge de boue et la charge volumique en azote sont élevés. L'effet des facteurs âge de boue et charge volumique en azote sur la vitesse maximale de nitrification dépend des valeurs prises par ces paramètres. La sensibilité de la vitesse maximale de nitrification y sera d'autant plus importante que l'âge des boues et la charge volumique en azote prennent des valeurs élevées.

Complémentaire aux valeurs dégagées à partir des expérimentations et des simulations numériques, l'approche théorique a permis de déterminer plus précisément les valeurs clefs des paramètres régissant les performances de nitrification. La recherche de la charge massique optimales a été effectuée par simulations numériques grâce aux expressions littérales ci-dessus qui ont permis de construire les scénarii.

## III.3.2 Simulations dynamiques pour l'optimisation de la gestion et du dimensionnement

Issus de simulations effectuées avec le jeu de paramètres calés à 11°C (III.2), les résultats présentés dans ce paragraphe étayent les conclusions expérimentales présentées au III.1 et permettent de dégager les charges massiques applicables permettant de satisfaire à des contraintes de rejet données sur l'azote.

Les charges massiques testées sont comprises entre 0.05 et 0.20 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> en effectuant la conversion de la DCO en DBO<sub>5</sub> avec un **ratio DCO/DBO de 2.4**. Or, pour un effluent domestique, ce ratio peut prendre des valeurs comprises entre 1.8 et 3.0. Induisant d'importantes différences lors de la conversion des charges en DBO<sub>5</sub>, nous présenterons d'abord les résultats en fonction de la charge massique exprimée en DCO, puis discuterons de la conversion en DBO<sub>5</sub> des valeurs à retenir.

Toutes les simulations ont été effectuées avec un effluent caractérisé par un **ratio DCO/NTK classique de 11.5**. La durée de présence d'oxygène a été systématiquement ajustée de façon à ce que la nitrification soit favorisée. Pour cela, la durée minimale nécessaire a été calculée pour chaque charge massique en appliquant l'Équation III-4 en prenant  $\mu_{A, maxi} = 0.22 j^{-1}$ ,  $b_A = 0.02 j^{-1}$  et  $\mathcal{B}_{Bassin d'aération} = 83 \%$ ). Les valeurs numériques sont présentées dans le Tableau III-16. La masse et la répartition de la boue au sein des bassins sont identiques.

Les performances de traitement de l'azote obtenues ont été caractérisées par les concentrations moyennes en sortie, la concentration en biomasse autotrophe et la vitesse de nitrification maximale.

#### III.3.2.1 Détermination de la charge massique optimale applicable aux installations de traitement par boues activées

#### III.3.2.1.1 Nature de l'optimum recherché

Les flux et concentrations en sortie obtenus par simulations numériques pour différentes charges massiques sont représentés sur la Figure III-31.



Figure III-31 : Influence de la charge massique sur les flux d'azote en jeu (SIM)

Nous constatons que les flux d'azote assimilé et nitrifié augmentent de façon linéaire avec la charge massique. Le flux dénitrifié suit en revanche une évolution parabolique et atteint une valeur maximale pour une charge massique de 0.26 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Cette évolution provient du fait que l'augmentation de la vitesse de dénitrification avec la charge massique (démontrée III.1.4.3) s'accompagne d'une réduction de la durée d'anoxie nécessaire conserver la nitrification. Sous peine de compromettre l'efficacité du traitement si seule la nitrification est privilégiée (concentration excessive en nitrates, abaissement du pH), il apparaît dès lors préférable **d'optimiser l'ensemble du traitement de l'azote : nitrification**.

Les valeurs annoncées dans la suite ont été obtenues par simulations avec un effluent de composition classique caractérisé par un ratio DCO/NTK de 11.5 dont le fractionnement de la DCO est identique à celui obtenu par l'expérimentation (III.2.1.1). Le choix des caractéristiques de l'effluent brut influence les concentrations de sortie. Pour que les résultats présentés gardent un caractère généralisable, il est important de remarquer que :

- Pour un effluent plus riche en azote (DCO/NTK < 11.5), le flux nitrifié serait supérieur. Le flux dénitrifié restant identique, la concentration en nitrates résiduelle serait donc plus importante. Dès lors que la concentration en azote total en sortie est fixée, la valeur maximale de charge massique applicable serait donc inférieure à la valeur annoncée pour l'effluent testé ;
- Avec un effluent dont la part de carbone biodégradable est plus importante (à concentration en DCO totale identique), le flux dénitrifié serait supérieur et donc la concentration en nitrates serait plus faible. Dès lors que la concentration en azote total en sortie est fixée, la valeur maximale de charge massique applicable serait donc supérieure à la valeur annoncée pour l'effluent testé.

#### III.3.2.1.2 Charge massique limite et vitesse de maximale de nitrification

La Figure III-32 présente l'impact de la charge massique sur les concentrations en azote en sortie d'installation de traitement.



Figure III-32 : Influence de la charge massique sur les performances de traitement d'une installation à bassin unique (SIM)

Une concentration en azote ammoniacal inférieure à  $2 \text{ mg N-NH}_4/L$  peut être maintenue jusqu'à une charge massique de 0.48 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Dans cette situation extrême, l'oxygène doit être présent en continue.

L'essentiel de l'azote rejeté en sortie se trouve sous forme de nitrates. Sa concentration est d'autant plus élevée que la charge massique augmente. Avec un ratio DCO/NTK de 11.5, une concentration en azote totale inférieure à 10 mgN/L est garantie pour les charges massiques inférieures à 0.27 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Elle nécessite une durée d'aération journalière de 13h40.

#### **Remarque**

Pour garantir une concentration en azote total inférieure à 10mgN/L avec un effluent plus riche en azote, il serait nécessaire de limiter la charge massique à une valeur plus faible.

La Figure III-33 présente l'impact de la charge massique sur la vitesse maximale de nitrification pour une température de 11°C et un ratio DCO/NTK de 11.5.



Figure III-33 : Influence de la charge massique sur la vitesse maximale de nitrification à 11°C (SIM)

L'augmentation de la charge massique de 0.12 à 0.48 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> provoque une diminution de la vitesse maximale de nitrification de 4.8 à 3.3 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>. **Pour la charge massique limite de 0.27 kgDCO.(kgMVS.j)**<sup>-1</sup>, **la vitesse maximale de nitrification prend pour valeur 4 mg N**<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>.

#### III.3.2.1.3 Influence d'une modification de la fraction aérée

Pour remédier à l'excès de nitrates en sortie d'installation, une zone d'anoxie est parfois préconisée. Des simulations numériques ont été effectuées avec une installation virtuelle comprenant une zone d'anoxie (tiers du volume) placée en tête du bassin d'aération (deux tiers du volume) dont la somme des volumes est identique au volume de l'installation à bassin unique étudiée jusqu'alors (Figure III-34).



Figure III-34 : Schématisation de l'installation avec zone d'anoxie en tête (SIM)

Tous les paramètres de gestion sont identiques, hormis les fractions de boue aérée : la masse de boue présente dans le bassin d'aération représente seulement 55 à 60 % de la

masse de boue totale, alors que dans la configuration à bassin unique, elle représente 80 à 85 %. Si la capacité d'aération requise est moins importante, en revanche la durée de présence d'oxygène nécessaire doit être supérieure de 45 % (Tableau III-16).

#### III.3.2.1.3.1 Charge massique limite applicable

La Figure III-35 présente les résultats des simulations effectuées à différentes charges massiques dont le calcul a été effectué sur la somme des masses de boue présentes dans le bassin d'aération et dans le bassin d'anoxie.



Figure III-35 : Influence de la charge massique sur les performances de traitement d'une installation avec zone d'anoxie en tête (SIM)

Une dégradation des performances de nitrification survient au delà d'une charge massique de 0.34 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> pour laquelle l'oxygène doit être présent en continu. En deçà de cette charge, la concentration en nitrates dans le rejet serait au plus de 8 mg N-NO<sub>x</sub>/L, soit deux fois plus faible que sur l'installation à bassin unique.

La charge massique permettant de garantir une concentration en azote total inférieure à 10 mgN-NH<sub>4</sub>/L ne doit pas dépasser 0.38 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, soit une valeur 40 % supérieure à la charge massique maximale admissible sur une installation à bassin unique. Comme cette valeur dépasse la charge massique limite permettant une nitrification optimale, cette situation de fonctionnement est instable et constitue un risque de perte rapide de nitrification. Il est donc préférable de fonctionner à la charge massique optimale pour la nitrification de 0.34 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, **25 % supérieure à la charge massique maximale admissible sur une installation à bassin unique.** 

#### III.3.2.1.3.2 Vitesses de nitrification

La Figure III-36 présente la vitesse maximale de nitrification et la concentration en biomasse hétérotrophes en fonction de la charge massique (à 11°C) pour deux configurations d'installations : bassin unique et bassin avec zone d'anoxie en tête.



Figure III-36 : Vitesses de nitrification et concentration en biomasse hétérotrophe dans deux configurations d'installations (SIM)

Pour une charge massique de 0.34 kgDCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> et pour une température de 11°C, la vitesse maximale de nitrification prendrait pour valeur 4.5 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>.

Or, pour une charge massique de  $0.27 \text{ kgDCO.}(\text{kgMVS.}j)^{-1}$  (valeur optimale pour une installation à bassin unique), la vitesse maximale de nitrification vaudrait 0.7 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup> de plus que la valeur établie sur l'installation à bassin unique (4 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>). Ce résultat numérique confirme qu'à charge massique identique, la configuration avec zone d'anoxie en tête permet d'établir une vitesse de nitrification maximale supérieure (de presque 20 %) à celle d'une installation à bassin unique, observations précédemment effectuées par Stricker (1996) et FNDAE (2002) au cours d'expérimentations. En cas de surcharge organique, cet excès de vitesse de nitrification constitue une réserve mobilisable par aération exceptionnelle dans le bassin réservé à l'anoxie.

La Figure III-37 présente pour différentes charges massiques les flux azotés en jeu déterminés à l'aide du modèle ASM1 pour les deux types d'installations.



Figure III-37 : Comparaison des flux azotés dans deux configurations (SIM)

La comparaison des flux azotés des deux configurations montre que le flux nitrifié dans le bassin d'aération d'une installation avec zone d'anoxie en tête est 0.5 gN/j supérieur à celui d'une installation à bassin unique. Une telle différence s'explique par le développement d'une biomasse autotrophe plus riche (concentration supérieure de 18.5 mgDCO/L) correspondant à un écart de vitesse maximal de nitrification de 0.7 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>.(d'après simulations Figure III-36 et application de l'Équation III-6). Puisque dans les deux configurations la charge azotée appliquée et la concentration en azote ammoniacal en sortie sont comparables, la différence entre les flux nitrifiés s'explique par l'apport d'azote interne au système dont la lyse de la biomasse hétérotrophe est responsable (III.2.3.2). On constate en effet qu'à charge massique identique, la boue d'une installation avec zone d'anoxie en tête est 10 à 20 % plus riche en biomasse hétérotrophe que celle d'une installation à bassin unique (Figure III-36), or le flux d'azote produit par mortalité lui est proportionnel. Cet écart pourrait s'expliquer par une diminution de la quantité de DCO convertie en CO<sub>2</sub> (III.2.3.1.2.1) dont un temps de présence d'oxygène ramené au volume aéré inférieur de 15 % inférieur à celui qui caractérise l'installation à bassin unique équivalente pourrait être à l'origine.

#### III.3.2.1.4 Synthèse et comparaison avec la pratique de dimensionnement actuelle

A 11°C, pour garantir une concentration en azote total inférieure à 10 mg N<sub>total</sub>/L en sortie d'installation alimentée par un effluent dont le ratio DCO/NTK vaut 11.5, **la charge massique** ne doit pas excéder 0.27 kg DCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, soit une valeur de **0.1 à 0.12 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>** pour un ratio DCO/DBO compris entre 2.4 et 2.7. A cette charge, il est nécessaire d'appliquer un **âge de boue de 14 jours** pour maintenir une masse de boue constante et une durée journalière d'aération de 12h30, soit une **durée de présence** 

d'oxygène journalière de 13h40. La vitesse maximale de nitrification que l'on peut attendre avec un ratio DCO/NTK de 11.5 est de 4 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>, soit 1.35 mg  $N_{nit}$ .(gMVS.h)<sup>-1</sup>.

La base de dimensionnement actuelle consistant à limiter la charge massique à 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> correspond donc à un fonctionnement de longue durée à basse température. Elle laisse une marge de sécurité d'au plus 20 % permettant de traiter les fluctuations de la charge entrante.

Pour qu'une installation avec zone d'anoxie en tête (volume total identique à celui d'une installation à bassin unique) respecte une concentration en azote total en sortie inférieure à 10 mg  $N_{total}/L$ , il est préférable que la **charge massique** maximale applicable ne dépasse pas 0.34 kg DCO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> soit une valeur de **0.12 à 0.14 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)**<sup>-1</sup> pour un ratio DCO/DBO compris entre 2.4 et 2.7. L'âge des boues de 10 jours nécessaire au maintien d'une masse de boue constante à ces charges nécessite une durée de présence d'oxygène continue ce qui consiste à effectuer nitrification et dénitrification en bassins séparés avec une recirculation permettant de ramener les nitrates dans la zone d'anoxie. La **vitesse maximale de nitrification** que l'on peut attendre avec un ratio DCO/NTK de 11.5 est de **4.4 mg N**<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>, soit 1.5 mg N<sub>nit</sub>.(gMVS.h)<sup>-1</sup>, valeur 15 % supérieure à celle établie sur une installation à bassin unique.

Aussi empirique qu'elle puisse paraître, la règle de dimensionnement actuelle des installations *boues activées* permet un traitement poussé de l'azote sur les installations fonctionnant en périodes froides (11°C). Elle correspond à un maintien durable des conditions contraignantes appliquées. Dans les régions où l'abaissement de température n'est pas durable, une telle limitation n'est probablement pas nécessaire.

# III.3.2.2 Détermination de l'amplitude maximale de variations de flux en entrée d'installation de traitement par boues activées

Les installations soumises à d'importantes variations de flux en entrée, comme c'est le cas dans les zones touristiques, sont souvent dimensionnées à une charge massique inférieure à la valeur conventionnelle de 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Cette pratique, partiellement justifiée par le lien qui lie les performances de traitement aux conditions d'alimentation et de gestion des installations, intègre un coefficient de sécurité pour permettre une élimination poussée de l'azote même en régime dynamique.

Lors des surcharges organiques, des modifications des vitesses d'assimilation et de nitrification ont lieu. A 20°C, la dégradation des concentrations en azote en sortie est ainsi rapidement atténuée (Iwema *et al.*, 1994; Stricker, 2000) lorsqu'une perturbation est appliquée. A 10°C, l'amplitude de modification des performances de traitement de l'azote et leur durée sont moins bien connus. Pour une installation à bassin unique, nous les avons évaluées par des scénarii numériques spécifiques par des modifications brutales des flux de pollution appliqués en lien avec l'intensité de la perturbation et le mode de gestion des installations.

#### III.3.2.2.1 Caractéristiques des perturbations appliquées

Les amplitudes de dégradation et les temps nécessaires pour les résorber ont été déterminés par des scénarii au cours desquels les flux entrants ont été multipliés par un facteur compris entre 2 et 6 comme il est fréquent de le rencontrer en zones touristiques en haute saison. Pour y faire face, deux modes de gestion ont été testés :

- Cas 1 : Augmentation de la durée d'aération pour conserver la nitrification lors de l'augmentation de la charge massique ;
- Cas 2 : Extension du volume de bassin d'aération et arrêt des extractions de boue.

Chaque scénario se compose d'une **situation initiale** maintenue arbitrairement jusqu'au **jour 5**, suivie d'une **surcharge** caractérisée par une augmentation des flux entrants multipliés d'un facteur 2, 3, 4 ou 6 par augmentation des volumes journaliers admis.

## III.3.2.2.1.1 Cas 1 : Fonctionnement à charge massique variable à volume constant

Pour maintenir la masse de boue constante lors de l'augmentation de flux polluant, le débit de soutirage des boues est immédiatement augmenté ce qui implique un dimensionnement approprié de la filière boue. Cette gestion provoque une augmentation de la charge massique appliquée et une diminution de l'âge des boues. Pour maintenir la nitrification, la durée d'aération journalière doit être adaptée (Figure III-38).







Figure III-38 : Exemple type de conditions appliquées (SIM)

Le Tableau III-21 précise les caractéristiques de toutes les simulations effectuées.

Tablaau III 21	<ul> <li>Synthàoo di</li> </ul>	on narantárintiquan	doo oimulationa	à abaraaa	magaiguag	voriables	
	. Sviilliese u	es caracteristiques	ues simulations	a charues	IIIdassiuues	valiables	
							()

		Cas 1 (x 2)		Cas 2	Cas 2 (x 2)		Cas 3 (x 2)		Cas 4 (x 3)		Cas 5 (x 4)	
		t < 5 j	t > 5 j	t < 5 j	t > 5 j	t < 5 j	t > 5 j	t < 5 j	t > 5 j	t < 5 j	t > 5 j	
C <sub>m</sub>	kgDBO <sub>5</sub> . (kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0,078	0,154	0,052	0,103	0,103	0,210	0,052	0,153	0,052	0,204	
C <sub>v</sub> (N)	mg N.(L.j) <sup>-1</sup>	44	89	30	61	61	122	30	90	30	122	
$V_{j}$	m <sup>3</sup> .j <sup>-1</sup>	84	168	57	115	115	230	57	170	57	230	
D <sub>aer</sub>	h.j <sup>-1</sup>	9,75	16	6,5	11	11	24	6,5	16	6,5	24	
SRT	i	24	10	42	16	16	7	42	10	42	7	
Soutirage	m <sup>3</sup> .j <sup>-1</sup>	4,8	12,3	2,7	7,3	7,3	17,8	2,7	12,3	2,7	17,8	

#### III.3.2.2.1.2 Cas 2 : Volume variable à charge massique constante

La situation initiale correspond à une charge massique de 0.1 kgDBO.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Au-delà, les flux entrants sont multipliés par un facteur 2, 3, 4 ou 6 par augmentation des volumes journaliers admis. **Le volume du réacteur biologique est augmenté d'une même amplitude par l'adoption d'un bassin d'aération à niveau variable.** Le soutirage est arrêté tant que la valeur initiale du taux de boue n'est pas atteinte. Les extractions reprennent ensuite (Figure III-39). Il n'est pas nécessaire d'augmenter la durée journalière d'aération (11h/j) puisque, pendant la phase transitoire succédant à la perturbation, l'âge des boues et la charge massique restent supérieurs à leurs valeurs initiales (16 j et 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> respectivement).





Le Tableau III-22 précise les caractéristiques de toutes les simulations effectuées.

		Cas A	A (x 2)	Cas I	B (x 3)	Ca	as C (x 4)	Cas	D (x 6)
		t < 5 j	t > 5 j	t < 5 j	t > 5 j	t < :	5j t>5j	t < 5	j t>5 j
Volume	m³	V	2*V	V	3*V	V	4*V	V	6*V
C <sub>m</sub>	kgDBO ₅ . (kgMVS.j) <sup>-1</sup>	0,103	0,105	0,103	0,105	0,1	03 0,105	0,103	8 0,105
C <sub>v</sub> (N)	mg N.(L.j) <sup>-1</sup>	61	61	61	61	6	61	61	61
$V_{j}$	m³.j <sup>-1</sup>	115	230	115	345	11	5 460	115	690
D <sub>aer</sub>	h.j <sup>-1</sup>	11	11	11	11	11	I 11	11	11
SRT	j	16	16	16	15	16	6 15	16	15
Soutirage	m³.j <sup>-1</sup>	7,3	14,6	7,3	21,9	7,	3 29,2	7,3	43,8

Tableau III-22 : Récapitulatif des conditions de simulation appliquées (SIM)

#### III.3.2.2.2 Réponses du système aux perturbations appliquées

Pour illustrer les résultats des simulations, des graphiques « types » sont présentés. Les valeurs numériques sont regroupées dans un tableau synthétique final où les amplitudes et temps de réponse sont mentionnés. Les graphiques détaillés des résultats de simulation sont présentés en *Annexe XVI* et *XVII*.

## III.3.2.2.2.1 Cas 1 : Fonctionnement à charge massique variable à volume constant

La gestion mise en œuvre permet de conserver une nitrification poussée ([N- $NH_4^+$ ]<sub>s</sub> < 2mgN/L), mais conduit à une dégradation de la concentration en nitrates en sortie **en moins de deux jours** (Figure III-40).



Figure III-40 : Evolution type (cas 1) des concentrations en sortie d'installation gérée à charge massique variable (SIM)

Les flux d'azote nitrifié et assimilé augmentent et atteignent leur nouvelle valeur d'équilibre en 1 à 2 jours (Figure III-41). Le flux d'azote dénitrifié reste constant expliquant pourquoi des concentrations importantes en nitrates sont prédites en sortie.



Figure III-41 : Evolution type (cas 1) des flux azotés sur une installation soumise à des charges massiques variables (SIM)

La montée en charge massique provoque une **modification lente** des concentrations en biomasses : augmentation de la concentration en biomasse hétérotrophe et diminution de la concentration en biomasse autotrophe conformément aux arguments exposés aux paragraphes III.2.3.1.2.1 et III.2.3.1.2.2.



Figure III-42 : Evolution type (cas 1) des concentrations en biomasses au sein d'une installation gérée à charge massique variable (SIM)

Le doublement des flux entrants provoque par exemple une variation des concentrations en biomasses de 20 %. Les concentrations en biomasses variant plus lentement que les concentrations de sortie et les flux, deux semaines sont nécessaires (soit environ un âge de boue) pour que les variables atteignent leur valeur d'équilibre.

Pour évaluer la durée nécessaire à la concentration en biomasse autotrophe permettant de passer de la valeur d'origine (établie à t < 5 jours) à sa nouvelle valeur d'équilibre, nous avons déterminé les durées correspondants à 75 et 90 % de la valeur d'équilibre et notées respectivement  $\mathbf{t}_{a,75}$  et  $\mathbf{t}_{a,90}$  (Figure III-43).



Figure III-43 : Illustration de la définition des durées  $t_{a,75}$  et  $t_{a,90}$ 

Les valeurs  $t_{a,75}$  et  $t_{a,90}$  obtenues pour les différentes amplitudes sont précisées dans le Tableau III-23.

		Cas	1 (x2)	Cas	2 (x2)	Cas	3 (x2)	Cas	4 (x3)	Cas	5 (x4)
		initiale t < 5j	surcharge t > 5j								
Cm	kg DBO <sub>5</sub> .(kgMVS.)) <sup>-1</sup>	0.078	0.154	0.052	0.103	0.103	0.21	0.052	0.153	0.052	0.204
SRT	j	24	10	42	16	16	7	42	10	42	7
C <sub>v</sub> (N)	mg N. (L.)) <sup>-1</sup>	44	89	30	61	61	122	30	90	30	122
Daer	h/j	9.75	16	6.5	11	11	24	6.5	16	6.5	24
[N-NH₄ <sup>+</sup> ]₅	mg N/L	0.9	1	0.8	1.3	1.3	0.6	0.78	1	0.8	0.4
[N-NO <sub>x</sub> ]s	mg N/L	3.9	18.1	1.4	4.8	4.8	33.2	1.4	17.1	1.4	33.5
Flux N nitrifié	g N/j	3.6	6.1	2.7	4.6	4.6	7.9	2.7	3.3	2.6	0.2
Flux N dénitrifié	g N/j	3.3	3.2	2.6	4	4	0.2	2.6	3.3	2.6	0.2
Flux N assimilé	g N/j	6	9.7	4.5	7.5	7.5	12.2	4.5	9.9	4.5	12.2
X <sub>B,H</sub>	mg DCO/L	2407	3100	2020	2800	2800	3280	2020	3140	2020	3355
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	116	95	127	109	109	90	127	96	127	90
V <sub>L, maxi</sub>	mg N <sub>nit</sub> .(L.h) <sup>-1</sup>	4.4	3.6	4.8	4.2	4.2	3.3	4.8	3.7	4.8	3.4
$\Delta X_{B,A}/X_{B,A}(t_0)$	%	-1	8%		14%	-1	8%	-2	24%	-3	80%
t <sub>a,75</sub>	i		6.6		6	:	5.9		6.3		5.3
t <sub>a,90</sub>	I	:	9.2		10	1	0.3	1	1.2		9

Tableau III-23 : Synthèse des résultats obtenus sur installation gérée en conditions de charge massique variable (SIM)

Ce mode de gestion garantit le maintien d'une nitrification poussée mais provoque, en sortie, une augmentation rapide de la concentration en azote total dont la part de nitrates est fortement majoritaire. Une diminution de 18 à 30 % de la vitesse maximale de nitrification a lieu et atteint sa valeur d'équilibre au bout de 9 à 12 jours. L'augmentation rapide qu'Iwema (1994) a constaté à 20°C sur son installation est probablement due à l'absence d'extraction de boue pendant la surcharge de trois jours étudiée.

Le choix de la charge massique admissible lors de la perturbation porte sur la concentration maximale en azote total que l'on peut admettre dans le rejet et sur la durée de la dégradation tolérée :

- Si la concentration maximale en azote total en sortie est fixée à 10 mgN/L, la charge massique maximale applicable est de 0.12 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, conformément au cas exposé au III.3.2.1.4 ;
- Si une concentration supérieure (environ 20 mgN/L) est autorisée dans le rejet, alors la charge massique maximale est de 0.15 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>. Toutefois, sur le long terme, la charge massique maximale applicable devra plutôt être limitée à 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> car une dénitrification incomplète devient un frein à l'ensemble du traitement de l'azote.

L'amplitude maximale de flux applicable dépend à la fois de la valeur de la charge massique appliquée avant la perturbation et de la valeur maximale admissible pendant la perturbation. Pour un fonctionnement à 0.1 kgDBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> lors de la situation initiale, un facteur d'augmentation de 1.5 convient. Cette valeur concorde avec les conclusions pressenties par lwema (1994) pour des surcharges de trois jours.

#### III.3.2.2.2 Cas 2 : Volume variable à charge massique constante

En sortie d'installation à volume variable gérée de la façon présentée au III.3.2.2.1.2, la qualité du traitement de l'azote subit une dégradation temporaire : augmentation de la concentration en azote ammoniacal et diminution de la concentration en nitrates (Figure III-44). La concentration en azote ammoniacal en sortie passe par une valeur maximale qui ensuite diminue pour aboutir à une nitrification poussée identique à celle initialement établie.



Figure III-44 : Evolution type des concentrations en sortie d'installation gérée à volume variable (SIM) Les flux d'azote traités au sein du système augmentent en une dizaine de jours (Figure III-45). Cette durée correspond au temps nécessaire à la récupération du taux de boue dans les bassins, c'est à dire à la durée nécessaire à la biomasse hétérotrophe pour se multiplier.



Figure III-45 : Evolution type des flux azotés sur une installation gérée à volume variable (SIM)

Si les concentrations des biomasses autotrophe et hétérotrophe diminuent (Figure III-46), en revanche l'arrêt total du soutirage des boues est une condition favorable à leur

développement. Il conduit à une augmentation de la quantité de ces biomasses au sein du système.



Figure III-46 : Evolution type des biomasses au sein d'une installation gérée à volume variable (SIM)

Pour caractériser la réponse biologique lors de la perturbation des flux entrants, les durées et amplitudes suivantes ont été déterminées :

- t<sub>h</sub> et t<sub>a</sub>, les durées nécessaires aux concentrations hétérotrophe et autotrophe pour retrouver leur valeur initiale (Figure III-47);
- $\Delta X_{B,A} \text{ à } t_h$ , l'écart entre la valeur de la concentration en autotrophes entre l'instant ( $t_h$ ) et l'instant initial ( $t_0$ ). A la reprise du soutirage des boues, le déficit en autotrophes (défini par l'expression  $1 \frac{\Delta X_{B,A}(t_h)}{\Delta X_{B,A}(t_0)}$ ) est



déterminant.



Essentiellement constituées d'hétérotrophes, la concentration en boue dans le bassin d'aération retrouve sa valeur initiale au bout de 7 à 10 jours ( $t_h$ ). Après ce délai, la biomasse autotrophe n'a pas forcément atteint la valeur précédent la perturbation. Selon l'amplitude d'augmentation de charge, il faut attendre une durée comprise entre 20 et 45 jours ( $t_a$ ) pour que la concentration en autotrophes retrouve une valeur semblable à sa valeur initiale.

Les résultats de toutes les simulations sont regroupés dans le Tableau III-24.

			Cas A (x2)	Cas B (x3)	Cas C (x4)	Cas D (x6)	Cas E (x6)
		Etat stabilisé initial et final	Conséquences de la dégradation				
Volume		V	2*V	3*V	4*V	6*V	6*V
Cm	kg DBO <sub>5</sub> .(kgMVS.)) <sup>-1</sup>	0.103					
SRT	İ	16					
C <sub>v</sub> (N)	mg N.(L.)) <sup>-1</sup>	61					
Daer	h⁄j	11	11	11	11	11	16
[N-NH₄⁺]₅ maxi au plus fort de la dégradation	mg N/L	1.3	4	7	9	12	7
[N-NO <sub>x</sub> ]s	mg N/L	4.6					
Flux N nitrifié	g N/j	4.6	9.1	13.7	18.2	27.3	27.3
Flux N dénitrifié	g N/j	4	8	12.1	16.1	24	24
Flux N assimilé	g N/j	7.5	15	22.5	30	45	45
X <sub>B,H</sub>	mg DCO/L	2800					
X <sub>B,A</sub>	mg DCO/L	109					
V <sub>L, maxi</sub>	mg N <sub>nit</sub> . (L. h) <sup>-1</sup>	4.2					
$1-\Delta X_{B,A}(t_h)/\Delta X_{B,A}(t_0)$	%	-	0%	6%	8%	30%	8%
t <sub>h</sub>	I	-	7	8	9	11	11
ta	I	-	7	20	30	45	20
Flux N-NH₄ rejeté (t > t <sub>h</sub> ) / Flux N-NH₄ rejeté (t > 5j)	%	-	5%	8%	10%	22%	5%

Tableau III-24	: Bilan des ré	sultats obtenus	sur installation	gérée à volume	e variable	(SIM)
				90.00 0.000		(0)

Le flux d'azote ammoniacal rejeté après la reprise des extractions de boues ne compte que pour 5 à 20 % du flux total d'azote ammoniacal rejeté. L'application d'une surcharge d'amplitude 2 (cas A) provoque une dégradation de la qualité du traitement de l'azote (4 mg N-NH<sub>4</sub>/L en sortie) qui se résorbe en une semaine. A la reprise des extractions, la biomasse autotrophe retrouve sa concentration initiale. Pour un facteur d'amplitude de 3 à 4 (cas B et C), la dégradation de la concentration en azote (comprise entre 7 et 9 mg N-NH<sub>4</sub>/L) en sortie se résorbe en 20 à 30 jours car il manque 10 % des autotrophes à la reprise des extractions de boue. Pour un facteur d'amplitude supérieure, la dégradation de la qualité de l'eau de sortie (12 mg N-NH<sub>4</sub>/L en sortie) dure 45 jours car un tiers des autotrophes manque à la reprise des extractions (cas D). En appliquant une durée d'aération 50 % supérieure (cas E), la dégradation se résorbe en 20 jours seulement ce qui confirme les résultats théoriques présentés au III.3.1.2.

A une charge massique de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, la variation du volume du bassin d'aération constitue une solution permettant d'optimiser l'ensemble du traitement de l'azote lorsque les flux admis varient brusquement pendant une longue durée. Dans les conditions simplificatrices des simulations (débit constant, concentrations constantes), nous retiendrons qu'une amplitude de 2 provoque la dégradation la plus courte (une semaine) et d'intensité la plus faible. Pour un facteur d'augmentation supérieur, la durée nécessaire au retour de la concentration en autotrophes à sa valeur initiale est limitante. Une amplitude de 3 à 4 pourra être retenue si la dégradation des concentrations de sortie peut être admise pendant trois semaines à un mois. Une amplitude de 6 n'est envisageable qu'à condition d'augmenter la durée d'aération journalière. Cette modification provoque cependant une augmentation de la concentration en nitrates qui peut avoir des effets néfastes sur la nitrification.

#### III.3.2.2.3 Facteurs de variations de charge admissibles

En régime dynamique, le modèle ASM a permis de déterminer les temps de réponse des variables du système réactionnel et des variables de sortie lors de modifications brutales des flux appliqués :

- Lorsque les flux appliqués augmentent, l'augmentation de la durée d'aération constitue un moyen de maintenir une nitrification poussée. La vitesse maximale de nitrification diminue de 18 à 30 % et atteint sa valeur d'équilibre au bout de 9 à 12 jours. En sortie, la concentration en azote total (essentiellement constituée de nitrates) se dégrade rapidement. Le choix de l'amplitude de flux maximal applicable dépend à la fois de la valeur de la charge massique appliquée avant la perturbation et de la valeur maximale admissible pendant la perturbation, ainsi que de la concentration maximale en azote total que l'on peut admettre dans le rejet et sur la durée de la dégradation tolérée. Un système fonctionnant à une charge de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> accepte des variations de flux d'au plus 1.5 à condition d'admettre de privilégier la nitrification au détriment de la dénitrification.
- De gestion plus délicate, mais d'exploitation moins coûteuse en aération, un bassin d'aération à volume variable fonctionnant à une charge massique de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> constitue une solution technique permettant d'optimiser l'ensemble du traitement de l'azote lorsque les flux admis varient brusquement pendant une longue durée. Une amplitude de 2 provoque une altération de la qualité du traitement de faible intensité pendant une semaine. Une amplitude de 3 à 4 pourra être retenue si la dégradation peut être admise pendant 3 semaines à un mois. Une amplitude de 6 n'est envisageable qu'à condition d'augmenter la durée d'aération journalière provoquant une augmentation de la concentration en nitrates.

Pour faire face à des amplitudes supérieures, une combinaison des deux solutions pourrait être envisagée.

#### III.3.2.3 Limites des valeurs maximales annoncées

Les charges massiques maximales applicables ont été dégagées à partir de l'utilisation du modèle ASM et d'une étude théorique des conditions nécessaires à la croissance de la biomasse autotrophe. Les valeurs dépendent de la nature de l'effluent brut. Plus l'effluent est riche en azote (DCO/NTK < 11.5), plus la charge massique maximale applicable est faible. Pour une part de DCO biodégradable supérieure à la valeur testée (à concentration en DCO totale identique), alors le flux dénitrifié, et donc la charge massique maximale applicable, seraient plus importants que les valeurs annoncées.

## CONCLUSION

#### RAPPEL DE LA DEMARCHE

Pour améliorer l'identification des facteurs agissant sur le dimensionnement des bassins et sur la maîtrise des processus de nitrification et de dénitrification (charge massique, âge des boues, charge volumique en azote, durée d'aération, caractéristiques détaillées de l'effluent brut), une double démarche expérimentale et numérique a été menée. Deux séries d'expérimentations de longue durée ont d'abord été effectuées sur pilote afin d'obtenir la mise en place d'une succession de régimes stabilisés. Les mesures expérimentales détaillées ont permis de réévaluer certains des coefficients cinétiques du modèle ASM. L'outil de simulation ainsi obtenu a permis de dégager les valeurs optimales des paramètres de dimensionnement, puis d'étudier le comportement des installations en régime dynamique.

#### PRINCIPALES CONCLUSIONS

#### • Conclusions d'ordre méthodologique

Lors de la mesure de la vitesse maximale de nitrification en réacteur séparé, le suivi exclusif de la pente de production des nitrates est inadapté lorsqu'une dénitrification simultanée est présente. Il est préférable de mesurer aussi la disparition de l'ammoniaque. Cependant, à 11°C, la pente de production des nitrates est supérieure à celle de disparition de l'ammoniaque de 2 mgN.(L.h)<sup>-1</sup>. Cet écart s'explique par une production d'azote ammoniacal interne au système due à la lyse des bactéries hétérotrophes (fortement majoritaires dans les boues). Son intensité est d'autant plus importante que la température est basse car la biomasse hétérotrophe contenue dans les boues y est plus abondante.

Lors des essais de dégradation du substrat d'origine alimentaire (Viandox<sup>®</sup>), la production de boue a été évaluée à 0.25 g MVS / g DCO<sub>dégradée</sub>, soit 0.47 g MES / g DBO<sub>5 dégradée</sub>. Cette valeur est 1.5 à 2 fois inférieure aux valeurs obtenues sur des installations alimentées par des eaux usées urbaines. A l'inverse, les essais réalisés sur de l'eau usée urbaine en pilote montrent une production de boue comprise entre 0.35 et 0.45 g MVS / g DCO<sub>dégradée</sub>, soit 0.8 à 1.0 g MES / g DBO<sub>5 dégradée</sub>, ce qui est tout à fait conforme aux valeurs observées sur les installations réelles. Ces deux valeurs de la production de boue sont correctement prédites par la « formule du binôme » (Duchène, 1999). A charge massique identique, l'âge des boues obtenu avec un effluent synthétique dépourvu de matières en suspension est supérieur à celui obtenu avec une eau usée urbaine. La charge massique n'est donc pas un critère adapté à la comparaison du traitement d'eaux de nature différente. Il est donc préférable de raisonner en terme d'âge des boues.

Le taux de croissance maximal des bactéries autotrophes, mesuré à 12°C avec l'effluent synthétique, est seulement de 0.10  $\pm$  0.02 j<sup>-1</sup>, alors qu'à 11°C une valeur de 0.22  $\pm$  0.02 j<sup>-1</sup> a été mesurée sur effluent réel. La diminution de 30 % par rapport à la valeur par défaut du modèle ASM (0.3 j<sup>-1</sup> (Henze *et al.*, 1986)) est essentielle (en prenant b<sub>A</sub> = 0.02 j<sup>-1</sup>). Elle nécessite également la modification de trois autres paramètres cinétiques

#### Conclusion

 $(K_{NH} = 0.05 \text{ mgN/L}, K_{OH} = 0.05 \text{ mgO}_2/L$  et  $K_S = 30 \text{ mgDCO/L})$ . Le jeu de paramètres ainsi obtenu permet un bonne adéquation de l'outil de simulation avec les résultats expérimentaux (concentrations en biomasse autotrophe, vitesse de nitrification et performances de traitement de l'azote). L'étape d'initialisation des simulations doit toutefois être effectuée avec rigueur.

#### • Paramètres régissant les performances de nitrification

Le temps de rétention des solides (âge des boues) n'est pas le seul paramètre déterminant du maintien de la nitrification en boues activées. Une durée de présence d'oxygène minimale doit lui être associée. Sa valeur est fonction de l'âge de boue et de la proportion de boue présente dans le bassin d'aération. Toute diminution de l'âge des boues nécessite une augmentation de la durée d'aération pour éviter une diminution de la concentration en biomasse autotrophe dans le milieu réactionnel entraînant un accroissement rapide et durable de la concentration résiduelle en ammoniaque.

En conditions d'aération non-limitantes, à température donnée, la valeur d'équilibre prise par la vitesse maximale de nitrification (« potentiel de nitrification ») est régie par la charge volumique en azote appliquée (FNDAE *et al.*, 2002), par l'âge des boues et par la proportion de boues présentes dans le réacteur biologique. En conditions d'aération limitantes, le rendement de nitrification doit en plus être pris en compte. A âge de boue donné, le ratio DCO/NTK de l'intrant joue un rôle essentiel sur la concentration en biomasse autotrophe (et donc sur la vitesse maximale de nitrification). A ratio DCO/NTK constant, toute augmentation de la charge massique pendant une longue durée, même compensée par une augmentation de la durée d'aération, provoque un léger appauvrissement de la boue en biomasse autotrophe, ce qui réduit la vitesse maximale de nitrification.

Toute modification des conditions de fonctionnement provoque une évolution de la concentration en biomasse autotrophe dont la nouvelle valeur d'équilibre est atteinte au bout d'une vingtaine de jours.

#### Limite de charge massique applicable aux installations traitant des eaux résiduaires urbaines

Les installations boues activées soumises à une aération intermittente en bassin unique sont capables de traiter l'azote de façon poussée à des charges massiques supérieures à la valeur conventionnelle de dimensionnement. La valeur de la charge massique maximale permettant de garantir une concentration en azote total de 10 mgN/L nécessite l'optimisation de la dénitrification, dont le rendement dépend de la composition de l'effluent brut. A charge carbonée constante, le flux d'azote dénitrifié est fixé. Plus l'effluent brut est riche en azote (DCO/NTK < 11.5), plus la charge massique maximale applicable sera faible. Par opposition,

plus la part de carbone biodégradable est élevée (à concentration en DCO totale identique), plus le flux dénitrifié augmente, et donc plus la charge massique maximale applicable est importante. A une température de  $11^{\circ}$ C, pour un effluent de composition classique (DCO/NTK = 11.5, DCO/DBO<sub>5</sub> = 2.5), les valeurs suivantes pourront être retenues :

La concentration en azote total en sortie reste inférieure à 10 mgN/L jusqu'à une charge massique d'au plus 0.12 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup>, valeur 20 % supérieure à la valeur conventionnelle de dimensionnement. A cette charge, sont associés un âge de boue de 14 jours et une durée de présence d'oxygène journalière de 14h (soit une durée journalière d'aération de 12h30). La vitesse maximale de nitrification attendue est de 4 mg N<sub>nit</sub>.(L.h)<sup>-1</sup>, soit 1.35 mg N<sub>nit</sub>.(gMVS.h)<sup>-1</sup> pour une concentration en boue de 3 gMVS/L. A des charges massiques supérieures, comprises entre 0.12 et 0.2 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup>, la nitrification est possible à condition d'augmenter la durée journalière de présence d'oxygène ce qui réduit la durée d'anoxie et limite le flux dénitrifié. La concentration en nitrates alors élevée dans l'eau traitée peut compromettre l'élimination globale de l'azote en devenant néfaste à l'exploitation de l'installation (acidification et pertes de boues par l'eau traitée).

La charge massique limite mise en évidence en bassin unique étant 20 % supérieure à la valeur conventionnelle de dimensionnement (0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup>), l'usage de coefficient de sécurité par un dimensionnement à des valeurs de charges massiques largement inférieures (0.07 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> par exemple) ne semble pas justifié pour obtenir un traitement poussé de l'azote lors de l'application durable de basses températures.

Afin de maîtriser le taux de nitrates dans le rejet, les installations à aération séquencée sont parfois complétées par une zone d'anoxie placée en amont du réacteur biologique aéré recevant les boues de recirculation issues du décanteur et les boues de circulation issues du bassin d'aération. A volume total de réacteur (bassin d'anoxie + bassin d'aération) identique, des durées d'aération plus longues doivent être appliquées pour compenser la réduction de la fraction de boue aérée. Selon les simulations effectuées, pour que la concentration en azote total en sortie reste inférieure à 10 mg N/L avec une usée urbaine classique, la charge massique doit être inférieure à eau 0.14 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup>. A cette charge sont associés un âge de boue de 10 jours et une durée de présence d'oxygène continue dans le bassin d'aération. La vitesse maximale de nitrification attendue est de 4.4 mg  $N_{nit}$ .(L.h)<sup>-1</sup>, soit 1.5 mg  $N_{nit}$ .(gMVS.h)<sup>-1</sup>, pour une concentration en boue de 3 gMVS/L. La vitesse prend une valeur 15 % supérieure à celle établie sur une installation à bassin unique fonctionnant à la même charge massique en raison d'une production d'azote interne au système plus abondante (car la concentration en biomasse hétérotrophe y est supérieure). Pour des charges massiques supérieures, la concentration en azote total se dégrade plus vite qu'en bassin unique car la durée d'aération journalière ne peut être augmentée. La concentration en azote ammoniacal devient alors rapidement élevée dans l'eau traitée.

Selon les simulations numériques, la charge massique maximale applicable à une installation équipée d'une zone d'anoxie en tête est 20 % supérieure à celle applicable à une installation à bassin unique car pour la même charge massique le flux dénitrifié y est plus important (et donc la concentration en nitrates et en azote total plus faibles). La mise en place de telles filières constituerait un moyen potentiel de réduire le coût de construction des installations boues activées (réduction du volume des bassins et de la capacité d'aération installée). Néanmoins, le coût induit par la recirculation des liqueurs doit être pris en compte.

#### • Amplitude maximale de variation de charge

Les importantes variations de flux observées en entrée d'installations situées en zone touristique de montagne compromettent l'élimination poussée de l'azote en haute saison hivernale.

Lorsque les flux appliqués augmentent brutalement, le maintien d'un taux de boue constant dans le bassin d'aération provoque une diminution de l'âge de boue de la culture. La compensation par l'augmentation de la durée d'aération constitue un moyen de maintenir une nitrification poussée (au détriment de la dénitrification). Les simulations réalisées montrent que la vitesse maximale de nitrification diminue pour atteindre sa valeur d'équilibre au bout d'une dizaine de jours. En sortie, la concentration en nitrates augmente rapidement. Le flux maximum admissible dépend à la fois de la valeur de la charge massique initiale, et de la qualité du rejet acceptable en mode dégradé. Un système fonctionnant à une charge de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> accepte des variations de flux d'un facteur d'au plus 1.5, à condition d'admettre de privilégier la nitrification au détriment de la dénitrification.

De gestion plus délicate et de coût d'investissement plus élevé, mais d'exploitation moins coûteuse en aération, un bassin biologique à volume variable fonctionnant à une charge massique de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> peut constituer une solution technique permettant d'optimiser l'ensemble du traitement de l'azote lorsque les flux admis varient brusquement pendant une longue durée. Lorsque le flux entrant augmente d'un facteur 2, la qualité du rejet peut être maintenue. En revanche, lorsqu'un échelon d'amplitude 3 ou 4 est appliqué, une dégradation de la qualité de l'effluent traité intervient et dépasse la concentration en azote total maximale fixée (10 mgN/L). Une vingtaine de jours sont alors nécessaires pour que la situation se rétablisse. Des variations d'amplitudes supérieures provoquent des dégradations plus intenses de l'efficacité du traitement biologique nécessitant une durée d'au moins un mois après le début de la perturbation pour récupérer une situation normale.

Pour faire face à des variations d'amplitudes supérieures aux facteurs énoncés (1.5 pour la solution « variation de charge avec modification de la durée d'aération », et 2 à 4 pour la solution « volume variable »), une combinaison des deux solutions peut être envisagée. On pourra par exemple préconiser un fonctionnement à une charge massique de 0.05 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> en basse saison. Pour faire face à l'augmentation de flux entrant

#### Conclusion

d'un facteur 8 en haute saison, la charge massique pourra être augmentée à 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, puis le volume du bassin d'aération multiplié par 4. Le clarificateur devant être dimensionné en conséquence pour ne pas être le facteur limitant.

#### PERSPECTIVES

La recherche d'une meilleure compréhension des mécanismes régissant les performances de traitement de l'azote en boues activées a mis en évidence les limites de charge à ne pas dépasser dans les conditions les plus défavorables maintenues en régime permanent. En régime dynamique, il a été montré que l'amplitude de la dégradation constatée dépendait de l'amplitude de la perturbation appliquée. Si ces résultats doivent être confirmés par des expérimentations complémentaires, les recherches doivent aujourd'hui être poursuivies en intégrant la durée des perturbations appliquées, l'irrégularité de la gestion des extractions de boue et les fluctuations de la température. L'étude des effets de telles contraintes sur les performances de traitement de l'azote (conditions plus proches de celles fréquemment rencontrées sur installations réelles) permettrait d'aboutir à une fiabilité raisonnée évitant l'introduction de facteurs de sécurité exagérés.

Pour ce faire, il sera nécessaire de confirmer les valeurs des paramètres du modèle en conditions dynamiques réelles de fonctionnement, intégrer les fluctuations de la constitution de l'effluent (concentrations, ratios DCO/NTK, fractionnement de la matière organique) et différencier les limites annoncées en fonction de la nature de l'effluent (ratios DCO/DBO<sub>5</sub> et DCO/MES). D'autre part, la sensibilité de la méthode des bilans (plus simple à mettre en œuvre que le calage du modèle ASM pour déterminer le taux de croissance maximum de la biomasse autotrophe) devra être évaluée sur installation réelle car les quantités de boue retirées et contenues dans les ouvrages sont connues avec moins de précision.

### **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**
- Al-Sa'ed R. (1988) Investigations on nitrification of ammonia rich wastewater in activated sludge systems. Water Supply, **6**, 235-242.
- Antoniou, Hamilton J., Koopman B., Jain R., Holloway B., Lyberatos G. and Svoronos S.A. (1990) Effect of temperature and pH on the effective maximum specific growth rate of nitrifying bacteria. Water Research, **24**(1), 97-101.
- Argaman Y. (1981) Design and performance charts for single-sludge nitrogen removal systems. Water Research, **15**, 841-847.
- Argaman Y. (1994) Nitrogen control considerations in activated sludge systems design. New World Water, 77-80.
- Argaman Y., Papkov G., Ostfeld A. and Rubin D. (1999) *Single-sludge nitrogen removal model : Calibration and Verification. Journal of Environmental Engineering*, **125**(7), 608-617.
- Belser L.W. and Mays E.L. (1982) Use of nitrifier activity measurements to estimate the efficiency of viable nitrifier counts in soils and sediments. Applied and Environmental Microbiology, **43**(4), 945-948.
- Bendzuck C.G. (1996) Upgrading a large wastewater treatment plant with the help of a large-scale pilot plant. Water Science and Technology, **33**(12), 81-88.
- Bock E., Koop H.P. and Harms H. (1986) *Cell biology of nitrifying bacteria*. In: Nitrification (Ed), pp. 17-38. Prosser J.I. (ed), IRL Press, Oxford.
- Bock E., Koops H.P., Möller U.C. and Rudert M. (1990) A new facultatively nitrite oxidizing bacterium, Nitrobacter vulgaris sp. nov. Archives of Microbiology, **153**, 105-110.
- Bouchez T. (2000) *Etude de l'inoculation d'une bactérie dans des boues activées*, Ecole doctorale ABIES, INAPG.
- Brands E., Liebeskind M. and Dohmann M. (1994) Parameters for dynamic simulation of wastewater treatment plants with high-rate and low-rate activated sludge tanks. Water Science and Technology, **30**(4), 211-214.
- Brdjanovic D., Van Loodsdrecht M.C.M., Versteeg, Hooijmans C.M., Alaerts G.J. and Heijnen J.J. (2000) *Modeling COD, N and P removal in a full-scale WWTP haarlem waarderpolder. Water Research,* **34**(3), 846-858.
- Brion N. and Billen G. (1998) Une réévaluation de la méthode d'incorporation de H14CO<sub>3</sub><sup>-</sup> pour mesurer la nitrification autotrophe et son application pour estimer des biomasses de bactéries nitrifiantes. Revue des Sciences de l'Eau, **11**(2), 283-302.
- Burica O., Strazar M. and Mahne I. (1996) *Nitrogen removal from wastewater in a pilot plant operated in the recirculation anoxic-oxic activated sludge mode. Water Science and Technology,* **33**(12), 255-258.
- Campos J.K., Mosquera-Corral A., Sanchez M., Mendez R. and Lema J.M. (2002) *Nitrification in saline wastewater with high ammonia concentration in activated sludge unit. Water Research*, **36**, 2555-2560.
- Carstensen J., Vanrolleghem, Rauch W. and Reichert. (1997) *Terminology and methodology in modelling for water quality management a discussion starter. Water Science and Technology*, **36**(5), 157-168.
- Carucci A., Rolle E. and Smurra. (1999) *Management optimisation of a large wastewater treatment plant. Water Science and Technology*, **39**(4), 129-136.
- Charley R.C., Hooper D.G. and McLee A.G. (1980) *Nitrification kinetics in activated sludge at various temperatures and dissolved oxygen concentrations. Water Research*, **14**, 1387-1396.
- Charpentier J., Martin G., Wacheux H. and Gilles. (1998). ORP regulation and activated sludge 15 years of experience. IAWQ 19th biennial international conference. Vancouver, Canada, 336 347.
- Choi E., Rhu D., Yun Z. and Lee E. (1998) *Temperature effects on biological nutrient removal system* with weak municipal wastewater. Water Science and Technology, **37**(9), 219-226.
- Chudoba and Pannier. (1994) Nitrification kinetics in activated sludge with both suspended and attached biomass. Water Science and Technology, **29**(7), 181-184.
- Cinar O., Daigger G.T. and Graef S. (1998) Evaluation of IAWQ Activated Sludge Model No.2 using steady-state data from four full-scale wastewater treatment plants. Water Environment Research, **70**(6), 1216-1224.

Daigger G.T. and Grady C.L.J. (1995). The use of models in biological process design. Proceedings of the water environment federation. Vol. 1, 501-510.

Duchène P. (1999) Estimation de la production des boues, CEMAGREF ANTONY QHAN.

- Eckenfelder W.W. and Grau. (1992) *Activated sludge process design and control : Theory and Practice*. Water Quality Management Library, edited by W.W. Eckenfelder, J.F.J. Malina and J.W. Patterson, **1**. 8 vols. Technomic Publication, Lancaster, Pennsylvania (USA).
- EPA. U.S. (1992) *Design of Municipal Wastewater Treatment Plants*, 1592 pp. WEF Manual of Practice n°8 and ASCE Manual and Report on Engineering Practice n°76. 2 vols. Book Press, Brattleboro.
- Feray C., Volat B., Degrange V., Clays-Josserand A. and Montuelle B. (1999) Assessment of three method for detection and quantification of nitrite-oxidizing bacteria and nitrobacter in freshwater sediments (MPN-PCR, MPN-Griess, Immunofluorescence). Microbial Ecology, 37, 208-217.
- Ficara E. and Rozzi A. (2001) *pH-stat titration to assess nitrification inhibition. Journal of Environmental Engineering*, **127**(8), 698-704.
- FNDAE, Ministère de l'Agriculture de la Pêche et de l'Alimentation and CEMAGREF. (2002) Traitement de l'azote dans les stations d'épuration biologique des petites collectivités, 96 pp, n°25.
- Funamizu N. and Takakuwa T. (1994) Simulation of the operating conditions of the municipal wastewater treatment plant at low temperatures using a model that includes the IAWPRC activated sludge model. Water Science and Technology, **30**(4), 105-113.
- Furumai H., Kazmi A.A., Fujita M., Furuya Y. and Sasaki K. (1999) *Modeling long term nutrient removal in a sequencing batch reactor. Water Research*, **33**(1), 2708-2714.
- Gernaey K., Bogaert H., Vanrolleghem, Massone A., Rozzi A. and Verstraete W. (1998) A titration technique for on-line nitrification monitoring in activated sludge. Water Science and Technology, **37**(12), 103-110.
- Gernaey K., Maffei D., Vanrolleghem and Verstraete W. (1999) A new pH-based procedure to model toxic effects on nitrifiers in activated sludge. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, **74**, 679-687.
- Ginestet, Audic J.M., Urbain V. and Block J.C. (1998) *Estimation of nitrifying bacterial activities by* measuring oxygen uptake in the presence of the metabolic inhibitors allythiourea and azide. Applied and Environmental Microbiology, **64**(6), 2266-2268.
- Gujer W. and Henze M. (1991) Activated sludge modelling and simulation. Water Science and Technology, **23**, 1011-1023.
- Haider S., Vanrolleghem A. and Kroist H. (2000). Low sludge age and its consequences for metabolisation, storage and adsoprtion of readily biodegradable substrate (S<sub>s</sub>). 1st world water congress of the International Water Association (IWA). Paris, 4.
- Hall E.R. and Murphy K.L. (1985) *Sludge age and substrate effects on nitrification kinetics. Journal WPCF*, **57**(5), 413-418.
- Hanaki K., Wantawin C. and Ohgaki S. (1990) *Nitrification at low levels of dissolved oxygen with and without organic loading in a suspended-growth reactor. Water Research*, **24**(3), 297-302.
- Harremoës P., Haarbo A., Winther-Nielsen M. and Thirsing C. (1998) Six years of pilot plant studies for design of treatment plants for nutrient removal. Water Science and Technology, **28**(1), 219-226.
- Harremoës P. and Sinkjear O. (1995) *Kinetic interpretation of nitrogen removal in pilot scale experiments. Water Research*, **29**(3), 899-905.
- Heduit A. (1990) Optimization of nitrogen removal in small activated sludge plants. Water Science and *Technology*, **22**(3/4), 135-142.
- Henze M. (1990) Capabilities of biological nitrogen removal processes from wastewater. Water Science and Technology, **23**, 669-679.
- IAWPRC Task Group on Mathematical Modelling for Design and Operation of Biological Wastewater Treatment. (1986) Activated sludge n°1. Henze M., Grady C.L., Gujer W. and Marais G.R.
- Henze M., Harremoës P., la Cour Jansen J. and Arvin E. (1995) *Wastewater treatment Biological and Chemical Processes*, 383 pp, edited by Springer-Verlag, Berlin.

- Hu Z.R., Wentzel M.C. and Ekama G.A. (2001) *External nitrification in biological nutrient removal activated sludge systems. Water Science and Technology*, **43**(1), 251-260.
- Iwema A., Boudouresque P., Guyol M., Bourdelot J. and Forgeat J. (1994) *Influence des variations de charge sur le fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées*. Rapport d'étude.
- Jensen B.K., Eriksen T. and Jorgensen E. (1988) *Determination of active biomass. Water Science and Technology*, **20**(11-12), 213-219.
- Kos. (1998) Short SRT (Solid Retention Time) nitrification process / flowsheet. Water Science and Technology, **38**(1), 23-29.
- Kos P., Head M.A., Oleszkiewicz J. and Warakomski A. (2000). *Demonstration of low temperature nitrification with a short SRT.*
- Kristensen G.H., la Cour Jansen J. and Jorgensen E. (1998) Batch test procedures as tools for calibration of the activated sludge model a pilot scale demonstration. Water Science and Technology, **37**(4-5), 235-242.
- la Cour Jansen J., Kristensen G.H. and Laursen K.D. (1992) Activated sludge nitrification in temperate climate. Water Science and Technology, **25**(4-5), 177-184.
- Ladiges G., Gunner C. and Otterpohl R. (1999) *Optimisation of the hamburg wastewater treatment plants by dynamic simulation. Water Science and Technology*, **39**(4), 37-44.
- Larrea L., Larrea A., Ayesa E., Rodrigo J.C., Lopez-Carrasco M.D. and Cortacans J.A. (2001) Development and verification of design and operation criteria for the step feed process with nitrogen removal. Water Science and Technology, **43**(1), 261-268.
- Lefevre F., Audic J.M. and Bujon B. (1993) Automatic regulation of activated sludge aeration Single tank nitrification-dénitrification. Water Science and Technology, **28**(10), 278 286.
- Lesouef A. (1990) SIMBAD : Un modèle mathématique pour système de boues activées. Techniques des Sciences Municipales,(7-8), 371-378.
- Lesouef A., Payraudeau M., Rogalla F. and Kleiber B. (1992) Optimizing nitrogen removal reactor configurations by on-site calibration of the IAWPRC activated sludge model. Water Science and Technology, **25**(6), 105-123.
- Lukasse L.J.S., Keesman K.J. and van Straten G. (1999) A recursively identified model for short-term predictions of NH<sub>4</sub>/NO<sub>3</sub><sup>-</sup> concentrations in alternating activated sludge processes. Journal of Process Control,(9), 87-100.
- Martin G. (1979) Le problème de l'azote dans les eaux, 279 pp, edited by L.T.e. Documentation, Paris.
- Massone A., Gernaey K., Rozzi A. and Verstraete W. (1998) *Measurement of ammonium concentration and nitrification rate by a new titrimetric biosensor. Water Environment Research*, **70**(3), 343-350.
- McCartney D.M. and Oleszkiewicz J.A. (1990) Carbon and nutrient removal in a sequencing batch reactor at low temperatures. Environmental Technology, **11**, 99-112.
- Mines R.O.J. and Sherrard J.H. (1999) *Temperature interactions in the activated sludge process. Journal of Environmental Science and Health*, **34**(2), 329-340.
- Montuelle B., Volat B., Torio-Fernandez M.M. and Navarro E. (1996) Changes in Nitrobacter serotypes biodiversity in a river: Impact of a wastewater treatment plant discharge. Water Research, **30**(5), 1057-1064.
- Neethling J.B., Spani C., Danzer J. and Willey B. (1998) Achieving nitrification in pure oxygen activated sludge by seeding. Water Science and Technology, **37**(4-5), 573-577.
- Nowak O. (1994) Nitrification inhibition A method for the estimation of actual maximum autotrophic growth rates in activated sludge systems. Water Science and Technology, **30**(6), 9-19.
- Nowak O., Franz A., Svardal K., Muller V. and Kuhn V. (1999a) *Parameter estimation for activated sludge models with the help of mass balances. Water Science and Technology*, **39**(4), 113-120.
- Nowak O., Kuhn V. and Muller V. (1999b) A comparison of different concept of the running-in of nitrification and denitrification in activated sludge plants. Water Science and Technology, **39**(6), 53-60.
- Oleszkiewicz J.A. and Berquist S.A. (1988) Low temperature nitrogen removal in sequencing batch reactors. Water Research, 22(9), 1163-1171.
- Palis J.C. and Irvine R.L. (1985) Nitrogen removal in a low-loaded single tank sequencing batch reactor. Journal WPCF, **57**(1), 82-86.

- Patureau D., Bernet N. and Moletta R. (1996) La dénitrification aérobie : mise en évidence du phénomène et application dans les procédés biologiques de dépollution azotée. L'Eau, l'Industrie, les Nuisances,(192), 29 41.
- Pelmont J. (1993) *Bactéries et environnement, adaptations physiologiques*, 898 pp. [eds] Presses Universitaires de Grenoble. Presses universitaires de Grenoble, Grenoble.
- Plaza E., Trela J. and Hultman B. (2001) *Impact of seeding with nitrifying bacteria on nitrification* process efficiency. Water Science and Technology, **43**(1), 155-163.
- Plottu Y. (1994) *Elimination des surcharges azotées en pilote de station d'épuration à boues activées. Simulation de situations de temps de pluie.* Mémoire de fin d'études, ENGEES.
- Potter T.G., Tseng C.C. and Koopman B. (1998) *Nitrogen removal in a partial nitrification/complete denitrification process. Water Environment Research*, **70**(3), 334-342.
- Randall C.W., Pattarkine V.M. and McClintock S.A. (1992) Nitrification kinetics in single-sludge biological nutrient removal activated sludge systems. Water Science and Technology, 25(6), 195-214.
- Rittmann B.E. (1996) How input active biomass affects sludge age and process stability. Journal of Environmental Engineering, **122**(1), 4-8.
- Schétrite S. (2000) Détermination des vitesses de nitrification et dénitrification sur des pilotes de station d'épuration alimentées en eaux usées : Influence des variations de la charge à traiter et de la température., CEMAGREF Antony QHAN.
- Shammas N.K. (1986) Interactions of temperature, pH, and biomass on the nitrification process. Journal WPCF, **58**, 52-58.
- Smith M. and Dudley J. (1998) *Dynamic process modelling of activated-sludge plants. Journal CIWEM*, **12**, 346-356.
- Spanjers H., Temmink H. and Klapwijk A. (1994) *Monitoring of the maximum respiration rate. Water Science and Technology*, **30**(4), 285-288.
- Spanjers H. and Vanrolleghem. (1995) *Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. Water Science and Technology*, **31**(2), 105-114.
- Spanjers H., Vanrolleghem, Olsson G. and Dold. (1996) *Respirometry in control of the activated sludge process. Water Science and Technology*, **34**(3-4), 117-126.
- Spérandio M., Urbain V., Ginestet, Audic J.M. and Paul E. (2001) *Application of COD fractionation by a new combined technique: comparison of various wastewaters and sources of variability. Water Science and Technology*, **43**(1), 181-190.
- Strenstrom M.K. and Poduska R.A. (1980) The effect of dissolved oxygen concentration on nitrification. Water Research, **14**, 643 - 649.
- Stricker A.E. (1996) *Capacité des boues activées à traiter les surcharges azotées*. Mémoire de fin d'études de l'ENGEES et de DEA "Mécanique & Ingénierie", ENGEES / Université Louis Pasteur de Strasbourg.
- Stricker A.E. (2000) Application de la modélisation à l'étude du traitement de l'azote par boues activées en aération prolongée : comparaison des performances en temps sec et en temps de pluie. Thèse de doctorat, Spécialité Génie des procédés, Université de Strasbourg I, Ecole Doctorale de Sciences Pour l'Ingénieur.
- Suescun J., Ostolaza X., Garcia-Sanz M. and Ayesa E. (2001) *Real-time control strategies for* predenitrification-nitrification activated sludge plants biodegradation control. Water Science and Technology, **43**(1), 209-216.
- Surmacz-Gorska J., Demuynck C., Vanrolleghem and Verstraete W. (1995) *Nitrification process* control in activated sludge using oxygen uptake rate measurements. Environmental *Technology*, **16**, 569 577.
- Taylor J. (2000) *Incertitudes et analyse des erreurs dans les mesures physiques*, 309 pp. Masson Sciences, edited by DUNOD, Paris.
- Thiem L.T. and Alkhatib E.A. (1988) *In situ adaptation of activated sludge by shock loading to enhance treatment of high ammonia content petrochemical wastewater. Journal WPCF*, **60**(7), 1245-1252.
- Tonneau J. (1991) *Tables de chimie Un mémento pour le laboratoire*, 123 pp. Accès Sciences, edited by D.B. Editions, Bruxelles.

- Van Loosdrecht M.C. and Jetten M.S.M. (1998) *Microbiological conversions in nitrogen removal. Water Science and Technology*, **38**(1), 1-7.
- Van Veldhuizen H.M., Van Loosdrecht M.C.M. and J.J. H. (1999) *Modeling phosphorus and nitrogen removal in a full scale activated sludge process. Water Research*, **33**(16), 3459-3468.
- Wartchow D. (1990) *Nitrification and Denitrification in combined sludge systems. Water Science and Technology*, **22**(7-8), 199-206.
- Watson B., Rupke M., Takacs I. and Patry. (1994) *Modelling of full-scale wastewater treatment plants: How detailed should it be ? Water Science and Technology*, **30**(2), 141-147.
- Yuan Z., Bogaert H., Leten J. and Verstraete W. (2000) *Reducing the size of a nitrogen removal activated sludge plant by shortening the retention time of inert solids via sludge storage. Water Research*, **34**(2), 539-549.

Nombre de références : 95

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1 : Temps de doublement et taux de croissance à 20°C en conditions non-limitantes	_ 39
Tableau I-2 : Exemples de conditions de température	_ 43
Tableau I-3 : Charges maximales à respecter (Martin, 1979)	_ 45
Tableau I-4 : Vitesse de nitrification en fonction de la température, de la charge massique et du ratio	
DCO/NTK de l'eau brute	_ 47
Tableau I-5 : Valeurs d'âges de boue minimum à différentes températures	_ 51
Tableau I-6 : Exemple de résultats de fractionnement d'effluent brut (Henze et al., 1986)	_ 58
Tableau II-1 : Appareillage équipant le bassin d'aération du pilote et pas d'acquisition	_ 68
Tableau II-2 : Paramètres mesurés sur les échantillons d' <u>entrée</u>	_ 70
Tableau II-3 : Paramètres mesurés sur les échantillons de <u>sortie</u>	_ 70
Tableau II-4 : Composition de l'effluent synthétique	_ 84
Tableau III-1 : Amplitudes des variations de la vitesse de nitrification (SYNTH)	_ 98
Tableau III-2 : Concentrations moyennes de l'intrant (ERU)	104
Tableau III-3 : Rapports usuels de l'intrant (ERU)	104
Tableau III-4 : Vitesses de dénitrification moyennes retenues (ERU)	110
Tableau III-5 : Valeurs à retenir pour une nitrification poussée à 11°C (ERU)	114
Tableau III-6 : résultats du fractionnement de la DCO totale de l'effluent brut	118
Tableau III-7 : Comparaison des conditions de fonctionnement numériques et expérimentales	121
Tableau III-8 : Cas d'une nitrification poussée. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres par défaut	t123
Tableau III-9 : Cas d'une nitrification incomplète. Résultats obtenus avec les paramètres par défaut	124
Tableau III-10 : Nitrification incomplète. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres modifiés	125
Tableau III-11 : Nitrification incomplète. Résultats obtenus avec le jeu de paramètres modifié	126
Tableau III-12 : Paramètres modifiés	128
Tableau III-13 : Bilan des résultats numériques obtenus en régime permanent	129
Tableau III-14 : Impact d'une modification du débit d'extraction de boue sur les principales variables _	132
Tableau III-15 : Valeurs numériques utilisées pour l'analyse théorique et les simulations	143
Tableau III-16 : Durées journalières de présence d'oxygène nécessaire pour maintenir la nitrification à	!
11°C à différents âges de boue et fractions aérées	146
Tableau III-17 : Application numérique de l'accroissement en aération séquencée à 11°C et pour	
% <sub>Bassin d'aération</sub> de 83 %	147
Tableau III-18 : Application numérique du gain en aération continue à 11°C et pour % <sub>Bassin d'aération</sub>	
= 83 %	147
Tableau III-19 : Coefficient de linéarité liant vitesse et charge volumique en azote à 11°C et pour une	
proportion de boue dans le bassin d'aération de 83 %	150
Tableau III-20 : Prévision de la vitesse de nitrification maximale lorsque la nitrification est partielle	151
Tableau III-21 : Synthèse des caractéristiques des simulations à charges massiques variables	162
Tableau III-22 : Récapitulatif des conditions de simulation appliquées (SIM)	163
Tableau III-23 : Synthèse des résultats obtenus sur installation gérée en conditions de charge	
massique variable (SIM)	166
Tableau III-24 : Bilan des résultats obtenus sur installation gérée à volume variable (SIM)	169

# LISTE DES FIGURES

Figure I-1 : Utilisation de l'azote lors de l'assimilation d'après (Spanjers et al., 1996)	_ 29
Figure I-2 : Utilisation de l'azote lors de l'assimilation d'après (Spanjers et al., 1996)	31
Figure I-3 : Influence du pH sur la vitesse de nitrification (Shammas, 1986)	32
Figure I-4 : Influence de la température sur le taux de croissance maximum des autotrophes (Henze	et
al., 1995)	_ 33
Figure I-5 : Schématisation de l'impact d'un changement brutal de température sur le taux de croissar	nce
des autotrophes (Henze et al., 1995)	_ 34
Figure I-6 : Schématisation d'une installation de traitement par boues activées	_ 37
Figure I-7 : Comparaison des concentrations de sortie avec et sans mortalité à 23 et 11°C	_ 40
Figure I-8 : Résultats issus d'essais effectués sur l'installation de Chantilly	_ 41
Figure I-9 : Taux de croissance autotrophe et hétérotrophe en fonction de la charge massique	_ 41
Figure I-10 : Impact des surcharges azotées sur les performances de traitement de l'azote (Al-Sa'ed, 1988)	48
Figure I-11 : Relation entre le ratio DBO/N-NH₄ et la fraction d'autotrophes dans les boues (Fn) (Thier	— n et
Alkhatib, 1988)	49
Figure I-12 : Relation entre le la charge volumique en azote et la vitesse de nitrification moyenne (FN	_ DAE
et al., 2002)	49
Figure I-13 : Impact des facteurs de sécurité sur le rejet (Martin, 1979)	_ 50
Figure II-1 : Schéma du dispositif expérimental	65
Figure II-2 : Débit horaire, en pourcentage du volume journalier introduit	_ 66
Figure II-3 : Heure de démarrage et durée de fonctionnement de l'aération	_ 67
Figure II-4 : Réacteur fermé pour la détermination de la vitesse maximale de nitrification par suivi des	
formes azotées	_ 71
Figure II-5 : Réacteur fermé pour la détermination de la vitesse maximale de nitrification par respirom	étrie72
Figure II-6 : Schéma de l'installation pour la caractérisation des eaux usées	_ 72
Figure II-7 : Incidence de l'hydrogramme sur le taux de boue	_ 75
Figure II-8 : Exemple du choix de la concentration initiale en biomasse autotrophe	_ 81
Figure II-9 : Régimes stabilisés recherchés sur l'installation alimentée en effluent synthétique	_ 84
Figure II-10 : Régimes stabilisés recherchés sur l'installation alimentée en effluent réel	_ 85
Figure II-11 : Schéma numérique de l'installation pilote	_ 87
Figure III-1 : Schématisation des caractéristiques des phases traversées	_ 95
Figure III-2 : Evolution comparée des différentes vitesses de nitrification	_ 97
Figure III-3 : Evolution de la concentration en biomasse autotrophe – Détermination du taux de	
croissance maximal	_ 99
Figure III-4 : Production de boue mesurée sur effluent synthétique	101
Figure III-5 : Concentrations en DCO, MES, NTK, N-NH₄ de l'effluent brut	103
Figure III-6 : Présentation synthétique des phases traversées	105
Figure III-7 : Vitesses de nitrification maximales obtenues par différentes méthodes	108
Figure III-8 : Vitesses moyennes de dénitrification	109
Figure III-9 : Paramètres cinétiques de la biomasse autotrophe	111
Figure III-10 : Production de boue sur effluent réel	113
Figure III-11 : Evolution de la DCO brute et filtrée dans le réacteur	117
Figure III-12 : Schématisation de la méthode permettant la détermination des paramètres du modèle_	120

Figure III-13 : Valeurs expérimentales et numériques des charges massiques et volumiques appliquée	es122
Figure III-14 : Valeurs expérimentales et numériques âges et masses de boues	122
Figure III-15 : Evolution des formes azotées dans le bassin d'aération obtenue avec le jeu de paramèt	tres
par défaut dans le cas d'une nitrification poussée	123
Figure III-16 : Evolution des formes azotées dans le bassin d'aération obtenue avec le jeu de paramè	tres
par défaut dans le cas d'une nitrification incomplète	124
Figure III-17 : Ajustement des paramètres du modèle lorsque la nitrification est poussée	125
Figure III-18 : Ajustement des paramètres du modèle lorsque la nitrification est incomplète	126
Figure III-19 : Adéquation entre les valeurs expérimentales et numériques	130
Figure III-20 : Ecart entre les valeurs expérimentales et numériques	130
Figure III-21 : Evolution des concentrations en azote minérale en sortie du pilote	131
Figure III-22 : Illustration de l'influence de la durée d'aération sur les performances de nitrification	134
Figure III-23 : Influence de la charge volumique en azote sur les performances de nitrification	135
Figure III-24 : Variation de la composition de la boue avec l'âge des boues	136
Figure III-25 : Impact de la charge massique sur les performances de nitrification	137
Figure III-26 : Ecart entre les pentes d'évolution de l'ammoniaque et des nitrates	138
Figure III-27 : Schéma des flux d'azote dans le réacteur	139
Figure III-28 : Schématisation des pentes expliquant la pente nette de disparition de l'azote ammonia	cal139
Figure III-29 : Effets de inhibiteurs de la nitrification sur la demande en oxygène totale	140
Figure III-30 : Valeurs des durées d'aération, de présence d'oxygène et de nitrification	148
Figure III-31 : Influence de la charge massique sur les flux d'azote en jeu	154
Figure III-32 : Influence de la charge massique sur les performances de traitement d'une installation à	1
bassin unique	155
Figure III-33 : Influence de la charge massique sur la vitesse maximale de nitrification à 11°C	156
Figure III-34 : Schématisation de l'installation avec zone d'anoxie en tête	156
Figure III-35 : Influence de la charge massique sur les performances de traitement d'une installation a	IVEC
Figure III-36 : Vitesses de nitrification et concentration en biomasse bétérotrophe dans deux	157
configurations d'installations	158
Figure III-37 : Comparaison des flux azotés dans deux configurations	150
Figure III-38 : Exemple type de conditions appliquées	162
Figure III-39 : Exemple type de conditions appliquées	163
Figure III-40 : Evolution type des concentrations en sortie d'installation gérée à charge massigue varia	ahle
(cas 1)	164
Figure III-41 : Evolution type des flux azotés sur une installation soumise à des charges massigues	101
variables (cas 1)	164
Figure III-42 : Evolution type des concentrations en biomasses au sein d'une installation gérée à char	ae
massique variable (cas 1)	165
Figure III-43 : Illustration de la définition des durées <b>t</b> <sub>a.75</sub> et <b>t</b> <sub>a.90</sub>	165
Figure III-44 : Evolution type des concentrations azotés en sortie d'installation gérée à volume variabl	e167
Figure III-45 : Evolution type de l'évolution des flux azotés sur une installation gérée à volume variable	e167
Figure III-46 : Evolution type de l'évolution des biomasses sur installation gérée à volume variable	168
Figure III-47 : Illustration de la définition du déficit en autotrophes et des durées t <sub>a</sub> et t <sub>h</sub>	168

# ANNEXES

# LISTE DES ANNEXES

ANNEXE I : DÉFINITIONS CONCERNANT LA MODÉLISATION	195
ANNEXE II : MÉTHODES DE DÉTERMINATION DE LA CINÉTIQUE DE NITRIFICATION ET DE LA BIOMASSE AUTOTROPHE DES BO ACTIVÉES	UES 203
ANNEXE III : ÉQUIPEMENTS DU PILOTE ET METHODES D'ANALYSES	207
ANNEXE IV : DETERMINATION DES PROPRIÉTÉS DE LA BOUE	211
ANNEXE V : CALCUL DE LA VITESSE MOYENNE DE NITRIFICATION	213
ANNEXE VI : MÉTHODOLOGIE D'APPLICATION DE CHARGES MASSIQUES STABILISÉES	217
ANNEXE VII : MESURES DE LA VITESSE MAXIMALE DE NITRIFICATION	221
ANNEXE VIII : RESULTATS DETAILLES DE L'EXPÉRIMENTATION EFFECTU AVEC UN EFFLUENT SYNTHÉTIQUE	IÉE 225
ANNEXE IX : RESULTATS DETAILLES DE L'EXPÉRIMENTATION EFFECTUÉ AVEC UN EFFLUENT RÉEL	E 233
ANNEXE X : EXTRAIT DES DONNÉES D'AUTO SURVEILLANCE DE LA STATION DE CESTAS	237
ANNEXE XI : RESULTATS DETAILLES DU FRACTIONNEMENT DE L'EFFLUI BRUT	ENT 241
ANNEXE XII : DÉTAIL DES CAMPAGNES DE CALAGE DU MODÈLE ASM₁ SU EFFLUENT RÉEL	JR 245
ANNEXE XIII : DETERMINATION DE LA QUANTITE D'AZOTE ENDOGENE PRODUITE AU SEIN DES BOUES ACTIVÉES	253
ANNEXE XIV : EXPRESSION LITTERALE DE LA PART D'AZOTE ENTRANT NITRIFIÉE ( $\lambda$ )	255
ANNEXE XV : DÉTAILS DES SIMULTATIONS EFFECTUÉES	257
ANNEXE XVI : RESULTATS DETAILLES DES SIMULATIONS À CHARGE MASSIQUE VARIABLE – IMPACT DU RATIO DCO/NTK	259
ANNEXE XVII : RESULTATS DETAILLES DES SIMULATIONS À VOLUME VARIABLE	263

# ANNEXE I : DEFINITIONS CONCERNANT LA MODELISATION

# **DEFINITIONS DES VARIABLES** (fractions carbonées et azotées)

La matière organique peut être décomposée en sept fractions carbonées (Xi, Xs, Si, Ss, Xbh, Xba, Xp) et quatre fractions azotées (Snd, Xnd, Sni, Xni) présentées sur les Figure A 1 et Figure A 2.



Figure A 1 : Décomposition de la DCO totale en différentes fractions



Figure A 2 : Décomposition de l'azote total en différentes fractions

# **DEFINITION ET VALEURS PAR DEFAUT DES PARAMETRES**

Le Tableau A 1 rappelle la définition des paramètres stœchiométriques et cinétiques du modèle ASM1 et les valeurs généralement adoptées par défaut à 10 et 20°C (Henze *et al.*, 1986).

Tableau A 1 : Valeurs par défaut des paramètres à 10 et 20°C (Henze et al., 1986)

C h =1		Value at	Value at
Symbol	Unit	20 °C	10 °C
Stoichiomet	ric parameters		
YA	g cell COD formed (g N oxidized) <sup>-1</sup>	0.24	0.24
Y <sub>H</sub>	g cell COD formed (g COD oxidized) <sup>-1</sup>	0.67	0.67
fp	dimensionless	0.08	0.08
i <sub>XB</sub>	$g N(g COD)^{-1}$ in biomass	0.086	0.086
IXE	$g N(g COD)^{-1}$ in endogenous mass	0.06	0.06
Kinetic para	ameters		
$\hat{\mu}_{H}$	day <sup>-1</sup>	6.9	3.0
Ks	g COD m <sup>-3</sup>	20.0	20.0
K <sub>O,H</sub>	$g O_2 m^{-3}$	0.20	0.20
K <sub>NO</sub>	$g NO_3 - N m^{-3}$	0.50	0.50
b <sub>H</sub>	day <sup>-1</sup>	0.62	0.20
$\eta_{g}$	dimensionless	0.8	0.8
η <sub>h</sub>		0.4	0.4
k <sub>h</sub>	g slowly biodegradable COD (g cell $COD \cdot day)^{-1}$	3.0	1.0
$K_{\mathbf{x}}$	g slowly biodegradable COD (g cell COD) <sup>-1</sup>	0.03	0.01
μ <sub>A</sub>	day <sup>-1</sup>	0.80	0.3
K <sub>NH</sub>	g NH <sub>3</sub> -N m <sup>-3</sup>	1.0	1.0
K <sub>O,A</sub>	$gO_2 m^{-3}$	0.4	0.4
k,	$m^{3} \cdot COD(g \cdot day)^{-1}$	0.08	0.04

# EQUATIONS DES REACTIONS BIOLOGIQUES

Pour chaque processus (ligne), la matrice (Tableau A 2) fournit l'expression de la vitesse de réaction en fonction des variables impliquées (colonnes). Les équations font intervenir une fonction de compensation permettant d'activer ou de désactiver le déroulement de telle ou telle équation biologique.

Component + i 1 2 Process 4 S <sub>1</sub> S <sub>5</sub>	Acrobic growth of heterotrophs	Anoxic growth - 1 of heterotrophs - Y <sub>1</sub>	Acrobic growth of autotrophs	"Decay" of heterotrophs	"Decay" of autotrophs	Ammonification of soluble organic nitrogen	'llydrolysis' of entrapped organics	'Hydrolysia' of entrapped organic nitrogen	bserved Conversion Rates [ML <sup>-3</sup> T <sup>-1</sup> ]	oichiometric ererometers: Ferencers: Ferencers: Ferencers: yield: Y <sub>H</sub> uutotrophic yielding particulate products: /r Soluble ineer organic products: /r biomass Soluble ineer organic in products from in products from in products from in products from in products from in products from in products from in products from in products from in products
e X	1 2	1.2	-	in a		trine tra				Particulate inert organic
* ×			1.1.2	-	1	12.5	T		2	Slowly biodegradable
5 Хв.н	-	-	1.19		-				= [ vi, pi	Active heterotrophic
6 X			-		ī	aller.	The second			Active autotrophic
× 4	eneros eneros	a sector	199	4	e j	(1.4) (M.)	- parts - a			"articulare produces arteing rom biomass decay [.N(COD)L <sup>-1</sup> ]
8 % 0		pelant, é pelant, én	4.57 - YA							[W(-COD)T_1] Dzygen (negative COD)
9 Svo	б <sub>ара</sub> 13 1944 (19	- 1 - Y <sub>H</sub> - 2.86 Y <sub>H</sub>	-   X				posisi, e Si gi gina			Nitrate and nitrite [ <sup>t-</sup> J(N)M] nagonin
10 5 <sub>MM</sub>	-ixa	-ixa	$-i_{x_B}-\frac{1}{Y_A}$			a fioni a <del>-</del> an	nol y doj Polo u doj Polo u doj			[א(א)ר <sub>-1</sub> ] אול + אול שותספנע
II S <sub>ND</sub>						7	de tra	-	. d	Soluble biodegradable organic niuogen (M(N)L <sup>-3</sup> )
12 X <sub>ND</sub>	aprost aprost applica		8610 0.00 1.00	ixa-feixe	i <sub>xa</sub> -feixe			7	and and a second s	Particulare biodegradable organic nitrogen [M(N)L <sup>-1</sup> ]
13 Salk	- <mark>ixe</mark> 14	<u>1-Y</u> н 14 · 2.86 Yн -ixa/14	$\frac{i_{NB}}{14} - \frac{1}{7Y_A}$			-1±				esinu taloM – VinitalA
Process Rate, p, [ML <sup>-1</sup> T <sup>-1</sup> ]	$\mu_{H} \left( \frac{S_{B}}{K_{B} + S_{B}} \right) \left( \frac{S_{O}}{K_{O,H} + S_{O}} \right) \chi_{B,H}$	$\begin{split} \dot{\mu}_{H} & \left( \frac{\mathbf{S}_{s}}{\mathbf{K}_{s} + \mathbf{S}_{s}} \right) \left( \frac{K_{O,H}}{K_{O,H} + \mathbf{S}_{O}} \right) \\ & \times \left( \frac{\mathbf{S}_{H,O}}{\mathbf{K}_{N,O} + \mathbf{S}_{N,O}} \right) \eta_{s} \chi_{s,H} \end{split}$	$\mu_{A} \left( \frac{S_{\rm NH}}{K_{\rm NH} + S_{\rm NH}} \right) \left( \frac{S_{\rm O}}{K_{\rm O,A} + S_{\rm O}} \right) \chi_{\rm R,A}$	b <sub>H</sub> X <sub>B,H</sub>	baXea	h,SkidXa,H	$\mathbf{\hat{h}}_{h} \frac{\boldsymbol{\chi}_{g}/\boldsymbol{\chi}_{g,H}}{K_{\chi} + (\boldsymbol{\chi}_{g}/\boldsymbol{\chi}_{g,H})} \left[ \left( \frac{S_{0}}{K_{0,H} + S_{0}} \right) + \mathbf{\eta}_{h} \left( \frac{K_{0,H} + S_{0}}{K_{0,H} + S_{0}} \right) \left( \frac{S_{H0}}{K_{H0} + S_{H0}} \right) \right] \boldsymbol{\chi}_{h}$	p4(X <sub>ND</sub> /X <sub>a</sub> )		Kinetic Parametera: Heterotrophic growth and decay: µin. Ks. Kuu. Kwu. bu Autotrophic growth and decay: µi. Ko.a. ba Correction factor for anoxic growth of heterotrophs: n <sub>g</sub> Ammonification: 4, Hydrolysis: b. Kx Carrection factor for anoxic hydrolysis: n,

# Tableau A 2 : Calcul des cinétiques de dégradation du carbone et azote

Les fractions azotées sont déduites des fractions carbonées en appliquant l'Equation A 2 obtenue à partir de l'Equation A 1.

$$\frac{\text{Snd}}{\text{Snd} + \text{Xnd}} = \frac{\text{Ss}}{\text{Ss} + \text{Xs}} \text{ (Henze et al., 1986)}$$

Equation A 1

soit écrite autrement : 
$$\frac{Xnd}{Xs} = \frac{Snd}{Ss}$$
 (Stricker, 2000)

Equation A 2

# **REALISATION DU CALAGE DES PARAMETRES**

L'opération de calage proprement dite consiste en quatre étapes :

### Etape 1 : Utilisation du jeu de paramètres par défaut préconisé par l'IWA

Les valeurs du jeu de paramètres par défaut sont adoptées en première approche (Argaman *et al.*, 1999; Brdjanovic *et al.*, 2000; Furumai *et al.*, 1999; Van Veldhuizen *et al.*, 1999).

# Etape 2 : Fonctionnement en régime stabilisé

Un calage simplifié est réalisé à partir d'un fonctionnement caractérisé par une alimentation réalisée avec un effluent de composition constante introduit à débit constant. Cet état est maintenu pendant une longue durée (Kristensen *et al.*, 1998; Van Veldhuizen *et al.*, 1999). Les valeurs des débits et des concentrations moyennes sont généralement choisies en examinant les valeurs réellement imposées à l'installation et en dégageant les valeurs moyennes.

Le travail du modélisateur consiste principalement à reproduire l'âge de boue et les concentrations en boues dans les bassins en ajustant le débit d'extraction (Brdjanovic *et al.*, 2000). Cette étape permet d'obtenir une première évaluation des valeurs initiales de variables difficilement mesurables expérimentalement : concentrations des différentes biomasses, des fractions en DCO et en azote dans la boue (Kristensen *et al.*, 1998; Van Veldhuizen *et al.*, 1999).

A ce stade, un premier ajustement des paramètres peut être effectué par comparaison des concentrations de sortie prédites par le modèle à celles mesurées en sortie d'installation à condition qu'un régime stabilisé ait pu s'établir (Carucci *et al.*, 1999).

# Etape 3 : Fonctionnement en régime dynamique

Un calage plus détaillé, en régime dynamique de débit, permet d'ajuster les valeurs des paramètres stœchiométriques, mais surtout les paramètres cinétiques (taux de croissance, taux de décès, constantes de demi-saturation). Il s'effectue en réduisant les différences entre valeurs prédites et mesurées dans les bassins biologiques (Stricker, 2000) au cours de périodes d'une durée de 1 à 2 jours (Van Veldhuizen *et al.*, 1999).

Après toute modification des paramètres, il est préférable de confirmer la stabilité des nouvelles valeurs des paramètres en effectuant une simulation en régime stabilisé (Cinar *et al.*, 1998) (reprise de l'étape 2).

# Etape 4 : Validation

L'unicité du jeu de paramètres est confirmée en confrontant prévisions et mesures dans une situation dynamique différente de celle qui a permis le calage : composition de l'effluent et charge appliquée différentes (Kristensen *et al.*, 1998; Stricker, 2000). Ce nouveau jeu de données devient alors utilisable dans une plus large gamme de situations.

Notons qu'il est préférable que la modification des paramètres garde un sens physique (Van Veldhuizen *et al.*, 1999).

# Paramètres fréquemment modifiés

Le modèle ASM<sub>1</sub> compte 19 paramètres dissociés en 5 paramètres stœchiométriques et 14 paramètres cinétiques. Les valeurs par défaut préconisées par l'IWA font souvent l'objet de vérifications expérimentales ou tout au moins d'ajustements pour permettre d'adapter le modèle au cas étudié.

L'analyse des résultats de calage rencontrés dans la bibliographie montre que, pour améliorer les résultats du modèle, tous les paramètres ont été modifiés dans une amplitude assez large. Toutefois, une grande majorité des travaux est basée sur un calage à partir des concentrations moyennes de sortie. Il a été démontré que cette pratique induirait des perturbations sur la nature des paramètres modifiés (Van Veldhuizen *et al.*, 1999). Des mesures en des points internes au procédé permettent de sélectionner avec plus de rigueur les paramètres adéquats à modifier pour aboutir à une meilleure adéquation des prédictions des performances d'élimination de l'azote. Elles nécessitent généralement de modifier un petit nombre de paramètres essentiellement cinétiques (Cinar *et al.*, 1998; Stricker, 2000; Van Veldhuizen *et al.*, 1999)) comme :

- les constantes de demi-saturation :  $K_{O,A}$  ;  $K_{N,H}$  ;
- les taux de croissance et de décès des autotrophes :  $\mu_{A, maxi}$  ;  $b_A$  ;
- le rendement et le coefficient d'assimilation des hétérotrophes : Y<sub>H</sub> ; i<sub>Xb</sub>.

Lesouef (1990) a proposé un positionnement des valeurs préconisées par l'IWA par rapport aux valeurs rencontrées dans la littérature (Tableau A 3) :

	Définition / Unité / Valeurs par défaut des variables	s de l'ASM₁	
	Définition	Unité	Valeur à 20°C <sup>*</sup>
	Coefficients cinétiques		
μh	Taux maximum de croissance hétérotrophe Constante de saturation croissance hétérotrophe	j <sup>1</sup>	3- <b>6</b>
Ks	pour le substrat organique directement assimilable	mg DCO/L	5- <b>20</b>
Koh	Constante de saturation pour la croissance hétérotrophe aérobie et constante d'inhibition croissance hétérotrophe anoxie, oxygène dissous	mg O <sub>2</sub> /L	0 - <b>0,20</b> - 0,25
ηg	Coefficient applicable à la vitesse de croissance hétérotrophe anoxie	-	<b>0,8</b> - 1,0
bh	Taux de mortalité hétérotrophe	j <sup>-1</sup>	0,5 - <b>0,62</b>
kh	Constante de vitesse d'hydrolyse	j <sup>-1</sup>	<b>1,5</b> - 3,0
kx	Constante de saturation, hydrolyse Xs/Xbh	mg/mg	0,02 - <b>0,03</b> - 0,15
ηh	Coefficient applicable à la vitesse d'hydrolyse en anoxie	-	0,37- <b>0,4</b>
μa	Taux maximum de croissance autotrophe	j <sup>-1</sup>	0,45 - <b>0,8</b> - 1,0
Koa	Constante de saturation croiss. Autotrophe substrat NNH4	mg O <sub>2</sub> /L	0 - <b>0,4</b> - 1,0
ba	Taux de mortalité autotrophe	i <sup>-1</sup>	0.04 - 0.15
ka	Constante de vitesse d'ammonification	mg/j	0,01 - <b>0,08</b> - 0,16
	Coefficients stoechiométriques		
Yh	Rendement de conversion hétérotrophe	mg DCO/mg DCO	0,57 - <b>0,67</b>
ixb	Fraction azote de la biomasse	mg N/mg DCO	0,06 - <b>0,086</b>
Ya	Rendement de conversion autotrophe	mg N/mg DCO	0,15 - <b>0,24</b>
fp	Fraction non biodégradable de la biomasse	mg DCO/mg DCO	<b>0,08</b> - 0,1
ixp	Fraction azote des résidus cellulaires	mg N/mg DCO	0,06
	Coefficients de changement de températi	Ire	
	Croissance hétérotrophe uh	-	<b>1.071</b> - 1.22
	Mortalité hétérotrophe bh	-	1 02 - 1.116
	Vitesse d'hydrolyse kh	-	1.071 - <b>1.116</b> - 1.127
	Saturation hydrolyse kx	-	0,914 - <b>1,116</b>
	Vitesse ammonification ka	-	1,02 - <b>1,071</b>
	Croissance autotrophe µa	-	<b>1,103</b> - 1,127
	Mortalité autotrophe ba	-	1,02 - 1,103
	Saturation autotrophe Koa	-	<b>1,0</b> - 1,127

#### Tableau A 3 : Modifications courantes des paramètres du modèle ASM<sub>1</sub> (Lesouef, 1990)

(\*) Les valeurs en caractères gras sont celles recommandées par l'IWA

#### Précision à attendre des prévisions numériques

La précision des prévisions numériques diffère selon la nature des variables :

### Sur la boue

- Sous évaluation des concentrations en boue d'environ 15 % : bassin d'aération et pied de décanteur (Funamizu et Takakuwa, 1994) ;
- Surévaluation de la production de boue d'environ 40 % (Carucci et al., 1999).

#### Sur les concentrations azotée en sortie

 Incertitude de 10 à 20 % sur les concentrations de sortie en azote ammoniacal (Carucci et al., 1999); • Bonne adéquation sur les concentrations de sortie en nitrates (Furumai *et al.*, 1999). Une incertitude inférieure à 10 % a été déterminée par Brdjanovic (2000).

En tout état de cause, la précision des prévisions numériques est liée à la rigueur avec laquelle le calage des paramètres est effectué. Dans cette tâche, l'expérience du modélisateur est importante (Cinar *et al.*, 1998). L'optimum de précision doit être recherché sans alourdir les campagnes d'échantillonnage, ni allonger inutilement les temps de calculs (Watson *et al.*, 1994).

# ANNEXE II : METHODES DE DETERMINATION DE LA CINETIQUE DE NITRIFICATION ET DE LA BIOMASSE AUTOTROPHE DES BOUES ACTIVEES

La majorité des mesures effectuées par les praticiens consistent en des rendements et des cinétiques de nitrification. Ces mesures ne permettent rigoureusement pas d'en déduire la quantité de biomasse présente dans les installations car les facteurs qui les lient sont influencés par les conditions du milieu (notamment la température).

Pour améliorer notre compréhension de l'interdépendance des mécanismes régissant la nitrification, des techniques de quantification de la biomasse autotrophe et de mesure des cinétiques d'oxydation de l'azote ont été utilisées. Les paragraphes ci-dessous présentes celles rencontrées dans la bibliographie.

# Quantification de la biomasse autotrophe

# Techniques de dénombrement

Dans le domaine de l'écologie microbienne, de nombreux travaux de recherche ont été consacrés à la mise au point de méthodes simples et précises permettant de compter les bactéries actives (Jensen *et al.*, 1988). Deux grands types de méthodes de comptage existent :

# Techniques de culture

Ces techniques consistent à introduire et cultiver les bactéries dans des milieux spécifiques de croissance. Elles sont connues sous le nom de technique du nombre le plus probable (MPN) et de croissance sur milieu riche en carbonate de calcium. Elles sous-estiment considérablement le nombre de bactéries à croissance lente (Jensen *et al.*, 1988) car le milieu de culture est souvent trop sélectif, voire inhibiteur (Feray *et al.*, 1999). Largement utilisées pour le comptage des *Nitrobacter*, ces méthodes ne permettent en réalité de détecter moins de 5 % de la quantité totale (Belser et Mays, 1982).

# Techniques utilisant des propriétés de biologie moléculaire

Plus rapides et plus précises que les techniques précédentes, on distingue deux méthodologie : l'immunofluorescence (coloration des bactéries par des anticorps fluorescents spécifiques) et la détection de séquences d'ADN du gène contenu dans l'un des enzymes intervenant dans l'activité de nitrification. La technique d'immunofluorescence est rapide mais restrictive aux sérotypes de bactéries connus (Feray *et al.*, 1999). Les travaux

d'évaluation de cette technique montrent que l'on comptabilise encore moins de bactéries (7 à 15 % seulement) que par les techniques de mise en culture (Montuelle *et al.*, 1996).

En milieu naturel, le dénombrement des organismes nitrifiants n'est pas satisfaisant (Brion et Billen, 1998). L'utilisation de telles techniques en boues activées est problématique d'autant que les protocoles s'appuient sur des conditions de culture très différentes de celles que rencontrées en boues activées (Jensen *et al.*, 1988).

# Méthode des bilans

La quantité de biomasse autotrophe contenue dans les boues d'une installation de traitement est accessible en effectuant un bilan entrée/sortie sur l'azote et sur les boues extraites. Ces flux sont déterminés à partir de mesure de concentrations et de débits (Nowak, 1994; Nowak *et al.*, 1999a).

# Mesure des cinétiques de nitrification

La réaction de nitrification se déroule selon l'équation bilan (I.1.1.2.1.3) rappelée ci-dessous :  $NH_4^+ + 1.86 O_2 + 1.98 HCO_3^- \longrightarrow 0.020 C_5H_7NO_2 + 0.98 NO_3^- + 1.88 H_2CO_3 + 1.04 H_2O$ La vitesse de cette réaction peut être déterminée soit par suivi simple des concentrations des formes azotées (méthodes directes), soit par mesure de la demande en oxygène dissous, de la consommation en carbonates ou bien de la production de protons (méthodes indirectes).

# Mesures directes

Une technique de mesure simple de la vitesse de nitrification consiste à déterminer l'évolution des concentrations des formes azotées minérales en fonction du temps. Dans une enceinte thermostatée, de la boue fraîchement prélevée dans le bassin d'aération est placée en conditions de substrat azoté et d'oxygène dissous. Les concentrations en ammoniaque et en nitrates sont mesurées à intervalles réguliers pendant une durée de 1 à 3 heures. Les pentes d'évolution des concentrations en fonction du temps permettent de calculer la vitesse de nitrification (Harremoës et Sinkjear, 1995).

L'activité nitrifiante peut aussi être obtenue en utilisant un traçage radioactif à l'azote 15. La méthode consiste à mesurer les formes de  ${}^{15}NO_2^-$  et de  ${}^{15}NO_3^-$  produites par nitrification lorsque le milieu étudié est enrichi en  ${}^{15}NH_4^+$  (Brion et Billen, 1998). Cette méthode est cependant lourde à mettre en œuvre et est réservée à l'étude des milieux peu homogènes comme c'est souvent le cas en milieu naturel. En boues activées, en revanche, l'agitation appliquée à la boue ne justifie pas l'usage d'une telle technique.

# Mesures indirectes

# Indicateur de métabolisme contenu dans les cellules

Le rôle clef joué par l'Adénosine Tri-Phosphates (ou ATP) dans le métabolisme de toute cellule vivante a fait l'objet de protocoles expérimentaux permettant de déterminer les concentrations bactériennes. Toutefois, cette méthode n'est pas utilisée en boues activées car la valeur du ratio « biomasse / ATP » n'est pas constante (Pelmont, 1993) et est fonction d'un grand nombre de facteurs caractéristiques de chaque biomasse (taux de croissance, énergie consacrée à la maintenance, composition du milieu, nature de la source de carbone, ...).

# • Oxygène dissous

La concentration en oxygène dissous présente dans un milieu homogène est mesurable de façon simple et rapide. En la mesurant en continu, la demande en oxygène des bactéries peut être évaluée ce qui permet de déterminer les vitesses de dégradation du carbone et de l'azote sous certaines conditions (Spanjers *et al.*, 1994; Spanjers *et al.*, 1996).

Pour accéder à la vitesse de nitrification, de la boue est placée dans une enceinte thermostatée (Figure A 3) en conditions excédentaires de substrat azoté (Nowak, 1994)). Une forte aération est appliquée, puis stoppée.

Lorsque le concentration en oxygène diminue (Figure A 4), deux inhibiteurs de chacune des réactions sont injectés successivement (Brion et Billen, 1998; Ficara et Rozzi, 2001; Nowak, 1994; Surmacz-Gorska *et al.*, 1995): Chlorates de sodium (Na<sup>+</sup>, ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>) pour inhiber la nitratation (effets inhibiteurs dès 20 mmol/L) et Allylthiourée (ATU) pour inhiber la nitritation (effets inhibiteurs dès 5 mg/L).

Ce protocole nécessite un équipement simple mais étanche pour limiter les échanges eau/atmosphère. Un risque de toxicité sur la biomasse hétérotrophe est parfois évoqué ce qui remettrait en cause la spécificité des inhibiteurs, notamment celle des chlorates (Ginestet *et al.*, 1998).







La différence entre les demandes en oxygène totale et inhibée permet de calculer la consommation d'oxygène attribuable à la nitrification. La cinétique est obtenue en divisant la

vitesse de consommation en oxygène par la consommation spécifique de  $4.29 \text{ gO}_2/\text{gN}_{nit}$  (Henze *et al.*, 1995).

# • Carbonates marqués au carbone radioactif

La vitesse de nitrification peut être déterminée en quantifiant la vitesse d'incorporation de bicarbonate radioactif (H<sup>14</sup>CO<sub>3</sub><sup>-</sup>) (Brion et Billen, 1998) dans les bactéries synthétisées pendant la nitrification. Elle est obtenue par différence entre la vitesse de disparition mesurée sur un échantillon traité par des inhibiteurs de nitrification, et sur un échantillon non-traité. Le taux d'incorporation de <sup>14</sup>C dans la biomasse autotrophe est proportionnel au taux d'oxydation de l'azote par nitrification, ce qui permet d'en déduire la vitesse de la réaction. Cette méthode est plutôt réservée à l'étude de la nitrification en milieu naturel.

# Evolution des produits de la réaction de nitrification : production de protons

Le déroulement de la nitrification produit une acidification de la boue activée : la nitrification d'un ion ammonium s'accompagne d'une production de deux protons. Maintenir le pH à une valeur constante par ajout de soude permet indirectement de quantifier la vitesse de la réaction de nitrification (Gernaey *et al.*, 1998; Gernaey *et al.*, 1999; Massone *et al.*, 1998).

Dans une enceinte thermostatée, de la boue fraîchement prélevée est placée en aération continue (Figure A 5). L'ajout d'un premier volume de base permet d'augmenter le pH jusqu'à une valeur de consigne ( $P_1$ ) maintenue pendant toute la durée de l'expérience (Figure A 6) ;

De petites quantités d'azote ammoniacal sont ensuite ajoutées qui, lorsqu'elles sont nitrifiées, acidifient le milieu. Pour maintenir le pH constant, un apport de soude est nécessaire (jusqu'à P<sub>2</sub>). Sa détermination permet de calculer la vitesse de nitrification. Ce protocole nécessite un équipement automatisé pour assurer la régulation du pH. Il permet de surcroît de déterminer la concentration en azote ammoniacal dans la boue.



Figure A 5 : Mesure titrimétrique de la nitrification (Gernaey *et al.*, 1998)



Figure A 6 : Exploitation type de la titrimétrie (Gernaey *et al.*, 1998)

# ANNEXE III : EQUIPEMENTS DU PILOTE ET METHODES D'ANALYSES

# CARACTERISTIQUES DES EQUIPEMENTS DU PILOTE

### Alimentation en Viandox

Pompe péristaltique faible débit (1mL/min environ) ISMATEC Mini S (8 galets - 20 tours/min)

Alimentation en eau claire et recyclage

Pompe péristaltique MASTERFLEX 7520-47 L/S munie d'une tête MASTERFLEX 7518-10 L/S (débit réglable entre 50 à 2000 mL/min)

### Mélangeur

Agitateur HEIDOLPH RZR 2101

### Apport en air

Compresseur YASUNAGA

Membrane EURODIC (marque EUROPELEC)

Débit mesuré par rotamètre AALBORG avec flotteur en inox

Tableau A 4 : Résultats des essais d'oxygénation en eau claire à 20°C

Volume d'eau Cs étalonnage α		110 9.1 0.65	<i>L</i> 1 L d'air contient 0,3 g d'oxygène <i>mg/L</i> <i>coefficient de transfert en boue (estimé)</i>				
Graduation lue	Débit d'air	Kla	Apport horaire en eau claire	Apport horaire en boue	Apport théorique	Rendement Eau Claire	Rendement en boue
Unités	L/min	min <sup>-1</sup>	g O <sub>2</sub> /h	g O ₂/h	g O <sub>2</sub> /h	%	%
20	4.4	0.0694	4.2	2.7	79.2	5.3	3.4
30	7.1	0.1052	6.3	4.1	127.8	4.9	3.2
40	9.8	0.1368	8.2	5.3	176.4	4.7	3.0
50	12.8	0.1715	10.3	6.7	230.4	4.5	2.9

Commande des appareillages

Horloge GRÄSSLIN V86 4 voies

### **Capteurs**

pH-mètre : METTLER TOLEDO pH 2100 avec électrode combinée 4200-120-Pt 100
 INPRO

- EH-mètre : WTW ECOLINE pH 170 avec électrode combinée SENSOLYT 700
- Oxymètre : YSI model 57 avec sonde YSI 5739
- Thermomètre : sonde Pt 100
- MES-mètre : PONSELLE PB-CE avec sonde infra-rouge PB5

Ces appareils ont été équipés de convertisseur pour pallier le manque d'isolation galvanique perturbant l'acquisition des données lorsque l'installation pilote est en boue.

Le pH-mètre, le EH-mètre et l'oxymètre sont étalonnés une fois par semaine, le turbidimètre est étalonné tous les deux jours.

Les mesures sont enregistrées dans une centrale d'acquisition DATA TAKER DT 600 munie d'une carte de grande capacité et d'une pile de sauvegarde. Tous les jours, les données sont extraites à l'aide du logiciel de transfert DTWIN et converties avant d'être exploitées avec un tableur.

# **ANALYSES DES PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES**

PARAMETRE	AMETRE PRINCIPE DE LA PRISE		OBSERVATIONS	
	METHODE	D'ESSAI		
MATIERES EN SUSPENSION	Filtration, puis séchage à	Boue : 25 mL	Mesure directe	
(MES)	105°C	Eau traitée :		
	NF EN 872 (04/1996)	250 mL		
MATIERES VOLATILES EN SUSPENSION (MVS)	Volatilisation à 520°C du résidu des MES	-	Mesure directe	
Demande Chimique en	Oxydation à chaud par du			
<b>OXYGENE DISSOUS</b>	dichromate, puis dosage	20 ml	Mesure directe	
(DCO)	colorimétrique			
	NF T 90-101 (10/1998)			
DEMANDE BIOLOGIQUE EN	Reconstitution en laboratoire			
<b>OXYGENE DISSOUS</b>	des phénomènes de	1 L	Mesure directe	
(DBO₅)	dégradation du milieu naturel			
	NF T 90-103 (12/1975)			
AZOTE KJELDAHL	Minéralisation en milieu acide,			
(NTK)	distillation, puis dosage colorimétrique	25 à 100 mL	Mesure directe	
	NF EN 256-63 (01/1994)			
AZOTE AMMONIACAL	Dosage colorimétrique :		Conservation (7 j maxi)	
(NH₄ <sup>+</sup> )	- Automatisé (ISO/TC147/ 2/NG/n 86)	1 mL	par addition de 0.1 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 50 %. Remise à pH	
	- Manuel (bleu d'indophénol NF T90-015 08/1975)	20 mL	avant analyse	
NITRITES	Dosage colorimétrique		Conservation (7 j maxi)	
(NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	automatisé	1 mL	par addition de 0.1 mL	
	(ISO/TC147/2/NG/n 86)		à la soude concentrée avant analyse	
NITRATES	Dosage colorimétrique		Conservation (7 j maxi)	
(NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	automatisé	1 mL	par addition de 0.1 mL	
	(ISO/TC147/2/NG/n 86)		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 50 %. Remise à pH à la soude concentrée avant analyse	

# ANNEXE IV : DETERMINATION DES PROPRIETES DE LA BOUE

Parametres	FREQUENCE DE MESURES	UTILISATIONS
INDICE DE BOUE	1 à 3 fois par semaine	• Détection de signes précurseurs à la dégradation de la décantabilité (point sensible lors de l'utilisation d'un substrat synthétique organique)
DCO DE LA BOUE	1 fois par semaine	<ul> <li>Repérage des éventuels effets de stockage de DCO dans la biomasse</li> <li>Mesure du rapport DCO/MVS de la boue en vue de la modélisation</li> </ul>
OBSERVATION MICROSCOPIQUE	1 à 2 fois par mois	<ul> <li>Mesure de la taille des flocs (diamètre mini et maxi)</li> <li>Suivi de la qualité de l'eau interstitielle, de la micro-faune et de l'évolution des bactéries filamenteuses (nombre et taille des filaments)</li> </ul>

Tableau A 5 : Type et fréquence des paramètres mesurés sur la boue

### Evolution diamètre des flocs lors des expérimentations



Figure A 7 : Taille maximale et minimale des flocs

# ANNEXE V : CALCUL DE LA VITESSE MOYENNE DE NITRIFICATION

#### PRINCIPE DE CALCUL

Tableau A 6 : Principe du calcul de la vitesse de nitrification moyenne

Paramètre mesuré	Combinaison des paramètre	s pour le calcul de l	a vitesse moyenne	de nitrification
Evolution de [O <sub>2</sub> ]	Temps de présence			
	d'oxygène			
Evolution du Rédox		Temps de — nitrification –	)	
[MES] et %MVS	Quantité moyenne de			
mesure ponctuelle à 9h	biomasse active			
[N-NH4 <sup>+</sup> ] <sub>entrée</sub>	[NTK] <sub>entrée</sub>			
NTK / N-NH4				
Temps de fonctionnement alimentation	Volume transitant	—Flux NTK <sub>appliqué</sub>	Flux NTK <sub>nitrifié</sub>	Vitesse de nitrification moyenne
Débit instantané pompe d'alimentation		— Flux NTK <sub>sortant</sub>		
[N-NH4 <sup>+</sup> ]sortie	[NTK] <sub>sortie</sub>			
Part NTK ammonifiable				
Flux DBO₅ entrant –		- Flux NTK <sub>assimilé</sub>	)	

# **DETERMINATION DES PARAMETRES NECESSAIRES AU CALCUL**

Mesure du flux d'azote ammonifiable éliminé sur l'installation

Le flux d'azote éliminé est obtenu par différence des flux d'azote Kjeldahl entrant et sortant du système. Ces deux flux sont obtenus par le protocole décrit dans la partie matériel et méthodes.

### Mesure du flux d'azote assimilé

On admet que la part d'azote assimilée est égale à 5 % de du flux de DBO<sub>5</sub> éliminé. Considérant que le rendement d'élimination du carbone sous forme de DBO<sub>5</sub> est proche de 100 %, le flux d'azote assimilé équivaut à 5 % du flux de DBO<sub>5</sub> appliqué.

# Calcul du flux d'azote nitrifié

La différence des flux précédemment calculés permet de déduire le flux d'azote éliminé par nitrification. Le bilan s'exprime par l'Equation A 3 :

	$\Phi_{\text{nit}} = (\%\text{NTKam}.[\text{NTK}]_{\text{EB}} - [\text{N} - \text{NH4}^+]_{\text{ET}} - 0,05.[\text{DBOs}]_{\text{EB}}).\text{Qalim}.\text{Dalim}$
a	%NTKam: Part ammonifiable de l'azote organique [NTK]EB: Concentration en azote kjeldhal de l'effluent brut (mg N/L)Ivec[N - NH4 <sup>+</sup> ]ET: Concentration en azote ammoniacal de l'eau traitée (mg N/L) [DBO5]EB: Concentration en DBO de l'effluent brut (mg O2/L) Qalim: Débit instantané d'alimentation (L/min) Dalim: Durée journalière d'alimentation (min)

Equation A 3 : Calcul du flux journalier nitrifié

La proportion d'azote organique ammonifiable est déterminée de façon expérimentale soit par fractionnement de l'effluent brut, soit plus simplement par un bilan entrée / sortie en azote Kjeldahl sur l'installation.

# Durée d'aération nécessaire à la nitrification

Le flux d'azote nitrifié est éliminé pendant une durée inférieure ou égale à la durée de présence d'oxygène. Le calcul de la vitesse de nitrification moyenne consiste à évaluer la durée réelle de la nitrification en observant les enregistrements du potentiel rédox et de l'oxygène dissous (Figure A 8).

Deux cas se présentent :

- lorsque l'élimination de l'azote est <u>partielle</u>, la nitrification a lieu pendant toute la durée de présence d'oxygène. Cette durée (*notée ∆t<sub>[O2]≥0.1</sub>*) est calculée en prenant le temps pour lequel la concentration en oxygène dissous est supérieure à 0.1 mg/L ;
- lorsque l'élimination de l'azote est <u>poussée</u>, la durée de présence d'oxygène surestime largement la durée nécessaire à la nitrification. Le temps réellement nécessaire pour nitrifier est déterminé en tenant compte des points d'inflexions observables en fin de nitrification sur les enregistrements de rédox et d'oxygène dissous (Figure A 8).

Sauf spécificité particulière, dans la suite les cinétiques de nitrification moyennes seront calculées avec les durées déterminées avec les points d'inflexion.

#### Annexes

### Exemple :

Points d'inflexion caractéristiques de la fin de la nitrification



Figure A 8 : Exemple concret de calcul de la durée de nitrification

# <u>Remarque</u> :

La concentration en oxygène minimale nécessaire pour nitrifier est mal connue (Strenstrom et Poduska, 1980). Le choix a été fait de considérer qu'il y a présence d'oxygène dès lors que la concentration en oxygène dissous est supérieure 0.1 mg  $O_2/L$ . En utilisant l'équation de Monod, on montre qu'à cette concentration la nitrification est fortement ralentie car elle s'effectue avec une vitesse égale à 20 % de la vitesse maximale.

# Quantité de biomasse nitrifiante responsable du flux nitrifié

Malgré les fluctuations de la concentration en boue dans le bassin d'aération, nous montrerons que la valeur mesurée ponctuellement à 9h (notée [MVS]<sub>9h</sub>) peut être considérée comme une valeur représentative de la valeur moyenne au cours de la journée. Cette valeur sert de référence pour déterminer la biomasse responsable de l'abattement de l'azote ammoniacal.

# CALCUL DE LA VITESSE MOYENNE DE NITRIFICATION

Pour calculer la vitesse moyenne de nitrification, le flux d'azote journalier nitrifié est divisé par la durée de nitrification et par le taux de boue (Equation A 4) :



Equation A 4 : Vitesse de nitrification moyenne (mg N<sub>nit</sub>.(gMVS.h)<sup>-1</sup>)
### Annexes

De la même façon, la dénitrification s'effectuant le reste du temps, s'exprime par l'Equation A 5 :

Vdénit moyenne =	Volume journalier.(%Nammonif.[NTK]EB - [N - NH4]ET - [N - NOx]ET - 0,05.[DBO5]EB)
	(24 - Durée de présence d'oxygène). [MVS]9h
_	

Equation A 5 : Vitesse de dénitrification moyenne (mg N<sub>dénit</sub>.(gMVS.h)<sup>-1</sup>)

### <u>Remarques</u> :

- Les valeurs obtenues sur l'exemple de la Figure A 8 démontrent que retenir la durée de présence d'oxygène (Δt<sub>[O2]≥0.1</sub>) comme la durée de nitrification (Δt<sub>nit</sub> ≈ 0.5 \* Δt<sub>[O2]≥0.1</sub>) entraîne une sous-estimation de la vitesse de nitrification moyenne de l'ordre de 50 % en l'absence d'azote ammoniacal en sortie ;
- Le calcul de la vitesse de nitrification moyenne est basé sur un bilan de flux que divise une période de temps. Pour être valide, le système doit fonctionner dans un état quasistationnaire. Cette méthode de calcul n'est pas valable au cours des périodes de fortes évolutions de la concentration en azote ammoniacal de sortie.

## ANNEXE VI : METHODOLOGIE D'APPLICATION DE CHARGES MASSIQUES STABILISEES

### Conservation des échantillons moyens de sortie

Les analyses ont été confiées au laboratoire d'analyse des eaux du Cemagref de Bordeaux.

Les paramètres suivants ont été analysés le jour du prélèvement de l'échantillon : MES, %MVS, DCO, DBO₅ et azote Kjeldahl.

En ce qui concerne les formes azotées minérales, une technique de conservation simple a permis de regrouper les analyses une fois par semaine. Blocage à l'acide sulfurique à un pH proche de 1 et conservation à 4°C pendant une semaine maximum ont été utilisés. Les analyses des concentrations en azote ont été effectuées après avoir rétabli le pH des solutions à une valeur comprise entre 5 et 7 avec une solution de soude concentrée : un essai de conservation sur 15 jours a montré la bonne stabilisation des nitrates et nitrites alors que la concentration en azote ammoniacal a légèrement diminué pendant cette période.

Sur notre installation, les limites de nitrification ont été recherchées. Les évolutions des performances de traitement de l'azote peuvent donc être rapides. Les délais entre prélèvements et analyses sont trop longs pour permettre de les repérer. Pour les détecter et réagir de façon à limiter leurs conséquences, d'autres indicateurs ont dû être utilisés.

### Exploitation des mesures des capteurs

Un dépouillement sans délai de l'ensemble des paramètres mesurés en continu par les capteurs permet d'assurer un contrôle précis du fonctionnement de l'installation. Lorsque les conditions peuvent nuire à la nitrification, les réglages sont corrigés. Les valeurs de consigne suivantes ont par exemple été utilisées :

- un pH inférieur à 7 pourrait pénaliser la nitrification. Pour les pH proches de 7, la durée d'aération journalière a été diminuée. Cette action a eu pour effet de réduire l'acidification par nitrification et d'augmenter la production d'alcalinité par dénitrification ;
- un potentiel rédox supérieur à 200 mV/ENH en fin d'une phase d'anoxie correspond à une élimination seulement partielle des nitrates. Lorsque ce cas se présentait, une réduction de la durée du cycle d'aération qui précède la phase d'anoxie concernée a été effectuée ;

- un potentiel inférieur à 50 mV/ENH comporte un risque d'anaérobiose. Lorsque ce cas se présentait, une augmentation de la durée du cycle d'aération suivant la phase d'anaérobiose concernée a été appliquée ;
- une concentration en oxygène dissous inférieure à 2 mgO<sub>2</sub>/L risque de pénaliser la vitesse de nitrification dans le bassin d'aération. Lorsqu'au cours d'un des cycles d'aération la concentration minimale était inférieure à 2 mgO<sub>2</sub>/L, le débit d'air a été augmenté.

### Précision de la charge massique mesurée

Le maintien des valeurs d'âge de boue recherchées a été effectué par :

- Une gestion rigoureuse permettant de maintenir une masse totale de boue la plus stable possible au sein du système. Une accumulation de boue aurait été plus favorable à la nitrification, mais une telle gestion n'est pas envisageable à long terme ;
- Un ajustement des volumes journaliers admis pour compenser, d'une part, les variations de charges massiques dues aux fluctuations de la quantité de boues dans le bassin d'aération, et d'autre part, les variations de concentrations de l'intrant.

La charge massique vraie a été approchée par trois méthodes de calcul différenciées par la concentration en boue prise en compte (II.2.1.1) :

- mesure ponctuelle effectuée avant la pointe matinale d'alimentation ;
- valeur moyenne journalière ;
- variations horaires détaillées.

Cette dernière peut être considérée comme la plus précise et sera considérée comme la charge de référence pour évaluer la précision des deux autres méthodes de calcul. Les valeurs obtenues par chacune de ces trois méthodes sont présentées Figure A 9.



Figure A 9 : Précision de calcul et de stabilisation de la charge massique

L'utilisation de la mesure ponctuelle de la concentration en boue sous estime de 5 à 10 % la valeur prise par la charge massique réelle. En prenant en compte la moyenne journalière des taux de boue, l'écart est réduit à 2 % par défaut.

Le calcul de la charge massique calculée à partir d'une mesure ponctuelle du taux de boue convient donc à la détermination de la valeur réelle. Elle permet de l'ajuster à une valeur choisie. Cette définition sera conservée dans tout le reste de la présentation des résultats.

# ANNEXE VII : MESURES DE LA VITESSE MAXIMALE DE NITRIFICATION

### SUIVI DES FORMES AZOTEES

En conditions non limitantes d'azote et d'oxygène, les concentrations azotées obéissent à une loi linéaire en fonction du temps. Des régressions linéaires du type [N](t) = A\*t+B sont ajustées par moindres carrés (Figure A 10), pour déterminer le coefficient A, d'où est ensuite tiré la vitesse maximale de nitrification, notée V<sub>L</sub>, <sub>maxi</sub>, exprimée en *mg N.(L<sub>boue</sub>.h)*<sup>-1</sup>. Les mesures de la concentration en MES et du taux de MVS, après l'essai, permettent d'exprimer la vitesse, notée V<sub>q</sub>, <sub>maxi</sub>, en *mg N.(g MVS.h)*<sup>-1</sup>.



Figure A 10 : Evolution type des concentrations azotées pendant les essais

### RESPIROMETRIE

Le traitement des données acquises en continu consiste en des calculs de pente (ajustement par moindre carrés) effectués avec un tableur. Un exemple type d'exploitation est présenté Figure A 11.



Figure A 11 : Evolution type de la concentration en oxygène pendant les essais respirométriques

### PRECISION DE LA MESURE DE VITESSE

### **Définition**

L'écart entre les mesures expérimentales et les valeurs calculées ( $[N](t) = A^{t+B}$ ) s'écrit (exemple des concentrations en azote ammoniacal Equation A 6) :

$$\sigma_{y} = \sqrt{\frac{1}{N-2} \sum_{i \in \{10, 20, \dots, 60\}} \left( \left[ N - NH_{4}^{+} \right](t_{i}) - B - A.t_{i} \right)^{2}}$$

où

N : nombre de mesures A : pente de l'ajustement B : ordonnée à l'origine de l'ajustement [N - NH4<sup>+</sup>](ti) : concentration en azote ammoniacal mesurée

Equation A 6 : Incertitude sur les concentrations azotées

L'incertitude sur l'estimation de la pente (A) se déduit de l'incertitude  $\sigma_y$  associée aux concentrations des formes azotées au temps  $t_i \in \{10, 20, ..., 60\}$  par l'Equation A 7 (Taylor, 2000) :

$$\sigma_{A} = \sigma_{y} \sqrt{\frac{\sum_{i \in \{10, 20, \dots, 60\}} t_{i}^{2}}{N \cdot \sum_{i \in \{10, 20, \dots, 60\}} t_{i}^{2} - \left(\sum_{i \in \{10, 20, \dots, 60\}} t_{i}\right)^{2}}}.$$

Equation A 7 : Incertitude sur la pente

En effectuant l'hypothèse que la variable aléatoire A suit une loi de Student à N-2 degrès de liberté, **l'intervalle de confiance à 5 %** sur la pente (A) s'écrit : I.C. (A, 5 %) = A  $\pm \sigma_A * \tau$  (Tonneau, 1991) où  $\tau$  prend les valeurs précisées Tableau A 7 :

Nombre de	Nombre de degrès	Loi de Student
mesures (N)	de liberté (N-2)	$\tau_{0.025, n-2}$
3	1	12.71
4	2	4.30
5	3	3.18
6	4	2.78

Tableau A 7 : Valeurs de la loi de student à N-2 degrès de liberté

### <u>Résultats</u>

La technique respirométrique nécessite deux ajustements de pentes. L'incertitude de mesure est donc deux fois plus importante que celle consistant à suivre les concentrations des formes azotées. Si elle est la moins précise, elle est la moins contraignante à mettre en œuvre. Elle sera préférentiellement utilisée pour fournir une valeur approchée de la vitesse de nitrification.

Pour évaluer la précision des valeurs de vitesses obtenues à partir de la technique de suivi des formes azotées au cours du temps, les intervalles de confiance à 5 % ont été déterminés (Equation A 7). La Figure A 12 met en évidence des intervalles d'amplitude de  $\pm 2.5 \text{ mgN.}(\text{L.h})^{-1}$  sur la pente des nitrates et de  $\pm 3.5 \text{ mgN.}(\text{L.h})^{-1}$  sur la pente de l'ammoniaque.



Figure A 12 : Incertitudes de mesures des cinétiques maximales de nitrification

Ces amplitudes représentent une incertitude moyenne de 30 % sur la valeur de la pente de production des nitrates, alors que la pente de disparition de l'ammoniaque est déterminée avec une erreur de 40 à 50 %. Nous accorderons donc une plus grande précision à la pente de production des nitrates pour évaluer la vitesse de nitrification maximale.

## ANNEXE VIII : RESULTATS DETAILLES DE L'EXPERIMENTATION EFFECTUEE AVEC UN EFFLUENT SYNTHETIQUE

Les résultats détaillés caractérisant l'effluent brut, les conditions de fonctionnement et les performances de traitement observées sont présentés dans cette annexe.

### CARACTERISTIQUES DE L'INTRANT

L'effluent synthétique est constitué à partir d'une solution concentrée de Viandox<sup>®</sup> dont les caractéristiques avant et après ajout de NH<sub>4</sub>Cl sont présentées dans le Tableau A 8.

Tableau A 8 : Caractéristiques de la solution concentrée de Viandox<sup>®</sup> (avant et après compléments)

		Viando	Solution c	omplétée		
Date	DCO	DBO	$[N-NH_4^+]$	NTK		
	mg (	02/L	mg N/L		mg N/L	mg N/L
du 28 janvier au 20 mars	302400	155000	4900	23117	10579	28796
du 21 mars au 3 avril du 4 au 12 avril du 13 au 26 avril du 27 avril au 9 mai du 10 mai au 12 juillet	252280	155000	3350	7845	9029 11181 12204 20664 27393	13524 15676 16699 25159 31888
du 13 au 29 juillet	277650	155000	1375	8476	24985	32086

L'effluent synthétique est caractérisé par les concentrations suivantes rassemblées dans le Tableau A 9.

Tableau A 9 : Caractéristiques de l'effluent synthétique reconstitué

Date	DCO	DBO	[N-NH₄ <sup>+</sup> ]	NTK	DCO/DBO	DCO/NTK	DBO/NTK
	mg O2/L		mg O2/L mg N/L				
du 28 janvier au 20 mars	738	378	26	70	2.0	10.5	5.4
du 21 mars au 3 avril du 4 au 12 avril du 13 au 26 avril du 27 avril au 9 mai du 10 mai au 12 juillet	615	378	22 27 30 50 67	33 38 41 61 78	1.6	18.7 16.1 15.1 10.0 7.9	11.5 9.9 9.3 6.2 4.9
du 13 au 29 juillet	677	378	61	78	1.8	8.7	4.8

### CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT REELLEMENT APPLIQUEES A L'INSTALLATION

### Charges appliquées en entrée

Alimentée par un effluent synthétique, cette installation a fonctionné à  $12^{\circ}$ C aux charges massiques stabilisées de 0.10 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.jour)<sup>-1</sup> pendant 5 semaines, et de 0.13 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.jour)<sup>-1</sup> pendant 18 semaines, avec une variation maîtrisée de la concentration en azote dans l'effluent d'entrée. Un fonctionnement à une température de 10°C pendant 3 semaines a ensuite été imposé.



Figure A 13 : Evolution chronologique des conditions imposées

### Gestion de la boue

Le calcul des paramètres « clefs » du maintien de la nitrification (âge de boue, charge massique et charge volumique en azote) repose sur une connaissance rigoureuse de la quantité de boue contenue dans le système. Sur les installations réelles, ces principaux facteurs sont calculés à partir de la masse de boue présente dans le bassin d'aération puisque le plus souvent la quasi-totalité de la boue du système y est présente de façon stable (conditions obtenues grâce à une gestion automatisée).

Dans le cas de notre installation expérimentale, la gestion a été effectuée de la façon suivante :

- la masse de boue présente dans le décanteur n'est pas négligeable : une mauvaise reprise de boue au pied du décanteur y a induit des temps de séjour favorables à un développement filamenteux et a accentué la dégradation de la décantabilité de la boue,
- la quantité de boue présente dans le système (ensemble bassin d'aération+décanteur) a varié notablement pendant le mois de mars car la quantité de boue extraite ne compensait pas la production de boue.

Lorsque l'indice de boue est inférieur à 150 mL/g, la quantité de biomasse présente dans le réacteur biologique représente plus de 90 % de la biomasse du système. Au-delà, une partie de la boue s'accumule dans le décanteur (jusqu'à 25 % de la masse totale de boue), entraînant de surcroît une augmentation des temps de séjour de la boue (conditions favorables au développement des organismes filamenteux) et de l'indice de boue.

La situation a pu être rétablie en effectuant chaque jour (pendant un mois) un pompage manuel par le haut du décanteur, notamment afin de renvoyer les paquets de boues agglomérés sur la herse vers le bassin d'aération, réduisant ainsi leur temps de séjour dans le décanteur.



Figure A 14 : Evolution de la masse de boue totale contenue dans le système

La masse totale de boue contenue dans le système a été maintenue constante pendant 18 semaines sur 23. Au cours de ces 18 semaines, l'âge de boue a subi des fluctuations principalement dues à une modification de la production de boue.

### PERFORMANCES DE TRAITEMENT OBTENUES

Alimentée par un effluent synthétique, l'installation expérimentale a principalement fonctionné à 12°C aux charges massiques stabilisées de 0.10 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> pendant 1 mois, et de 0.13 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> pendant 5 mois, avec une variation maîtrisée de la concentration en azote dans l'effluent d'entrée.

Un suivi journalier des performances de traitement permet de dresser les Figure A 15 *et* Figure A 16 suivantes :

Concentrations de l'eau traitée en DCO et MES



Figure A 15 : Performances d'élimination de la DCO et des MES

### DCO de sortie

La concentration en DCO de sortie a fluctué entre 80 et 120 mg O<sub>2</sub>/L, sans lien apparent avec les conditions expérimentales imposées (charge massique et température). Les performances de traitement de carbone ne sont pas altérées (et seraient même améliorées) lorsque la charge massique de 0.10 imposée augmente à 0.13 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup> ou aue la température diminue de 12 à 10°C. Les DCO ayant été réalisées sans filtration de l'eau de sortie, les fluctuations de DCO pourraient être liées à la part portée par les MES.

### [MES] de sortie

Hormis quelques pertes de boues ponctuelles avec l'eau de traitée, la concentration de matières en suspension en sortie est stable et avoisine :

- 15 à 20 mg/L jusqu'au 30 avril,

- 8 mg/L du 30 avril au 1<sup>er</sup> juillet.

C'est la fraction non-décantable de la boue qui a varié (Les suivi fins pour la modélisation l'ont mis en évidence). Aucun lien ne peut être établi avec les conditions expérimentales imposées.

### Concentrations de l'eau traitée en NH4<sup>±</sup>



Figure A 16 : Performances d'élimination de l'azote en fonction des conditions appliquées

Au cours des 6 mois de fonctionnement, la concentration en azote ammoniacal de sortie a varié de façon importante. Nous pouvons distinguer trois pics d'azote ammoniacal séparés par des périodes de faibles concentrations ([N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>]<sub>s</sub> < 5 mg N/L). Le Tableau A 10 récapitule les conditions de fonctionnement imposées, les concentrations de sortie, ainsi que les durées d'aération et de présence d'oxygène imposées :

$C_m \left( \text{kg DBO}_{5}.(\text{kg MVS.j})^{\text{-}1} \right)$	0.10	0.13	0.13
Température (°C)	12	12	10
Gamme de $[N-NH_4^+]_s$ (mg N/L)	[0;32]	[0;26]	[2 ; 40] Chute du taux de
Cause de l'évolution	Très faible taux de croissance autotrophe	Augmentation de [NTK] <sub>E.B.</sub>	croissance autotrophe
Durée (% période) où	18 j / 38 j	59 j / 87 j	17 j / 33 j
$[N-NH_4^+]_s < 5 \text{ mg N/L}$	(50 %)	(70 %)	(50 %)
Gamme de [N-NO <sub>x</sub> ] <sub>s</sub> (mg N/L)	[0;15]	[0;5]	[0;5]
Cause de l'évolution	Temps de dénitrification insuffisant	Manque d'azote ammoniacal et dénitrification aérobie probable	DN aérobie
Durée <i>(% période)</i> où	17 j / 38 j	87 j / 87 j	33 j / 33 j
$[N-NH_4^+]_s < 5 \text{ mg N/L}$	(50 %)	(100 %)	(100 %)
Durée d'aération (h)	[13;16]	[16;20]	17
Durée de présence d'oxygène (h)	[14 ; 22]	[18;23]	[18;21]

Tableau A 10 : 0	Conditions	imposées
------------------	------------	----------

Une nitrification poussée de l'azote ammoniacal a été obtenue lors de chaque période de fonctionnement.

La présence des pics d'azote en sortie (*concentration élevée en*  $[N-NH_4^+]$ ) témoigne de la <u>fragilité des équilibres établis</u>, ainsi que de la <u>difficulté de rétablissement</u> de conditions d'élimination poussées sur l'azote.

Notons toutefois la faible présence de nitrates produits malgré les bonnes capacités de nitrification établies à partir de la mi-mai (les concentrations de l'effluent brut ont été vérifiées). L'augmentation du flux de carbone disponible par augmentation de la charge massique ne peut à elle seule expliquer la faible concentration de NO<sub>x</sub> dans l'eau de sortie par augmentation de la vitesse de dénitrification. Une dénitrification sauvage n'ayant pas non plus lieu dans le décanteur (absence complète de remontées de boues), seule <u>une</u> <u>dénitrification aérobie intense</u> pourrait en être à l'origine. Les arguments défendant cette cause seront présentés plus loin à partir de diverses observations effectuées sur les vitesses de nitrification, les mesures respirométriques, le suivi du pH du bassin d'aération et le calage du modèle (lors de la 2<sup>e</sup> campagne de prélèvements).

La dégradation finale de la qualité de l'eau de sortie (augmentation simultanée des concentrations en azote ammoniacal, de DCO et de MES) a eu lieu après la disparition de la floculation de la boue qui s'est accompagnée par une perte totale de la nitrification.

## **ANNEXE IX : RESULTATS DETAILLES DE** L'EXPERIMENTATION EFFECTUEE AVEC UN EFFLUENT REEL

### **CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT REELLEMENT APPLIQUEES**

Les charges appliquées à l'installation ont subi quelques fluctuations autour de valeurs moyennes (Figure A 17).



Figure A 17 : Charges réellement appliquées à l'installation

Les valeurs moyennes du Tableau A 11 ont été retenues :

### Phases de fonctionnement stabilisé

Tableau A TT: Charges moyennes appliquées						
	RP 1	RP 2	RP 3	RP 4		
Charge massique	0.09	0.115	0.115	0.14		
kg DBO₅.(kgMVS.j)⁻¹						
Charge volumique en azote	130	160	185	185		
mg N.(L.j) <sup>-1</sup>						

### Durée d'aération

La durée de fonctionnement journalière de l'aérateur n'a pas pu être maintenue constante pendant tout le fonctionnement de l'installation (Figure A 18). Elle a été ajustée pour obtenir une élimination poussée de l'azote ammoniacal : elle a été réduite lorsque la concentration en nitrates provoquait des pertes de boues en sortie ou bien lorsque le pH était inférieur à 6.



Figure A 18 : Durées d'aération et de présence d'oxygène

<u>Remarque</u> : La durée de présence d'oxygène est supérieure de 6 à 10 % à la durée de fonctionnement d'aération journalière.

### PERFORMANCES DE TRAITEMENT OBTENUES

Les concentrations en  $N-NH_4^+$  et  $N-NO_x$  mesurées en sortie du pilote sont présentées Figure A 19.



Figure A 19 : Evolution des concentrations en azote minérale en sortie du pilote

Leur mesure à un pas de temps journalier permet d'apprécier la manière avec laquelle évolue la nitrification au sein du système.

### Volume journalier – Temps de séjour hydraulique

Les volumes et temps de séjour appliqués à l'installation sont présentés Figure A 20.



Figure A 20 : Volumes journaliers admis et temps de séjours hydrauliques

En période de faible charge et de dilution importante, le temps de séjour hydraulique n'est que de 12 heures (320 L/j). Alors qu'en période de forte charge et de concentration de l'effluent le temps de séjour hydraulique passe à 16 heures (240 L/j).

Si les flux et les charges appliquées en entrée sont constants, le débit journalier a pris différentes valeurs au cours de chaque phase. Les concentrations azotées en sortie intègrent donc l'effet du temps de contact et ne sont pas directement représentatives des flux d'azote traités. L'influence de ce paramètre sur les performances de traitement a été étudié par simulation numérique. Il ne semble pas avoir perturbé significativement le traitement biologique.

### Gestion de la boue

Une attention particulière a été portée à la gestion de la boue afin de maintenir des valeurs d'âge et de masse de boue les plus constantes possibles (Figure A 21).

Les problèmes de recyclage provenant de la géométrie du décanteur ont été résolus par une remise en suspension systématique de la boue agglomérée sur la herse et le racleur. La mise en place d'une cloison syphoïde a permis de réduire les pertes de boues causées par la dénitrification dans le décanteur. Les paquets de boue ainsi piégés étaient systématiquement récupérés et re-versés dans le bassin d'aération.



Figure A 21 : Gestion et Production de boue

Les valeurs moyennes du Tableau A 12 ont été retenues :

	RP 1	RP 2	RP 3	RP 4
Masse de boue	420	400	410	410
(g MVS)				peu stable
Age de boue (jours) avec MVS de sortie	15.4	12.1	12.1	9.8
Masse de boue extraite chaque jour <i>(g MVS)</i>	27.3	33.5	33.5	42.8
Taux de boue et %MVS	3.9	3.80	3.65	4.0
(g/L et [-])	80 %	84 %	83 %	81 %
DCO / MVS	1.42	1.45	1.55	1.60
(g DCO/g MVS)				

Tableau A 12 : Valeurs moyennes relatives à la boue

Les variations des paramètres d'exploitation de l'installation autour de leurs valeurs moyennes respectives sont faibles. En dehors des conditions purement hydrauliques. nous pouvons considérer que les conditions appliquées sont stabilisées.

A ce stade de la présentation des résultats nous devons supposer que leur durée d'application (40 jours soit 3 âges de boue).

## ANNEXE X : EXTRAIT DES DONNEES D'AUTO SURVEILLANCE DE LA STATION DE CESTAS

La station d'épuration de Cestas est une installation boues activées en aération prolongée (charge massique comprise entre 0.05 et 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kg MVS.j)<sup>-1</sup>). Elle est connectée à un réseau de collecte séparatif très long dans lequel transite un effluent brut de nature essentiellement domestique.

Les graphiques et tableaux ci-dessous présentent les données d'auto-surveillance acquises en entrée d'installation par la Compagnie Générale des Eaux. Les analyses ont été effectuées sur des échantillons moyens 24 heures sur une période comprise entre octobre 1999 et juillet 2000.



### **CONCENTRATIONS MOYENNES DE L'EFFLUENT**

Figure A 22 : Concentration moyenne en pollution carbonée



Figure A 23 : Concentration moyenne en pollution azotée et phosphorée Nous retiendrons les valeurs présentées dans le Tableau A 13.

Paramètres	Unités	En temps sec	En temps de pluie
DCO	mg O <sub>2</sub> /L	700-750	450-500
$DBO_5$	mg O <sub>2</sub> /L	270-300	200-230
MES	mg MES/L	250-350	200-250
NTK	mg N/L	74-75	46-54
$N-NH_4^+$	mg N/L	55-56	34-40
P <sub>tot</sub>	mg P/L	14	8

Tableau A 13 : Concentrations moyennes journalières de l'effluent de Cestas



### RAPPORTS USUELS

Figure A 24 : Ratios caractéristiques de l'effluent

### Annexes

Nous retiendrons les valeurs présentées dans le Tableau A 14.

Paramètres	Ratios	Ratios
	Valeurs moyenne	Valeurs mini/maxi
DCO/DBO₅	2.25	2.04 – 2.91
NTK/N-NH4 <sup>+</sup>	1.39	1.32 – 1.42
DCO/NTK	10.1	8.7 – 11.5
DBO₅/NTK	4.5	3.4 – 4.9

Tableau A 14 : Ratio effluent de Cestas d'après concentrations moyennes journalières

## ANNEXE XI : RESULTATS DETAILLES DU FRACTIONNEMENT DE L'EFFLUENT BRUT

### VALEUR PAR DEFAUT DU RENDEMENT DA

La dégradation de la DCO biodégradable (Ss + Xs) produit de la biomasse hétérotrophe avec un rendement  $Y_{H}$ . Lorsque toute la DCO dégradable est transformée en biomasse (à l'instant  $t_1$ ), sa concentration s'exprime par la relation :

$$X_{B,H}(t_1) = Y_{H.}(Ss + Xs)(t_0)$$

Lorsque la biomasse décède, une partie ( $f_p$ ) se transforme en DCO inerte ( $X_p$ ); l'autre partie (1- $f_p$ ) est transformée en DCO lentement biodégradable ( $X_p$ ), et qui à son tour est transformée en bactérie puis en DCO inerte ... Au bout d'un temps très long ( $t_f$ ), la concentration en DCO particulaire inerte ( $X_p$ ) obtenue s'exprime en fonction de la concentration en biomasse hétérotrophe initiale ( $X_{B,H}(t_1)$ ) par la relation (Stricker, 2000) :

$$X_{p}(t_{f}) = \frac{f_{p}}{1 - Y_{H}.(1 - f_{p})}.X_{B, H}(t_{1})$$

La concentration en biomasse hétérotrophe établie au bout d'un temps très long  $(t_f)$  s'exprime finalement en fonction de la DCO biodégradable par la relation suivante :

$$X_{p}(t_{f}) = \underbrace{\frac{f_{p}}{1 - Y_{H}.(1 - f_{p})} \cdot Y_{H}.(S_{s} + X_{s})(t_{0})}_{= \rho_{a}}$$



On définit et on calcule donc une valeur par défaut du rendement ( $\rho_a$ ) de la réaction de transformation de la DCO dégradable en DCO particulaire par :

$$\rho a = \frac{f_p}{1 - Y_{\rm H.}(1 - f_p)}.Y_{\rm H} = 0.134$$

 $\label{eq:product} \text{avec} \begin{cases} f_p: \text{fraction de la biomasse produisant de la matière inerte (0.08)} \\ Y_H: \text{rendement cellulaire des hétérotrophes (0.67 gDCO_{\text{produit}}/gDCO_{\text{dégradé}})} \end{cases}$ 

### **MESURES EFFECTUEES**

Les résultats de fractionnement sont présentés de façon détaillés dans les Tableau A 15 à Tableau A 18.

Temps (jours)	DCO <sub>brute</sub> (mg O <sub>2</sub> /L)			DCO <sub>filtrée</sub> (mg O <sub>2</sub> /L)			$O_2$ (mg $O_2/L$ )	pН	Température (°C)
1	778	759	743	217	221	230	7.5	8	18.4
10	249	-	-	45	-	-	6.3	8	13.9
18	211	207	223	45	50	48	7.8	6	11.6
21	183	183	189	46	48	52	10.4	7	11.8
25	157	157	153	42	43	43	10.2	7	11.9

### ETUDE DE SENSIBILITE

Tableau A 16 : Tests de sensibilité sur les concentrations en DCO mesurées

### Sensibilité au choix de la valeur de DCO<sub>totale</sub> initiale

	Valeur choisie	Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 3%		
DCO(T,0)	760	740	780	
Xs,0=	65.0%	62.0%	68.1%	
Xi,0=	6.0%	6.4%	5.6%	

### Sensibilité au choix de la valeur de DCO<sub>filtrée</sub> initiale

	Valeur choisie	Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 3%		
DCO(F,0)	220	215	230	
Ss,0=	22.6%	22.0%	23.9%	
Xs,0	65.0%	65.7%	63.7%	

	Valeur choisie	Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 8%		
DCO(T,f)	183	160	190	
Xs,0=	65.0%	67.0%	64.0%	
Xi,0=	6.0%	4.0%	7.1%	

### Sensibilité au choix de la valeur de DCO<sub>totale</sub> finale

## Sensibilité au choix de la valeur de DCO<sub>filtrée</sub> finale

	Valeur choisie	Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 3%		
DCO(F,f)	48	45	50	
Si,0=	6.3%	5.9%	6.6%	
Ss,0=	22.6%	23.0%	22.4%	
Xs,0=	65.0%	64.6%	65.3%	
Xi,0=	6.0%	6.4%	5.8%	

Les concentrations initiales Xs et Xi ont été calculées à partir de la valeur par défaut du rendement  $\rho_a$  = 0.134 démontrée ci-dessus. Le rôle du choix de cette valeur a été recherché en calculant les concentrations que l'on obtiendrait pour des valeurs différentes de  $\rho_a$ : 0.134 ± 10 % et 0.134 ± 35 %.

Tableau A 17 : Tests de sensibilité sur le rendement

	Pa				
	Valeur choisie	Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 11%		Autre valeur testée autour de la valeur choisie +/- 37%	
ρα	0.134	0.12	0.15	0.1	0.2
Xs,0=	65.0%	63.6%	66.7%	61.7%	72.3%
Xi,0=	6.0%	7.4%	4.4%	9.3%	-1.2%

Sensibilité au choix de la valeur de rendement pa

### VALEURS RETENUES

Fractions	Mesures dont dépend la valeur des fractions	Valeurs mini - maxi obtenues d'après mesures	Valeur choisie pour les simulations	Valeur de la littérature
Ss	DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale	22 à 24 %	22.5%	7 à 30 %
Xs	DCO <sub>totale</sub> initiale DCO <sub>totale</sub> finale DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale rendement	62 à 68 % pour $0.12 < \rho_a < 0.15$ 62 à 72 % pour $0.10 < \rho_a < 0.2$	65.0%	40 à 60 %
Si	DCO <sub>filtrée</sub> finale	5.9 à 6.6 %	6.5%	6 à 13 %
Xi	DCO <sub>totale</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> initiale DCO <sub>filtrée</sub> finale rendement	4 à 7 % pour $0.12 < \rho_a < 0.15$ 0 à 9 % pour $0.1 < \rho_a < 0.2$	6.0%	8 à 13 %

Tableau A 18 : Valeurs de fractionnement retenues

## ANNEXE XII : DETAIL DES CAMPAGNES DE CALAGE DU MODELE ASM1 SUR EFFLUENT REEL

LAYOUT: schemapilote	G P S – X N	1ACRO LIBRARY: cr	nlib 🔤	— Eau intersticie	- Boue
LOCATOR     PR-DESS TABLE       (FILE \$\tau)\$     (NULL) \$\tau)\$	DEFINE SCURCE REPLACE	DELETE MOVE R ANALYZE 7 OPTI	EVERSE BLOCK MIZE V HELP V		
Eau brute Mekn	geur BA			- Eau traitée fr	- Profil boue DE
	ebit	MBoue	= Eau traitee frij	— Eau interstici	vnit L
[1] influent flow vm3/d	0.0000				
[4] Oxygen mass transfer 💿 1/d	0.0000				
Parametre [4] Yield	<u>0.666</u>				
compositio	on eau entree				
Azote inerte soluble EB mg/L	0.5			- cng app	11 First Street
SIMULATION CO	ONTROL SCENARIOS				
UNLOAD START C	ONTINUE INTERRUPT	Age de boue	— masses de bou	- DEBIT EXT	Composante b
COMMAND:	🖌 🛛 SETUP 🔨	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			
Stop          \[	STEADY   STATE   INTEGRATION   SN	Composante A	DCO sortie		
CPU[%] CONVE	RGENCE[%] ( 100 0 100 bruary 13, 2001 17:50.58		, v 20 05 -0 13 13	- 	f@rik⊆∎eo 15.05

Figure A 25 : Aspect général de l'écran de simulation

Lors du calage du 13 février, les concentrations et vitesses instantanées suivantes ont été obtenues :

# Annexes











time [d]

VO<sub>2</sub> simulée

0.266

0.3333

7





Fractions de la DCO dans le bassin d'aération

Vitesse instantanée de nitrification

valeurs mesurées dans le bassin d'aération et en sortie. Les graphiques suivants présentent le détail des autres campagnes de calage. Ils permettent de juger l'adéquation des concentrations calculées aux 06-03-01







18-04-01





- 249 -

## 30-05-01





- 250 -





02-07-01




## ANNEXE XIII : DETERMINATION DE LA QUANTITE D'AZOTE ENDOGENE PRODUITE AU SEIN DES BOUES ACTIVEES

Le flux d'azote assimilé théorique est généralement défini comme équivalent à 5 % du flux de DBO<sub>5</sub> éliminé (I.1.1.1). Pour une charge massique  $C_m = 0.1$  kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, un taux de boue de 4gMES/L et un %MVS de 82 %, ce flux est estimé à **1.9 g N/j**. Or, calculé par intégration de la vitesse d'assimilation instantanée (par le modèle ASM), le flux d'azote assimilé journalier vaut **8 g N/j**. Cette différence s'explique par un recyclage interne d'azote au sein de la biomasse lors de la lyse des bactéries hétérotrophes. Lors de leur décès, l'azote produit est à nouveau assimilé, et ceci, plusieurs fois par jour, ce qui constitue une source importante d'azote interne au système. Les arguments présentés ci-dessous justifient cette hypothèse.

Pour une concentration en boue de 4 g MES/L et un taux de matières volatiles de 82 %, les variables  $X_{B,H}$ ,  $X_{B,A}$ ,  $X_p$ ,  $X_i$  et  $X_s$  ont pris les valeurs suivantes lors des quatre périodes de fonctionnement stabilisées :

Variable	Unités	RP1	RP2	RP3	RP4
$X_{B,H}$	mg DCO/L	3041	3200	3278	3351
$X_{B,A}$	mg DCO/L	204	243	198	157
X <sub>p</sub>	mg DCO/L	696	537	553	446
X <sub>i</sub>	mg DCO/L	680	602	614	570
Xs	mg DCO/L	28	39	41	50

Lors du décès les biomasses hétérotrophes ( $X_{B,H}$ ) et autotrophes ( $X_{B,A}$ ), une partie de l'azote contenue dans leurs cellules est libérée sous forme d'azote particulaire dégradable ( $X_{ND}$ ) à la vitesse (*Annexe I*) :

$$\frac{dX_{ND}}{dt} = (i_{Xb} - f_p.i_{Xp}).(b_h.X_{B,H} + b_a.X_{B,A.})$$

En prenant des valeurs moyennes tirées du tableau ci-dessous ( $X_{B,H}$  = 3000 mg DCO/L et  $X_{B,A}$  = 200 mg DCO/L), on obtient une vitesse moyenne de production de  $X_{ND}$  d'environ 2 mg N.(L.h)<sup>-1</sup>.

$$\frac{dX_{\rm ND}}{dt} = (0.086 - 0.08 * 0.06) \cdot (0.2 * 3000 + 0.02 * 200) = 49 \text{ mg N.} (\text{L.j})^{-1} \approx 2,05 \text{ mg N.} (\text{L.h})^{-1}$$

En supposant que la vitesse ci-dessus est uniforme pour l'ensemble de la boue, le flux journalier d'azote produit par décès des biomasses dans l'ensemble du système peut alors être estimé à 6.8 gN/j :

$$\varphi_{\text{N}_{\text{deces}}} = \frac{\text{Vréacteur}}{\% \text{Boue réacteur}} \cdot \frac{\text{dXND}}{\text{dt}} = \frac{115}{0.83} \cdot 49 \approx 6.8 \text{ g N.j}^{-1}$$

Ces valeurs numériques permettent de tirer les observations suivantes :

- En additionnant cette valeur à la valeur théorique (1.9 gN/j), on obtient un total de 8.7 gN/j. Cette valeur concorde avec la valeur obtenue par intégration de la vitesse instantanée (8 gN/j) à 10 % près. Par ailleurs, le facteur f<sub>p</sub>.i<sub>xp</sub> = 0.08\*0.06 = 0.0046 correspond à 5.5% du terme i<sub>xb</sub> = 0.086 (le flux d'azote transformé sous forme inerte est de 0.4 gN/j). On en déduit donc que la part d'azote assimilé issue de l'effluent brut (5 % du flux de DBO<sub>5</sub> éliminé) participe à renouveler la part d'azote transformée en azote inerte lors du décès de la biomasse ;
- Dans l'hypothèse où la charge massique vaut C<sub>m</sub> = 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup>, le taux de boue = 4gMES/L, le %MVS = 82 %, les ratios DCO/NTK=11.5 et DCO/DBO<sub>5</sub>=2.5, le flux d'azote reçu vaut 8.2 gN/j. Le flux d'azote réellement assimilé au sein des boues à une charge massique de 0.1 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> représente une valeur équivalente au flux d'azote reçu par l'installation ; Pour un ratio DCO/NTK de 5, il équivaut à la moitié du flux azoté entrant (cas présenté Figure III-27) ;
- Lorsque de la boue pauvre en DCO dégradable et non alimentée par de l'effluent brut est placée en conditions non limitantes d'azote ammoniacal et d'oxygène dissous, l'assimilation est ralentie par manque de carbone. L'azote produit lors de la lyse ne peut alors être réintégré dans de nouvelles cellules : il s'accumule et augmente la concentration en azote ammoniacal, ce qui provoque une différence entre les pentes de production de nitrates et de disparition d'ammoniaque ;
- La concentration en biomasse hétérotrophe établie dans les boues prend une valeur d'autant plus élevée que la température (Stricker, 2000) et l'âge des boues sont faibles (I.1.3.2.3). Le différentiel entre la pente de production des nitrates et celle de disparition de l'ammoniaque est donc d'autant plus important que la charge massique est élevée et que la température est faible.

# ANNEXE XIV : EXPRESSION LITTERALE DE LA PART D'AZOTE ENTRANT NITRIFIEE ( $\lambda$ )

Le flux nitrifié (Equation A 8) est lié à la charge volumique en azote appliquée ( $C_v(N)$ ) par un coefficient multiplicateur  $\lambda$  inférieur à 1.

$$\varphi_{N_{nit}} = \lambda.C_v(N).V_{B.A.}$$
 où  $\lambda = \frac{C_v(N) \text{ nitrifiée}}{C_v(N) \text{ entrante}}$ 

Equation A 8 : Expression du flux d'azote nitrifié lorsque la nitrification est poussée

Le coefficient  $\lambda$  permet d'exprimer l'azote Kjeldahl disponible pour la nitrification par rapport à l'azote total. Il tient compte l'azote assimilé et de l'azote sortant. Le flux d'azote assimilé équivaut à 5 % du flux de DBO<sub>5</sub> éliminé (I.1.1.1) et le rendement d'élimination de la DBO<sub>5</sub> (noté  $\eta_{\text{DBO5}}$ ) est proche de 100 % :

 $\phi_{\text{Nassimile}} = 0.05$ .  $\phi_{\text{DBO5}}$  éliminé = 0.05.  $\eta_{\text{DBO5}}$ .  $\phi_{\text{DBO5}}$  entrant

et  $\phi_{\text{DBO5entrant}} = [MVS]_{\text{B.A.}} V_{\text{B.A.}} C_m$ , on tire  $\phi_{\text{Nassimilé}} = 0.05 \cdot \eta_{\text{DBO5.}} [MVS]_{\text{B.A.}} V_{\text{B.A.}} C_m$ 

 $\begin{array}{l} \text{Or, la charge volumique en azote appliquée s'exprime en fonction de la charge massique par la relation : } & C_v(N) = \frac{[NTK]_{moyen}}{[DCO]_{moyen}} \cdot \frac{[DCO]_{moyen}}{[DBO_5]_{moyen}} \cdot [MVS]_{B.A} \cdot C_m \, . \end{array}$ 

Il vient alors  $\phi_{\text{Nassimilé}} = 0.05$ .  $\eta_{\text{DBO5}}$ .  $V_{\text{B.A}}$ .  $\frac{[DCO]_{\text{moyen}}}{[NTK]_{\text{moyen}}}$ .  $\frac{[DBO5]_{\text{moyen}}}{[DCO]_{\text{moyen}}}$ .  $C_v(N)$ .

 $\text{Le flux d'azote sortant s'écrit : } \phi_{\text{Nsortant}} = \eta_{\text{NTK}} \cdot V_{\text{B.A.}} \cdot \frac{[DCO]_{\text{moyen}}}{[NTK]_{\text{moyen}}} \cdot \frac{[DBO_5]_{\text{moyen}}}{[DCO]_{\text{moyen}}} \cdot C_v(N)$ 

La charge volumique en azote nitrifiée s'écrit :

$$C_{v}(N_{nitrifi\acute{e}}) = \frac{\phi NTK_{nitri\acute{e}}}{V_{B.A.}} = \frac{\phi NTK_{entrant} - \phi NTK_{assimil\acute{e}} - \phi NTK_{sortant}}{V_{B.A.}}$$
$$d'o\dot{u}: \boxed{\lambda = \frac{C_{v}(N_{nitrifi\acute{e}})}{Cv(N)} = \eta_{NTK} - 5\% \cdot \eta_{DBOs} \cdot \frac{[DCO]_{moyen}}{[NTK]_{moyen}} \cdot \frac{[DBOs]_{moyen}}{[DCO]_{moyen}}}{[DCO]_{moyen}}$$

Equation A 9 : Expression de la part d'azote entrant nitrifié

## ANNEXE XV : DETAILS DES SIMULTATIONS EFFECTUEES

#### • Durée journalière d'aération

Pour chaque couple de charge volumique en azote et d'âge des boues ( $C_v(N)$ , SRT), les durées journalières d'aération suivantes ont fait l'objet d'une simulation (Tableau A 20).

Γableau Α 19 : Simulations μ	oour analyser l'impac	t de la durée d'aération
------------------------------	-----------------------	--------------------------

C <sub>v</sub> (N)	SRT	Durée d'aération						
_mg N.(L.j) <sup>-1</sup>	j				h/j			
130	15	9h45	11h00	13h30	15h00			
160	12			13h15	13h30	14h00	15h00	16h00
185	12				13h30	14h00	15h00	16h00
185	10					15h00	16h00	17h00

### • Ratio C/N

Pour chaque binôme d'âge de boues et de durée d'aération (SRT, D<sub>aer</sub>), la charge en azote et donc les ratio C/N suivants ont fait l'objet d'une simulation (Tableau A 20).

SRT D	urée d'aération	Cha	arge	volur DCC	nique )/NTH	e en a	azote	9	
j	h/j		r	ng N.	(L.j) <sup>-</sup>	1 et g	10 <sub>2</sub> /g	γN	
15	11	79	87	104	130				
		10	9	7,5	6				
12	15			97	108	129	161	193	225
				10	9	7,5	6	5	4,3

Tableau A 20 : Simulations pour analyser l'impact de la charge azotée

## • Charge massique

Pour évaluer l'impact de la charge massique sur la nitrification, des simulations ont été effectuées à différentes durées d'aération (Tableau A 21). L'impact de la fraction aérée sur la nitrification a été étudié en effectuant des simulations sur une installation équipée d'une zone d'anoxie en tête (Le volume de la zone d'anoxie constitue un tiers du volume total du réacteur biologique). Hors ouvrage de séparation de la boue, le volume total est identique à celui de l'installation à bassin unique.

Tableau A 21 : Simulations pour analyser l'impact de la charge massique

<b>C</b> <sub>m</sub> kgDBO ₅.(kgMVS.j) <sup>-</sup> '	SRT j	Durée d'aération h/j			
		Bassin unique	Bassin avec zone d'anoxie		
0.05	42	6.5	-		
0.075	24	9.75	-		
0.10	16	11	16		
0.15	10	16	24		
0.20	7	24	-		

# ANNEXE XVI : RESULTATS DETAILLES DES SIMULATIONS A CHARGE MASSIQUE VARIABLE – IMPACT DU RATIO DCO/NTK

Cette annexe a pour objectif d'approfondir notre compréhension de l'évolution des performances de traitement de l'azote lorsqu'une variation brutale des flux carboné et azoté est appliquée et maintenue pendant une longue durée.

Pour permettre un fonctionnement viable sur le long terme, nous avons étudié l'impact d'une gestion consistant à maintenir un taux de boue constant dans les bassins. La variation de flux appliquée en entrée par augmentation du débit admis provoque une variation de charge massique. Menacée par la nécessité d'extraire des volumes de boue plus importants, la nitrification est conservée grâce à une augmentation de la durée journalière d'aération.

Les effets d'une modification brutale des flux admis ont été observés sur l'ensemble des variables caractéristiques des performances de traitement de l'azote (concentrations de sortie, biomasses, flux et vitesses de traitement). Les résultats présentés ci-dessous concernent deux amplitudes de variation (2 et 4) et deux types d'intrants (classique et enrichi en azote).

## EFFET D'UNE AUGMENTATION DE CHARGE MASSIQUE D'UN FACTEUR 2

Augmentation de C<sub>m</sub> de 0.075 à 0.15 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> couplée à une augmentation de la durée d'aération de 9h45 à 16h/j.

2 cas :

- Cas d'un effluent domestique classique : DCO/NTK=11.5 ;
- Cas d'un effluent excessivement riche en azote : DCO/NTK=6.

#### <u>Cas d'un effluent domestique classique</u> : DCO/NTK = 11.5



Figure A 26 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les concentrations de sortie



Figure A 27 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les flux d'azotés traités





#### Cas d'un effluent excessivement riche en azote : DCO/NTK = 6



Figure A 29 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les flux azotés éliminés



Figure A 30 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les biomasses

## **AUGMENTATION DE CHARGE MASSIQUE D'UN FACTEUR 4**

Augmentation de  $C_m$  de 0.05 à 0.20 kg DBO<sub>5</sub>.(kgMVS.j)<sup>-1</sup> couplée à une augmentation de la durée d'aération de 6h30/j à 24h/j

Cas d'un effluent domestique classique : DCO/NTK = 11.5



Figure A 31 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les concentrations de sortie









# ANNEXE XVII : RESULTATS DETAILLES DES SIMULATIONS A VOLUME VARIABLE

Pour pallier les limitations liée au mode de gestion précédent, nous avons étudié l'impact d'une gestion consistant à **augmenter le volume de réacteur lorsque les flux admis sont augmentés** pendant une longue durée. La variation de volume provoquée **nécessite un arrêt de l'extraction des boues jusqu'à ce que le taux de boue retrouve sa valeur initiale**. L'augmentation de la durée journalière d'aération permet d'accélérer le rétablissement de bonnes performances de traitement de l'azote, mais elle n'est pas impérative pour la viabilité de la nitrification.

Les effets d'une modification brutale des flux admis ont été observés sur l'ensemble des variables caractéristiques des performances de traitement de l'azote (concentrations de sortie, biomasses, flux et vitesses de traitement).

Les résultats présentés ci-dessous concernent deux amplitudes de variation (2 et 6) et deux durées d'aération journalière (minimale nécessaire et excédentaire).

# AUGMENTATION DE VOLUME D'UN FACTEUR 6 couplée à une

durée journalière d'aération de 11h/j

Fonctionnement à une charge massique de 0.10 kg  $DBO_5.(kgMVS.j)^{-1}$  -Aucune extraction en régime transitoire. Cas d'un effluent domestique classique : DCO/NTK = 11.5.







Figure A 35 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les flux azotés traités



Figure A 36 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les concentrations en biomasses

## AUGMENTATION DE VOLUME D'UN FACTEUR 6 couplée à une

durée journalière d'aération de 16h/j

Fonctionnement à une charge massique de 0.10 kg  $DBO_5.(kgMVS.j)^{-1}$  -Aucune extraction en transitoire. Cas d'un effluent domestique classique : DCO/NTK = 11.5



Figure A 37 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les concentrations de sortie



Figure A 38 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les flux d'azote traités



Figure A 39 : Impact d'une augmentation brutale des flux entrants sur les concentrations en biomasses