



HAL
open science

Intégration de la méthanisation des boues dans une filière alternative de traitement des eaux usées basée sur le procédé A/B : Vers la station d'épuration à énergie positive

Marlène Choo-Kun

► To cite this version:

Marlène Choo-Kun. Intégration de la méthanisation des boues dans une filière alternative de traitement des eaux usées basée sur le procédé A/B : Vers la station d'épuration à énergie positive. Ingénierie de l'environnement. INSA de Lyon, 2015. Français. NNT : 2015ISAL0142 . tel-01417804

HAL Id: tel-01417804

<https://theses.hal.science/tel-01417804v1>

Submitted on 17 May 2017

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.

THESE

**Intégration de la méthanisation des boues dans une filière
alternative de traitement des eaux usées basée sur le
procédé A/B : vers la station d'épuration à énergie positive**

Présentée devant
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Pour obtenir
Le grade de docteur

Ecole Doctorale
Ecole doctorale de Chimie de Lyon (Chimie, Procédés, Environnement)

Par
Marlène Choo-Kun
Ingénieure en Génie de l'Eau
ENGEES, Strasbourg

Soutenance prévue le **15 Décembre 2015** devant la commission d'examen

Jury

| | | |
|-------------------------|--|--------------------|
| Nicolas Bernet | Directeur de recherches – INRA , Narbonne | Rapporteur |
| Pierre Buffière | Professeur – INSA, LGCIE – DEEP , Lyon | Directeur de thèse |
| Delphine Conteau | Ingénieur de recherche – CIRSEE , Le Pecq | Examinateur |
| Sylvie Gillot | Directeur de recherches – IRSTEA , Lyon | Rapporteur |
| Rémy Gourdon | Professeur – INSA, LGCIE – DEEP , Lyon | Directeur de thèse |
| Samuel Martin | Responsable de pôle – CIRSEE , Le Pecq | Examinateur |
| Bernhard Wett | Consultant – ARAconsult , Innsbruck | Examinateur |

INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2011-2015

| SIGLE | ECOLE DOCTORALE | NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE |
|------------------|--|--|
| CHIMIE | CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage 04 72 43 80 46 Insa : R. GOURDON secretariat@edchimie-lyon.fr | M. Jean Marc LANCELIN Université de Lyon – Collège Doctoral Bât ESCPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 directeur@edchimie-lyon.fr |
| E.E.A. | ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec : M.C. HAVGODOUKIAN Ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr | M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr |
| E2M2 | EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec : Bat Atrium- UCB Lyon 1 04.72.44.83.62 Insa : S. REVERCHON secretariat.e2m2@univ-lyon.fr | M. Fabrice CORDEY Laboratoire de Géologie de Lyon Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Géode – Bureau 225 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.44.83.74 Sylvie.reverchon-pescheux@insa-lyon.fr fabrice.cordey@univ-lyon1.fr |
| EDISS | INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES- SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec : Bat Atrium – UCB Lyon 1 04 72 44 83 62 Insa : secretariat.ediss@univ-lyon1.fr | Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon 696621 Villeurbanne Tél : 04.72.11.90.13 Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr |
| INFOMATHS | INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES http://infomaths.univ-lyon1.fr Sec :Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage infomaths@univ-lyon1.fr | Mme Sylvie CALABRETTO LIRIS – INSA de Lyon Bat Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87 Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr |
| Matériaux | MATERIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE-DAHMANI PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction 1 ^{er} et. Ed.materiaux@insa-lyon.fr | M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28 Ed.materiaux@insa-lyon.fr |
| MEGA | MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://mega.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction 1 ^{er} et. mega@insa-lyon.fr | M. Philippe BOISSE INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 Philippe.boisse@insa-lyon.fr |
| ScSo | ScSo* http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/ Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr | Mme Isabelle VON BUELTZINGLOEWEN Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.77.23.86 Fax : 04.37.28.04.48 isavonb@dbmail.com |

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Résumé

Depuis le début des années 2000, la station d'épuration n'est plus seulement perçue comme une installation industrielle traitant les eaux résiduaires urbaines afin d'en minimiser leurs impacts sur le milieu naturel, mais aussi comme un moyen de récupérer des ressources : eau, nutriments, énergie. Ce travail de thèse traite de cette dernière ressource, l'énergie. Comment tendre vers la station d'épuration auto-suffisante en énergie, voire encore productrice d'énergie sans en affecter l'efficacité de traitement? A l'aide d'une filière de traitement ancienne revisitée : le procédé A/B (Adsorption/Bio-oxydation), le bilan énergétique de la station peut tendre vers la neutralité en réduisant les demandes liées à l'aération et en optimisant la production de biogaz. Ce travail de doctorat se concentre principalement sur la méthanisation des boues issues de ce procédé A/B afin d'en connaître leurs caractéristiques et leur digestibilité, de les comparer avec la digestion anaérobie de boues davantage connues et enfin d'utiliser ces résultats pour dresser le bilan énergétique du procédé A/B, ceci à partir des données récoltées sur un pilote de 50 m³/j installé sur la station d'épuration de Kranji à Singapour.

Les boues A et B présentent respectivement les productions spécifiques de méthane respectives de 290 et 135 LCH₄/kgMV_{entrante} en conditions mésophiles. Le procédé A/B avec ses deux étages de boues activées permet de capter un maximum de carbone en première étape de traitement pour le transférer directement en digestion. En effet, la production totale de boues provient à 90% des boues A et seulement à 10% des boues B ce qui porte à 95% la production de méthane attribuée aux boues A. Ces résultats induisent une production d'énergie supérieure par rapport à une filière de traitement conventionnelle avec un seul étage de boues activées. Par ailleurs, ce procédé permet de diminuer les besoins en aération pour le traitement des pollutions carbonée et azotée, tout en gardant les mêmes efficacités de traitement. Il est ainsi possible de conclure que la filière de traitement des eaux usées en procédé A/B présente un degré d'efficacité énergétique proche de 300% (ratio entre l'énergie électrique produite à partir du biogaz et la consommation énergétique liée à l'aération), ce qui représente 73% d'auto-suffisance énergétique globale en considérant le cas de la station de Kranji en boues activées conventionnelles traitant les pollutions en carbone et en azote.

Mots clés : Digestion anaérobie, Méthanisation, Boues A, Procédé A/B, efficacité énergétique, traitement des eaux usées, Singapour

Abstract

Since the early 2000's, wastewater treatment plants (WWTP) have not been only seen as a mean to reduce the impact of the harmful emissions towards water bodies but also as a way to recover the resources contained in the raw wastewater: water, nutrients and energy. This doctorate seeks to study the latter one. How to tend to the energy self-sufficient or even energy positive WWTP without altering its treatment efficiencies? Using an old wastewater treatment process: the A/B process (Adsorption/Bio-oxidation) and state-of-the-art technologies, the energy autarky of a WWTP can become a reality by reducing its electricity consumption related to the aeration and by optimizing its energy production through anaerobic digestion. This work mainly focuses on the anaerobic digestion of the sludge produced by the A/B process. It aims at evaluating their characteristics and digestibility and thus at comparing these to the ones of better-known sludge such as primary, secondary and mixed sludge from a conventional wastewater treatment system. Eventually, these results with the addition of data collected on a 50 m³/d A/B process pilot plant on the Water Reclamation Plant of Kranji, Singapore, are used to draw the energy balance of the A/B process and to try to make a comparison to conventional systems.

The A/B process produces the A and B sludge which respectively show specific methane productions of 290 and 135 LCH₄/kgVS_{introduced} in mesophilic anaerobic digestion and can be considered quite similar to primary and secondary sludge respectively from conventional WWTPs. With its two stages of activated sludge, this process enables the early entrapment of carbon to be directly transferred to the digesters. Indeed, 90% of the sludge production comes from the A sludge in matter of Volatile Solids, which brings to 95% the biogas production to be ascribed to this sludge. Hence, the A/B process does produce more energy than a conventional single-stage activated sludge. It also reduces the aeration demand for the biological treatment of the carbon and nitrogen pollutions whilst complying with the same treatment performances.

Drawing the energy balance of the A/B process leads to the conclusions that this process presents an energy efficiency of 300% by comparing only the electrical needs for the aeration (40-70% of the whole plant demand) and the electricity production from biogas generation, which, at the end, represents an energy self-sufficiency of 73% considering the Kranji conventional water reclamation plant.

Keywords: Anaerobic Digestion, A sludge, A/B process, energy self-sufficiency wastewater treatment plant, Singapore

COMMUNICATIONS LIEES AU TRAVAIL DE THESE

Ce travail de thèse a fait l'objet des communications suivantes :

P. Buffière, M. Choo-Kun, M. De Backer, D. Conteau, P. Camacho, P. Dauthuille, R. Gourdon, Kinetics of primary sludge digestion at various temperatures, 13th World Congress on Anaerobic Digestion, Santiago de Compostella, Spain, 2013

M. Andersen, M. Choo-Kun, Wellym, Z. Zhang, D. Conteau, N.B.Z. Abidin, P. Dauthuille, Energy Self-Sufficiency for WWTP in warm climate, Singapore International Water Week 2014, 2014

M. Choo-Kun, D. Conteau, P. Camacho, P. Dauthuille, Effect of temperature on the anaerobic digestion of AB sludge, Singapore International Water Week 2014, 2014

M. Choo-Kun, H. Fisgativa, D. Conteau, P. Camacho, P. Buffière, Influence de la température sur la méthanisation des boues primaires d'épuration, Déchets Sciences & Techniques, n°66, pages 32-37, 2014

M. Choo-Kun, D. Conteau, S. Martin Ruel, P. Camacho, R. Gourdon And P. Buffière, Comparison of the Anaerobic Digestion of Biosorption i.e. A Sludge, Conventional Primary Sludge and Conventional Mixed Sludge, 14th World Congress on Anaerobic Digestion, 2015

Wellym, M. Choo-Kun, B. Wett, G.H. Kristensen, A.L. Jensen, S. Vesuvanathan, M. Andersen, Mass and energy balances on an AB process pilot plant in a warm climate, soumis à la Singapore International Water Week 2016, 2016

M. Choo-Kun, S. Martin Ruel, Wellym, M. Andersen, N.B.Z. Abidin, D. Conteau, AB process: Focus on the anaerobic digestion of Biosorption i.e. A sludge and the related energy production, soumis à la Singapore International Water Week 2016, 2016

Remerciements

Ce doctorat n'aura été pas possible sans le soutien technique, amical et bienveillant de nombreuses personnes.

Je tiens tout d'abord à remercier Pierre Buffière pour son immense patience et gentillesse durant ces quatre années. Ses compétences techniques ainsi que sa bienveillance ne sont plus à prouver.

Je remercie également Rémy Gourdon, co-directeur de ce doctorat avec Pierre, pour m'avoir fait confiance sur ce projet et pour son soutien généreux.

Merci à Delphine Conteau pour son intérêt pour ce travail, pour toutes nos heures passées au téléphone à me conseiller pour mener à bien ce projet, et surtout pour son soutien indéfectible et ses encouragements sans discontinu.

Je remercie Samuel Martin pour sa confiance, son aide et sa bienveillance. J'ai eu beaucoup de chance de travailler avec lui.

Je tiens à remercier aussi mes collègues de DHI, Wellym, Kumar et Noraini, ainsi que le personnel de la station de Kranji et de PUB en général, pour leur accueil extrêmement chaleureux dans ce pays très éloignée du mien. Je garde de superbes souvenirs de mes années à Kranji. Je n'aurai pas pu réussir ce travail sans eux.

Je tiens également à remercier toutes mes « hotlines » préférées : Patricia Camacho, Claude Garel et Gilles Carrand, sans qui je serais toujours en train de construire mon pilote et mon laboratoire. Leur soutien autant technique que moral a été souvent salvateur.

Merci à Bernhard Wett pour sa gentillesse et ses conseils précieux.

Je remercie aussi Carlos Campos, Philippe Gislette, Pascal Dauthuille, Jennifer Letoquart de m'avoir fait confiance ainsi que toutes les équipes de Croissy pour leur soutien chaleureux et leur bienveillance.

Je remercie mon compagnon et mes proches pour avoir supporté de m'entendre parler de ma thèse pendant si longtemps, d'avoir fait semblant que ça les intéressait mais aussi pour leur incroyable soutien.

Enfin, tout ce travail n'aurait pu être possible sans l'aide de Suez Environnement, DHI et PUB que je remercie chaleureusement.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|----|
| Résumé | 5 |
| Abstract | 6 |
| Remerciements | 9 |
| Glossaire..... | 18 |
| 1. Bibliographie..... | 19 |
| 1.1 Contexte..... | 20 |
| 1.1.1 Vers la Station d'épuration à énergie positive | 22 |
| 1.1.2 Filières de rupture pour la STEP à énergie positive..... | 30 |
| 1.2 Digestion anaérobie des boues | 37 |
| 1.2.1 Principe de la digestion des boues de STEP | 37 |
| 1.2.2 Paramètres influençant la digestion | 38 |
| 1.2.3 Nature et digestibilité des différentes boues de la STEP | 40 |
| 1.3 Conclusion | 42 |
| 2. Matériels et méthodes | 43 |
| 2.1 La station d'épuration de Kranji | 43 |
| 2.1.1 Présentation de la station de Kranji..... | 43 |
| 2.1.2 Filière boues de la STEP de Kranji | 46 |
| 2.2 Pilote A/B..... | 47 |
| 2.2.1 Etape A..... | 49 |
| 2.2.2 Etape B..... | 50 |
| 2.3 Installations de méthanisation des boues..... | 50 |
| 2.3.1 Pilote de digestion. Etude sur les boues mixtes de la STEP de Kranji | 51 |
| 2.3.2 Container et pilote de 5 L. Etude sur les boues A du pilote A/B, les boues mixtes et primaires de la STEP de Kranji | 54 |
| 2.4 Réacteurs de 5,6 L. Etude sur les boues primaires de la STEP de la Feyssine..... | 58 |
| 2.5 Suivi de réacteurs | 59 |
| 2.5.1 Préparation des boues..... | 59 |
| 2.5.2 Analyses liquides..... | 61 |
| 2.5.3 Analyse du biogaz | 62 |
| 3. Résultats | 64 |
| 3.1 Caractérisations des boues A et B et comparaison avec les boues primaires et mixtes..... | 64 |

| | | |
|-------|---|-----|
| 3.1.1 | Composition des cinq types de boues | 64 |
| 3.1.2 | Biodégradabilité des boues | 68 |
| 3.1.3 | En résumé sur la caractérisation des boues | 72 |
| 3.2 | Essais pilotes de digestion anaérobie boues A et comparaison avec les boues primaires et mixtes | 73 |
| 3.2.1 | Evolution des principaux paramètres de suivi | 73 |
| 3.2.2 | Bilans de fonctionnement | 87 |
| 3.3 | Essais pilotes de digestion anaérobie : étude de l'effet de la température | 96 |
| 3.3.1 | Influence de la température sur la digestion des boues A | 96 |
| 3.3.2 | Boues primaires de la Feyssine, Villeurbanne | 102 |
| 3.3.3 | Boues mixtes de Kranji WRP | 113 |
| 3.4 | Analyse technico-énergétique de la filière globale AB et comparaison avec les STEP conventionnelles en eaux chaudes | 116 |
| 3.4.1 | Quantification de la production de boues du pilote AB | 117 |
| 3.4.2 | Méthodologie pour les bilans de masse et d'énergie d'un système de traitement des eaux usées | 123 |
| 4. | Conclusion et Perspectives | 140 |
| 4.1 | Conclusion | 140 |
| 4.2 | Perspectives | 141 |
| | ANNEXES | 144 |
| | Annexe 1 : Schéma de fonctionnement pilote de digestion | 145 |
| | Annexe 2 : PID de la partie alimentation du pilote de digestion | 146 |
| | Annexe 3 : PID de la partie digesteur du pilote de digestion | 147 |
| | Annexe 4 : Bouclage du bilan DCO du réacteur en boues A à différents OLR | 148 |
| | Annexe 5: First abstract submitted to the Water Convention at the Singapore International Water Week 2016 | 149 |
| | Annexe 6 : Second abstract submitted to the Water Convention at the Singapore International Water Week, 2016 | 153 |
| | Annexe 7: Abstract for the World Congress on Anaerobic Digestion, Chile, 2015 | 157 |
| | Annexe 8 : Abstract for the World Congress on Anaerobic Digestion, Santiago de Compostella, 2013.. | 161 |
| | Bibliographie | 166 |

TABLE DES TABLEAUX

| | |
|---|-----|
| Tableau 1 : Concentrations des eaux résiduaires urbaines et normes de rejet à Singapour (nea.gov.sg) | 22 |
| Tableau 2: Réductions des besoins en oxygène et en carbone liées aux procédés Shunt des nitrates et déammonification en rapport aux filières boues activées dites classiques, (Stinson et al. 2013) | 35 |
| Tableau 3: Récapitulatif des essais expérimentaux. | 43 |
| Tableau 4: Conditions opératoires de l'étape A du pilote A/B. | 49 |
| Tableau 5: Conditions opératoires de l'étape B en Nitrification/Dénitrification du pilote A/B. | 50 |
| Tableau 6: Listes des équipements du pilote de digestion | 52 |
| Tableau 7: Photographie de quelques périphériques des réacteurs de 5 L..... | 56 |
| Tableau 8: Caractérisation des boues A et B du pilote A/B, primaires, secondaires et mixtes de la station de Kranji..... | 65 |
| Tableau 9: Caractéristiques des boues d'alimentation des pilotes de 5L après épaissement en centrifugeuse de laboratoire..... | 68 |
| Tableau 10 : Potentiels méthanogènes issus des tests BMP des boues A, B, primaire et secondaire | 70 |
| Tableau 11: Constantes de réaction d'ordre 1 et potentiels méthanogènes pour les boues A, B, primaires et secondaires | 71 |
| Tableau 12 : Cinétiques de production journalière de biogaz des réacteurs A et primaire à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m ³ /j..... | 84 |
| Tableau 13 : Cinétique de production de biogaz des réacteurs A et primaire à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m ³ /j pour 1+1+3 jours d'alimentation | 85 |
| Tableau 14: Caractéristiques des digestats des réacteurs A, primaire et mixte à 37°C et à OLR = 1,5 kgMV/m ³ /j en régime stabilisé | 86 |
| Tableau 15: Conditions opératoires pour la digestion des boues A, primaires et mixtes..... | 87 |
| Tableau 16: Performances des digesteurs de 5 Litres en boues A, boues primaires et boues mixtes..... | 92 |
| Tableau 17 : Taux d'abattement en MV obentus par Eladawy, 2009..... | 95 |
| Tableau 18: Conditions opératoires pour la digestion des boues A à 30°C, 37°C et 55°C | 96 |
| Tableau 19: Performances des digesteurs de 5 L à 30°C, 37°C et 55°C alimentés en boues A, à OLR = 1,5 kgMV/m ³ /j..... | 98 |
| Tableau 20: Conditions opératoires des réacteurs à 30°C, 37°C et 55°C pour les augmentations de charges | 99 |
| Tableau 21: Performances des digesteurs en boues A à différentes charges appliquées..... | 99 |
| Tableau 22. Phases d'alimentation des réacteurs | 106 |
| Tableau 23 Production maximale de méthane | 110 |

| | |
|--|-----|
| Tableau 24: Conditions opératoires du pilote AB lors de la campagne de quantification de la production de boues. | 118 |
| Tableau 25 : Moyennes et coefficients de variation des résultats des analyses sur les boues A et B de la campagne de quantification de boues du pilote AB..... | 119 |
| Tableau 26: Contribution des boues A et B dans la production totale de boues du pilote AB | 119 |
| Tableau 27: Production de méthane journalière du pilote AB et contribution de chaque type de boue... | 121 |
| Tableau 28: Données d'entrée du modèle de bilans de masse et d'énergie du procédé AB | 123 |
| Tableau 29: Comparaison des bilans énergétiques des différents scénarii étudiés | 136 |
| Tableau 30: Autosuffisance énergétique des quatre scénarii pour la station entière..... | 138 |

TABLE DES ILLUSTRATIONS

| | |
|--|----|
| Figure 1 : Schéma de principe d'une station d'épuration conventionnelle. | 20 |
| Figure 2: Répartition des consommations énergétiques de la station d'épuration par poste de consommation (Mémento Degrémont, 2012) | 25 |
| Figure 3 : Schéma de principe du procédé A/B | 32 |
| Figure 4: Les différentes voies d'assimilation de l'azote. | 34 |
| Figure 5 : Principales étapes de la digestion anaérobie. | 38 |
| Figure 6: Carte de Singapour avec ses stations d'épuration et répartition des eaux usées (domestiques et industrielles ; pub.gov.sg) | 44 |
| Figure 7: Schéma de principe de la STEP de Kranji | 45 |
| Figure 8: Diagramme de la ligne boues de Kranji WRP | 46 |
| Figure 9: Photographie du pilote A/B..... | 47 |
| Figure 10: Diagramme du pilote A/B..... | 48 |
| Figure 11: Photographie de l'installation container + pilote..... | 51 |
| Figure 12: Photographies du pilote de gestion en vue frontale et de l'interface du Programmable Logic Controller. | 54 |
| Figure 13: Photographies du laboratoire container | 54 |
| Figure 14: Installation des pilotes de 5 L au container de Kranji WRP. Vue d'ensemble. Focus sur un réacteur et ses équipements..... | 55 |
| Figure 15: Vue d'ensemble d'un réacteur de 5,6 L installé à l'INSA de Lyon. Vue en coupe | 58 |
| Figure 16: Installation complète d'un réacteur avec pompe péristaltique, bain thermostaté et agitateur...59 | |
| Figure 17 : Décantation des boues A après échantillonnage sur le pilote A/B..... | 60 |
| Figure 18: Courbe de Kynch - boue A | 66 |
| Figure 19: Potentiel méthanogène des boues A, B et boues primaires et secondaires, duplicat 1..... | 69 |
| Figure 20 : Potentiel méthanogène des boues A, B et boues primaires et secondaires, duplicat 2..... | 69 |
| Figure 21: Tests BMP (en duplicat) des boues A et B, résultats expérimentaux et loi cinétique d'ordre 1 .71 | |
| Figure 22: Boues A d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; OLR (MV), (b) OLR (DCO); (c) AGV, TAC; (d) DCO/MV; (e) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (f) pH, N-NH ₄ ⁺ | 75 |
| Figure 23: Boues primaires d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) OLR (MV), OLR (DCO); (c) AGV, TAC; (d) DCO/MV; (e) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (f) pH, N-NH ₄ ⁺ | 77 |

| | |
|--|-----|
| Figure 24: Boues mixtes d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) OLR (MV), OLR (DCO); (c) AGV, TAC; (d) DCO/MV; (e) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (f) pH, N-NH ₄ ⁺ | 78 |
| Figure 25: Réacteur A. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH ₄ ⁺ , (c) AGV/TAC; (d) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (e) Productions cumulées de biogaz et de méthane | 81 |
| Figure 26: Réacteur Primaire. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH ₄ ⁺ , (c) AGV/TAC; (d) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (e) Productions cumulées de biogaz et de méthane .. | 82 |
| Figure 27: Réacteur mixte. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH ₄ ⁺ , (c) AGV/TAC; (d) DCO _{totale} , DCO _{soluble} ; (e) Productions cumulées de biogaz et de méthane | 83 |
| Figure 28 : Cinétique de production journalière de biogaz des réacteurs A (à gauche) et primaire (à droite) | 84 |
| Figure 29 : Cinétique de production de biogaz pour trois jours d'alimentation des réacteurs A (à gauche) et primaire (à droite) | 85 |
| Figure 30: Productions de biogaz journalières des réacteurs A, primaire et mixte à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m ³ /j. Mise en parallèle de quatre semaines de production | 86 |
| Figure 31: Performances du digesteur en boues A à 37°C. (a) (DCO _{sortante} +CH ₄ eq DCO) / DCO _{entrante} ; (b) Abattements en MV et DCO ; (c) Production cumulée de CH ₄ en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH ₄ en fonction de la masse cumulée de DCO entrante .. | 89 |
| Figure 32: Performances du digesteur en boues primaires à 37°C. (a) (DCO _{sortante} +CH ₄ eq DCO) / DCO _{entrante} ; (b) Abattements en MV et DCO ; (d) Production cumulée de CH ₄ en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH ₄ en fonction la masse de DCO entrante..... | 90 |
| Figure 33: Performances du digesteur en boues mixtes à 37°C. (a) (DCO _{sortante} +CH ₄ eq DCO) / DCO _{entrante} ; (b) Abattements en MV et DCO ; (d) Production cumulée de CH ₄ en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH ₄ en fonction de la masse de DCO entrante..... | 91 |
| Figure 34 : Production cumulée de méthane par masse de MV entrante pour les réacteurs à 30°C, 37°C et 55°C, tous alimentés en boues A..... | 97 |
| Figure 35: Cinétique de production de biogaz pour le digesteur en boues A, à 30°C et à OLR = 2 kgMV/m ³ /j..... | 100 |
| Figure 36 : Productions spécifiques de méthane pour le réacteur en boues A à 37°C, OLR = 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m ³ /j..... | 101 |
| Figure 37. Schéma des réacteurs | 105 |
| Figure 38. Boues primaires : taux de matière sèche et Demande Chimique en Oxygène totale (DCO) . | 106 |
| Figure 39. Vitesse de production de méthane (◆), d'élimination de la DCO (■) et de l'hydrolyse (▲), exprimées en g _{DCO} .L ⁻¹ .j ⁻¹ , pour 28 (a), 37 (b), 49 (c), 55 (d) et 60°C (e) | 109 |

| | |
|--|-----|
| Figure 40 Production de méthane pour 28 (♦), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (✱) | 110 |
| Figure 41. Production de NH ₄ ⁺ en mg/L pour 28 (♦), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (✱)..... | 111 |
| Figure 42 : Différence entre la DCO soluble et les AGV pour 28 (♦), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (✱) | 112 |
| Figure 43: Concentration en MS des digesteurs 1 et 2 pendant la phase de validation du fonctionnement du pilote | 114 |
| Figure 44: Production spécifique de méthane par masse de MV entrante - Digesteur 1 | 114 |
| Figure 45: Extrapolation de la production spécifique de méthane de la boue B à 16 jours de digestion . | 120 |
| Figure 46 : Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière baseline. DCO _{entrante} = 390 mg/L | 130 |
| Figure 47: Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière AB avec Nitrification/Dénitrification. DCO _{entrante} = 390 mg/L..... | 132 |
| Figure 48: Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière A/B avec Nitrification/Dénitrification. DCO _{entrante} = 514 mg/L..... | 135 |
| Figure 49: Distribution des besoins en électricité de la station d'Ulu Pandan (Singapour) par poste de consommation (d'après Cao, 2011) | 138 |
| Figure 50 : Réacteur en boues A – (DCO _{sortante} + eq _{CH₄}) / DCO _{entrante} à OLR à 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m ³ /j ... | 148 |

Glossaire

AGV : Acide Gras Volatiles

DBO₅ : Demande Biologique en Oxygène à 5 jours

DCO : Demande Chimique en Oxygène

DHI : Danish Hydraulic Institute

INSA : Institut National des Sciences Appliqués

LGCIÉ : Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie Environnementale

MES : Matières En Suspension

MS : Matières Sèches

MV : Matières Volatiles

N-NH₄⁺ : Azote ammoniacal

NTU : Nanyang Technological University

PAM : PolyAcrylaMide

PEHD : PolyEthylène Haute Densité

PUB : Public Utility Board

PVC : PolyChlorure de Vinyle

Q_{in} : Débit d'entrée du pilote A/B

TAC : Taux Alcalimétrique Complet

TSH : Temps de Séjour Hydraulique

SRT : Temps de séjour des boues ou âge de boues

WRP : Water Reclamation Plant

1. Bibliographie

Historiquement, l'utilisation de l'eau pour le transport des excréta humains (et à l'époque, des déchets) fut initiée à la fin du XIX^{ème} siècle par les médecins hygiénistes qui mirent en relation l'eau et les épidémies de choléra : c'est le début du 'tout-à-l'égout'. Ce dernier garantit l'élimination des odeurs nauséabondes et la protection d'une eau saine pour la consommation. Les eaux usées sont alors envoyées dans des champs d'épandage ou dans les eaux superficielles. Il faut alors attendre la seconde moitié du XX^e siècle pour qu'apparaisse une autre préoccupation, celle de la protection du milieu naturel (en France, loi sur l'eau de 1964). La fin du XX^e siècle est elle marquée par la mise en place d'une gestion systémique des ressources en eau et de ses différents usages (baignade, irrigation, industrie, pisciculture,...) ainsi que par la prise en compte de l'impact des eaux pluviales sur le milieu naturel (en France, loi de 1992). Depuis une quinzaine d'années et à l'échelle internationale, un changement de paradigme est lancé au sein des acteurs de l'eau, au sujet des eaux usées. La station d'épuration n'est plus seulement perçue comme une étape de traitement des effluents urbains ou industriels afin d'avoir des rejets moins nuisibles pour les eaux superficielles. Elle est maintenant considérée comme un moyen de récupérer des ressources : eau, fertilisants (phosphore principalement) et énergie (Guest, 2009 ; McCarty 2011 ; Larsen 2009). La digestion anaérobie est le seul procédé au sein de la station à pouvoir produire de l'énergie (Parkin, 1986).

Optimiser ce procédé est donc une des clefs pour tendre vers la station d'épuration auto-suffisante en énergie.

Préambule : Qu'est-ce qu'une station d'épuration ?

Le Larousse donne comme définition du verbe assainir : rendre sain ou plus sain. La station d'épuration collecte les eaux usées et cherche à les rendre plus saines pour le milieu naturel lors de leur rejet. La station d'épuration utilise la biologie pour traiter les eaux usées. Le traitement des eaux usées par dégradation microbienne date de la fin du XIX^{ème} et début du XX^{ème} siècle. En 1893, à la suite de l'épidémie de choléra à New York et sur la base d'essais de dilution d'eaux d'égouts avec de l'eau de mer, Fowler, directeur des eaux de Manchester, avance l'hypothèse que l'épuration des eaux est l'œuvre de bactéries. En 1911, Strasbourg devient la plus grande ville avec un lagunage (procédé Dr Hof). En 1914, les chimistes Adern et Locket de Manchester déposent le premier brevet sur les « boues activées ».

Les différents systèmes d'épuration pour l'assainissement collectif se font sous deux formes : extensive (lagunage, etc.) et intensive. C'est cette dernière qui nous intéresse. Elle utilise le procédé de boues activées qui est au cœur de la station d'épuration.

La station d'épuration classique, ou encore conventionnelle, suit le schéma présenté en Figure 1.

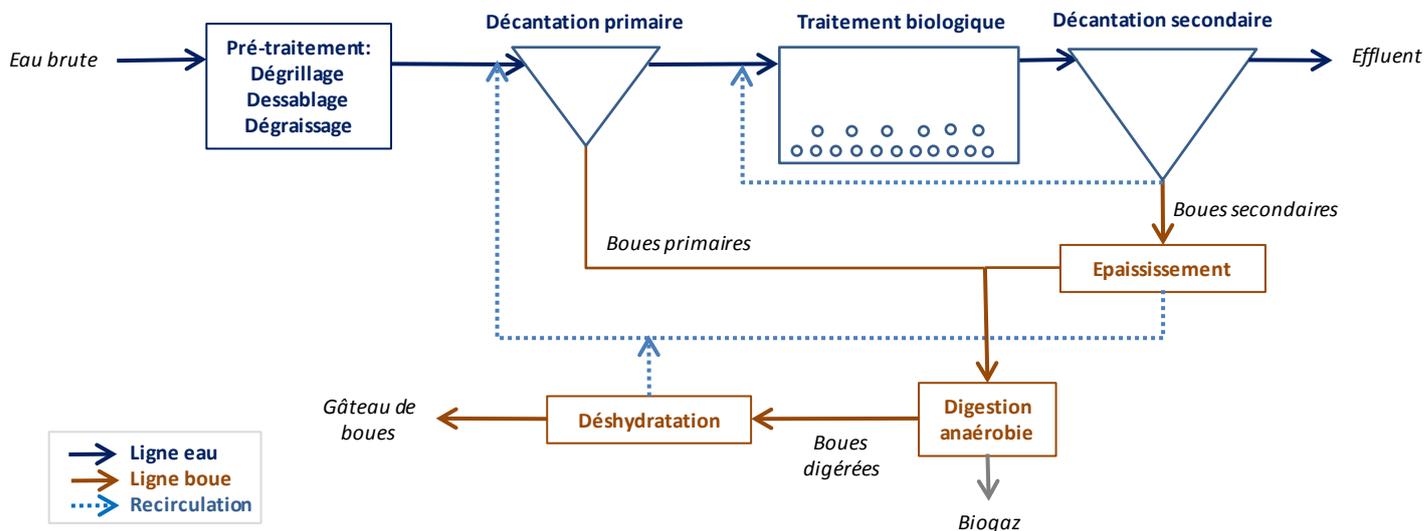


Figure 1 : Schéma de principe d'une station d'épuration conventionnelle.

A partir de l'eau usée brute, la station d'épuration forme trois sous-produits : l'effluent de sortie, des boues séchées sous forme de gâteau de boue, granule, etc. et du biogaz. L'effluent de sortie est généralement rejeté dans des eaux superficielles. Selon les pays, le sort des boues séchées varie ; il peut être l'incinération, la valorisation agricole par épandage, le stockage en décharge ou encore la réutilisation dans les cimenteries. Quant au biogaz, il est soit brûlé en torchère, soit valorisé sous forme d'électricité et/ou de chaleur, soit parfois, réinjecté dans le réseau de gaz de ville.

1.1 Contexte

La majeure partie de ce travail de thèse a été effectuée dans la cité-état de Singapour. Ce projet de thèse s'appuie notamment sur les travaux de recherche menés dans le cadre du projet Energy+ : *A novel integrated concept for retrofitting and optimizing existing wastewater treatment plants into energy self-sufficiency*. Energy+ est le résultat de la collaboration entre *DHI Water & Environment(s)* (DHI par la suite), Suez Environnement (à travers Suez Environnement Pte Ltd à Singapour et le Centre International de Recherche

pour l'Eau et l'Environnement, CIRSEE en France) et la *Nanyang Technological University* (NTU par la suite) pendant quatre ans et trois mois (Janvier 2011 – Mars 2015). Ce projet est né d'un appel à projet pour financement émanant du *Environment and Water Industry Development Council* de Singapour pour le *Public Utility Board*, (PUB par la suite), l'agence nationale de l'eau de Singapour, en charge de la gestion de l'intégralité du cycle de l'eau du pays.

DHI fut en charge de l'étude sur la filière eau *via* la construction et l'opération d'un pilote procédé A/B consistant en deux étages de boues activées et d'une capacité de traitement de 50 m³/j. Suez Environnement, à travers ma mission, était responsable de la partie du projet liée à la production d'énergie par digestion anaérobie des boues produites par le pilote A/B. NTU étudiait à l'échelle laboratoire les deux étages de boues activées de manière séparée afin d'en optimiser leurs fonctionnements.

L'objectif final du projet Energy+ est de prouver l'autosuffisance énergétique - d'un point-de-vue procédé uniquement *i.e.* sans ajout de source alternative d'électricité - de la filière A/B tout en assurant une qualité d'effluent satisfaisant les normes de rejet de Singapour.

Des essais complémentaires ont été menés à l'INSA de Lyon, au sein du Laboratoire de Génie Civil et de l'Ingénierie Environnementale (LGCIE-DEEP).

Singapour est une cité-état située en Asie du Sud-Est, à 150 km au Nord de l'équateur. Cet état a obtenu son indépendance de la Malaisie il y a cinquante ans, en 1965. Cette île compte 5,7 millions d'habitants, tous reliés à l'assainissement collectif. La superficie actuelle du pays est de 718 km². L'eau est une ressource très précieuse à Singapour et d'importants efforts sont faits par les autorités gouvernementales pour que le pays devienne auto-suffisant en eau. En effet, Singapour importe une grande partie de son eau potable de Malaisie, pays dont il a pris son indépendance. Le contrat de livraison d'eau s'achève en 2060 et Singapour vise son auto-suffisance en eau d'ici-là. Malgré des précipitations très abondantes : 2400 mm par an, Singapour ne peut pas à l'heure actuelle, subvenir à ses besoins en eau étant donné sa faible superficie et son manque de place pour stocker les eaux pluviales. Il n'existe pas d'aquifère d'eau douce pour produire de l'eau potable. Singapour a ainsi quatre « robinets » (*the four national taps*) : l'eau importée de Malaisie (40%), ses réservoirs artificiels en eaux superficielles (22%), le dessalement (20%) et la NEWater® (recyclage des eaux usées ; 18%). La demande journalière en eau est de 1 820 000 m³/j, avec 58% pour l'usage domestique et 42% pour l'usage industriel. La NEWater® est uniquement destinées aux besoins industriels. Afin de diminuer sa dépendance vis-à-vis de la Malaisie, Singapour augmente petit à petit sa production d'eau recyclée, construit de nouvelles usines de dessalement et cherche à stocker le maximum d'eau issue des précipitations. Le PUB mène de nombreuses campagnes éducatives afin de réduire la consommation en eau des divers usagers (-8% en cinq ans).

L'eau est donc une ressource extrêmement précieuse pour Singapour et c'est pourquoi, depuis une quinzaine d'années, le gouvernement investit de manière significative dans la recherche et le développement dans le

domaine de l'eau pour être un des plus importants « hydrohub » mondiaux et de satisfaire à son objectif ambitieux, d'autosuffisance en 2060.

1.1.1 Vers la Station d'épuration à énergie positive

Dans les zones urbanisées, les habitations sont généralement reliées au réseau d'assainissement, on parle alors d'assainissement collectif. Le point le plus en aval de ce réseau est la station d'épuration. Elle traite les eaux résiduaires urbaines issues de nos habitations. Ces eaux usées sont composées des eaux noires ou eaux de vanne (toilettes) et des eaux grises (cuisine, machine à laver, douche, etc). Elles peuvent également contenir les eaux pluviales dans le cas d'un réseau unitaire. A Singapour, le réseau est séparatif, ce qui est plus adapté au climat de cette cité-état. Dans le cadre de cette étude, nous nous plaçons donc en réseau séparatif ou en temps sec d'un réseau unitaire afin de n'étudier que les eaux usées. Ces dernières contiennent principalement des pollutions carbonée, azotée et phosphorée. La pollution carbonée, si rejetée dans les eaux superficielles, est consommatrice d'oxygène dissous et provoque l'asphyxie du milieu et par conséquent celle de la faune aquatique. L'azote et le phosphore contenus dans les eaux usées, si non éliminés et rejetés dans le milieu naturel, provoquent l'eutrophisation des eaux superficielles *i.e.* la prolifération d'espèces végétales opportunistes liée à cet apport démesuré en éléments nutritifs. Ces espèces végétales restent à la surface et finissent par empêcher la lumière d'atteindre les eaux, donc la photosynthèse par les végétaux et par ce biais l'oxygénation des eaux. La station d'épuration a pour but de traiter ces pollutions pour rejeter à sa sortie des eaux peu chargées afin de ne pas avoir un impact trop important sur le milieu naturel et les eaux de surface dans lesquelles sont rejetés les effluents de sortie de station. Ces rejets sont légiférés sous forme de normes de rejet ; en termes de concentration pour la plupart des pays équipés de station d'épuration, mais aussi en termes de taux d'abattement sur ces diverses pollutions dans d'autres pays, comme la France notamment. Le Tableau 1 présente les concentrations usuelles de l'eau brute domestique en entrée de station d'épuration à Singapour, ainsi que les normes de rejet fixées par l'agence nationale de l'environnement de Singapour (NEA).

Tableau 1 : Concentrations des eaux résiduaires urbaines et normes de rejet à Singapour (nea.gov.sg)

| Paramètres | Concentrations de l'eau brute (mg/L) | Normes de rejet (mg/L) |
|--------------------------------|--------------------------------------|------------------------|
| MES | 150 – 330 | < 15 |
| DBO ₅ | 120 – 300 | < 15 |
| DCO | 300 – 800 | < 100 |
| N-NH ₄ ⁺ | 25 – 55 | < 5 |

Il est à noter qu'il n'existe pas de norme de rejet sur la concentration de l'effluent en azote global mais seulement en azote ammoniacal ; ceci signifie que la loi n'impose pas une dénitrification complète au sein de la station. Lorsque nous interrogeons les autorités à sujet, elles expliquent que les effluents traités sont rejetés dans la mer.

Comme discuté précédemment, la station d'épuration est de plus en plus vue sous l'angle de la récupération des ressources. A Singapour par exemple, les autorités ne parlent plus de *Wastewater Treatment Plant* : station de traitement des eaux usées mais de *Water Reclamation Plant* : station de récupération/valorisation de l'eau et de *used water*, terme qui n'inclut plus la notion de déchet mais d'utilisé (et donc potentiellement valorisable). En effet, les eaux usées contiennent des ressources récupérables et valorisables : eau, carbone donc énergie, azote et phosphore.

La première de ces ressources, l'eau, peut se récupérer à travers la réutilisation des eaux usées (ou *Reuse* en Anglais). Ce procédé se situe en aval de la station d'épuration et permet de produire une eau potable selon les normes de l'Organisation Mondiale de la Santé et même parfois une eau encore plus purifiée pour les besoins en eau des industries de type micro-électronique. A Singapour, 25% de la production de l'eau provient des usines *NEWater®*, usines de recyclage des eaux usées. Cette eau est cependant uniquement à vocation industrielle (industries pharmaceutiques, micro-électronique, pétrochimiques, etc).

Les nutriments sont d'autres ressources récupérables contenues dans les eaux usées. Le phosphore et l'azote font partie des six macronutriments (on parle de nutriments pour le carbone, l'hydrogène et l'oxygène) essentiels à la croissance végétale qui sont l'azote, le phosphore, le potassium, le soufre, le calcium et le magnésium (Jönsson, 2004) ; ils sont dans la majeure partie des cas, les éléments les plus limitants. Les fertilisants agricoles servent principalement à satisfaire aux besoins des plantes en azote, phosphore et un peu en magnésium.

La production de fertilisant azoté se fait sous forme d'ammoniac à partir du diazote de l'air, procédé qui nécessite un fort apport énergétique (35-50 MJ/kgN, Maurer, 2002). L'air de la troposphère étant composé à 79% de diazote, les ressources en azote sont considérées inépuisables, ainsi la récupération de l'azote contenu dans les eaux usées présente un intérêt économique uniquement si les besoins énergétiques pour la production sont inférieurs à ceux de la production à partir du diazote troposphérique. Dans les pays en développement, le bilan diffère étant donné le coût souvent inabordable des fertilisants industriels (Cf. UN-habitat.org). Dans les pays industrialisés, la récupération de l'azote contenu dans les eaux usées n'est pas intéressante économiquement bien que les technologies pour ce faire existent.

L'autre nutriment valorisable est le phosphore. Il est un élément irremplaçable dans la composition des fertilisants et les ressources mondiales ne sont pas inépuisables. Le phosphore se récolte sous forme de

minéral de phosphate principalement. Le United States Geological Survey a fait une évaluation des ressources mondiales en minéral de phosphate (USGS.org) : près des trois quarts des réserves sont détenues par trois pays : le Maroc, la Chine et les Etats-Unis. Les experts estiment qu'il ne reste que 50-100 ans de réserve en phosphore en se basant sur la consommation actuelle (Cordell, 2009). Une des technologies les plus matures pour la récupération du phosphore contenue dans les eaux usées consistent à le précipiter sous forme de struvite ($\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$), qui est un fertilisant à libération lente (Maurer, 2002 ; Berg, 2005). Le phosphore issu des mines de phosphate étant à l'heure actuelle peu coûteux, le développement industriel de la récupération du phosphore sur les stations d'épuration peine à trouver un marché viable.

La dernière ressource contenue dans les eaux usées est l'énergie ; soit à travers la chaleur qu'elles contiennent soit à travers la fraction carbonée. La récupération de cette chaleur des eaux usées se fait à travers le réseau. Des installations de ce type se font de plus en plus au sein du bâtiment collectif à l'aide d'un échangeur de chaleur. En France par exemple, l'Élysée en est équipé. Cette technologie ne sera pas davantage discutée. Il est aussi possible de récupérer cette énergie à l'aide de piles microbiologiques mais ceci ne fait pas non plus l'objet de notre étude. Enfin, la récupération d'énergie peut également se faire à travers la valorisation de la biomasse. Une grande partie de la pollution carbonée traitée par la station d'épuration est récupérée dans les boues d'épuration et peut être valorisée sous forme de biogaz à travers le procédé de méthanisation.

Ce travail se concentre sur cette ressource contenue dans les eaux usées : l'énergie. **Comment tendre vers la station d'épuration auto-suffisante en énergie voire productrice d'énergie en excluant tout apport externe ?**

D'après les chiffres de Suez Environnement, la station d'épuration consomme de nos jours 40 kWh/EH/an et en produit 15 kWh/EH/an.

Pour tendre vers la station auto-suffisante en énergie, il faut donc réduire la consommation d'énergie et en augmenter la production. Par conséquent, nous devons d'abord identifier les potentiels postes d'économie d'énergie au sein de la station. Nous discuterons de ces potentielles économies d'énergie afin d'évaluer quel poste possède le plus fort potentiel. Un focus tout particulier sera fait sur les économies liées au procédé de traitement plutôt qu'au fonctionnement des machines type moteurs, etc. Enfin, le cœur de ce travail de thèse portera sur la production d'énergie au sein de la station d'épuration à travers la méthanisation des boues et sur l'optimisation de ce procédé.

1.1.1.1 Postes d'économie d'énergie

La station d'épuration classique est aujourd'hui consommatrice d'électricité. Cette consommation dépend fortement des normes de rejet imposées. Elle augmente fortement si ces normes passent de l'abattement

du carbone *via* la demande chimique (ou biologique) en oxygène (la DCO et la DBO₅) à l'azote *via* l'azote global (NGL) ou N_T; ou encore lorsque sont exigés une haute qualité bactériologique (e.g. eaux de baignade) et l'élimination des matières en suspension (e.g. pour le recyclage des eaux usées).

En considérant une station possédant une filière de traitement des boues avec digesteurs et un traitement des odeurs, les différents postes de consommation sont :

- Le pompage et le prétraitement de l'effluent
- Le traitement biologique
- La filière boue
- La désodorisation
- Le chauffage/refroidissement des bâtiments administratifs et autres.

La Figure 2 présente la répartition de la consommation globale de la station par poste de consommation, d'après Mémento Degrémont, 2012.

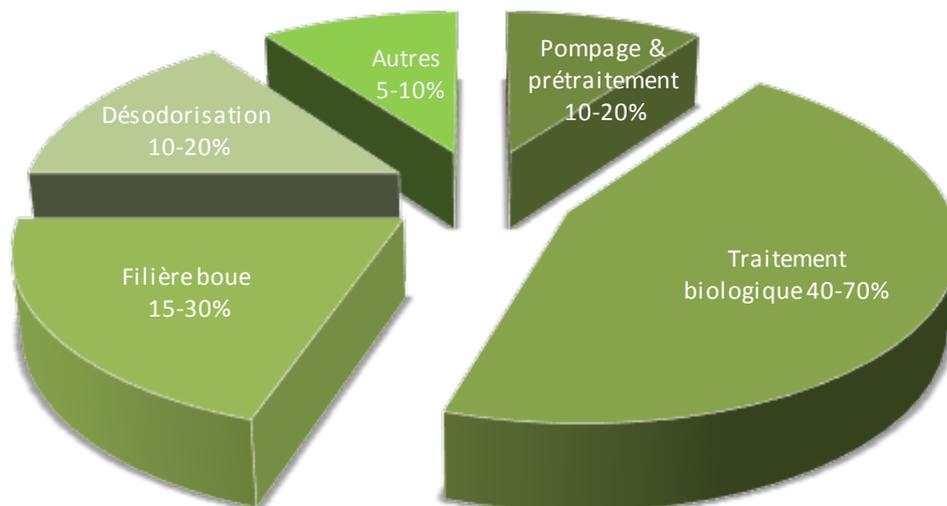


Figure 2: Répartition des consommations énergétiques de la station d'épuration par poste de consommation (Mémento Degrémont, 2012)

Mettre en place l'efficacité énergétique consiste à diminuer et optimiser les consommations d'énergie d'un procédé tout en maintenant son efficacité de traitement. C'est une démarche à la fois économique et environnementale. Par la suite, nous allons citer les possibilités d'économie d'énergie sur ces différents postes de consommation, nous ne rentrerons cependant pas dans le détail.

Le pompage et le prétraitement de l'effluent

L'utilisation des pompes est incontournable dans tous les secteurs de traitement de l'eau. Les réseaux d'assainissement sont pour la plupart en écoulement gravitaire. Le réseau est donc équipé de station de pompage. De façon générale, la station d'épuration comporte elle aussi une station de pompage à son entrée pour relever l'effluent et le diriger vers la bêche de relevage.

En amont de la construction d'une station, des optimisations énergétiques peuvent également être faites en déterminant la ligne piézométrique idéale pour la station tout en utilisant au maximum les différences d'altitude existantes sur le site d'implantation. Le choix de la pompe en fonction du diamètre de la canalisation sur laquelle elle est installée et de son point de meilleur rendement par rapport aux besoins de pompage, permet également de faire d'importantes économies d'énergie.

En aval du pompage se situe le prétraitement. Ce dernier est généralement composé, dans l'ordre, d'un ou plusieurs étages de dégrillage, un dessablage et un dégraissage qui sont souvent combinés au sein de la même installation.

Les économies d'énergie sur le pompage et le prétraitement de l'effluent résident dans l'optimisation des rendements des pompes et des différents moteurs utilisés.

Le traitement des odeurs

La principale unité de consommation énergétique de la désodorisation est le ventilateur et non le traitement en lui-même. Améliorer l'efficacité énergétique de cette installation peut passer par :

- Un dimensionnement optimal du circuit aéraulique
- La réduction de la quantité d'air à traiter avec la mise en place d'actions préventives (limiter les émissions de polluants)
- Le choix optimal d'un ventilateur et d'un moteur par rapport aux besoins de désodorisation

Le traitement des boues

La filière boues comprend l'épaississement des boues à digérer, la déshydratation/séchage des boues digérées, le chauffage éventuel des digesteurs, une possible incinération sur site des boues déshydratés ainsi que tous les différents pompages de la filière. L'épaississement des boues secondaires est nécessaire pour leur digestion car elles sortent de la décantation secondaire avec une concentration trop faible. En revanche, il est possible que les boues primaires ne soient pas épaissies avant digestion, cela dépend de chaque station. Les boues digérées sont, quant à elles, toujours déshydratées ou séchées et les technologies pour le faire sont nombreuses. Ces dernières présentent cependant des consommations énergétiques très variables en fonction du taux final de siccité souhaité mais aussi en fonction du type de technologie choisie. La grande diversité des technologies disponibles et l'abondance de leurs spécificités techniques rendent les discussions sur l'efficacité énergétique de l'épaississement et de la

déshydratation des boues très vastes. Nous ne développerons donc pas ce sujet davantage car il n'entre pas dans le cœur de ce travail de recherche et requiert des connaissances techniques qui ne sont pas les nôtres.

Le devenir des boues une fois déshydratées est multiple. Elles peuvent être soit épanchées pour une valorisation agricole, servant d'amendement pour les sols, compostées pour valorisation agricole, mises en décharge ou bien incinérées *in* ou *ex situ*. Seule l'incinération sur site est ainsi prise en compte dans le bilan énergétique de la station et induit un gain considérable. Cependant, le coût d'investissement d'un incinérateur sur site est conséquent et ce choix d'installation ne se fait que pour les stations de très grande capacité (ex : Station de Valenton, Seine Amont, Grand Paris, 600 000 m³/j).

Enfin, le chauffage des digesteurs constitue une autre dépense énergétique de la filière boues.

Néanmoins, lorsque le biogaz est valorisé par co-génération d'électricité et de chaleur, cette dernière est produite en quantité nécessaires pour chauffer les digesteurs au moins à 37°C, conditions mésophiles (Mémento Degrémont, 2012).

Le traitement biologique

Le traitement biologique par boues activées nécessite une grande quantité d'air pour oxygéner les bactéries. L'aération dans un bassin biologique sert à maintenir des conditions aérobies pour le développement des bactéries épuratrices. Les bassins sont équipés de diffuseurs d'air et d'agitateurs. L'agitation est primordiale afin de fournir un mélange efficace du milieu pour que toutes les bactéries bénéficient de l'oxygène fournie par les diffuseurs. Une bonne conception du bassin assurant un bon mélange peut permettre de réduire les besoins en air. Par ailleurs, il existe différents types de diffuseurs à fines, moyennes et grosses bulles qui présentent des rendements d'oxygénation décroissant avec la grosseur des bulles. Par exemple, s'équiper de diffuseurs à disque membranaire à fines bulles permet des rendements d'oxygénation maximaux. Ainsi le choix des diffuseurs, des surpresseurs et des agitateurs peut amener à des économies d'énergie notable.

Par ailleurs, il est fréquent que les bassins biologiques soient sur-aérés. En effet, de nombreuses stations contrôlent l'aération uniquement à l'aide de la donnée d'oxygène dissous et/ou potentiel d'oxydo-réduction. Hors, utiliser les données de concentration de la liqueur mixte en azote ammoniacal et en nitrates permet de contrôler avec davantage de précision la nitrification/dénitrification et ainsi d'insuffler de l'air sans trop d'excès.

Autres

Dans la catégorie « Autres », sont compris les besoins électriques des bâtiments administratifs (chauffage, climatisation, éclairage, etc) mais aussi de l'éclairage du site, etc.

Comme explicité précédemment, le traitement biologique représente 40% à 70% des besoins énergétiques de la station, une part prépondérante dans la consommation globale. Après cette brève discussion sur les possibles économies d'énergie sur les différents postes de consommation, nous comprenons que le levier principal pour ces économies réside dans la réduction des consommations liées à l'aération. Ainsi, l'optimisation énergétique de cette dernière s'avère être primordiale dans la diminution de la consommation générale de la station. Nous allons donc, dans ce travail de thèse et en ce qui concerne les économies d'énergie, regarder uniquement la réduction des besoins en aération du traitement biologique.

1.1.1.2 Postes de production d'énergie

Certaines stations dans le monde sont équipées d'installations photovoltaïques afin de fournir de l'énergie à l'ensemble de la station (ex : Cannes). Il est aussi possible d'installer des éoliennes de taille moyenne sur le site. D'autres stations utilisent les avantages du relief pour faire fonctionner des turbines sur l'effluent d'entrée et éventuellement l'effluent de sortie comme une usine hydro-électrique (ex : As Samra, Jordanie). Une autre possibilité pour la production d'énergie est la récupération de l'énergie thermique contenue dans les eaux usées à l'aide d'échangeurs de chaleur. Crawford, 2010 estime que tous ces procédés de production d'énergie sur la station sont bien évidemment bénéfiques mais pas applicables à toutes les stations car dépendants du climat, du relief, etc. Mais avant de chercher à produire de l'énergie de manière annexe au procédé de traitement, il est important de chercher à valoriser les produits issus de celui-ci. Les eaux usées contiennent de la biomasse. Celle-ci se retrouve concentrée dans les boues primaires et secondaires qui deviennent donc des ressources valorisables. En effet, l'énergie potentielle des boues représentent deux fois plus que la consommation électrique d'une station (Brar, 2009, Mémento Degrémont, 2012). La digestion de boues mixtes transforme généralement 50% de la masse de MV entrantes en biogaz (Moletta, 2011). Par ailleurs, la mise en place de la digestion ne dépend ni du climat, ni du relief au contraire des technologies citées au préalable. Enfin, avant son intérêt énergétique, la digestion est un procédé qui permet de stabiliser les boues d'épuration avant leur enlèvement pour valorisation agricole, mise en décharge ou incinération. Il faut garder à l'esprit que c'est cet aspect de stabilisation de la matière organique qui a prévalu pour le développement de la méthanisation des boues, le très grand intérêt suscité pour la production d'énergie est venu par la suite. L'incinération des boues, après séchage ou déshydratation permet d'utiliser la totalité du potentiel calorifique des boues. L'incinération est cependant une installation à fort investissement et s'avère intéressante *in situ* seulement pour les très grandes stations.

Nous comprenons donc que la méthanisation des boues reste le moyen le plus accessible mais aussi le plus répandu pour la valorisation énergétique des eaux usées à travers les boues produites au sein de la

filière de traitement. Ce travail de thèse porte sur la méthanisation des boues dans le cadre de la station d'épuration auto-suffisante en énergie.

Nous verrons que maximiser les rendements de la digestion anaérobie résulte en un jeu habile entre les paramètres d'opération des digesteurs : température, charge et temps de séjour (lorsque l'effluent ne contient pas d'élément inhibiteur). En amont de la digestion, de multiples procédés existent ou sont en cours de développement pour « booster » cette digestion *i.e.* dégrader un peu plus de la partie non facilement biodégradable du substrat (Carlsson, 2012 ; Carrère, 2010). Cependant, avant d'aller chercher à dégrader davantage de matière organique contenue dans le substrat, il est tout d'abord question, à l'échelle de la station, de capter un maximum de carbone en amont, avant que celui-ci ne soit minéralisé en dioxyde de carbone dans les bassins d'aération (Wett, 2007). Associé à cette problématique, il faut aussi chercher à séparer les traitements des pollutions carbonée et azotée pour avoir des traitements plus spécifiques et donc plus efficaces.

1.1.2 Filières de rupture pour la STEP à énergie positive

1.1.2.1 Les stations d'épuration conventionnelles

Traitement du carbone

Le traitement du carbone dans les stations d'épuration conventionnelles, dites intensives, se fait à l'aide d'un procédé biologique : les boues activées, un procédé à cultures libres. Le traitement par boues activées est constitué de trois éléments de base :

- Un réacteur dans lequel les micro-organismes responsables de l'épuration sont maintenus en suspension et aérés ;
- Une séparation liquide-solide réalisée généralement dans un décanteur secondaire ou clarificateur ;
- Un dispositif de recirculation des boues récupérées dans le clarificateur et redirigées vers le réacteur.

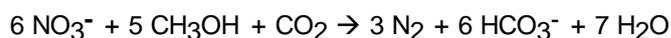
Les bactéries épuratrices pour se développer et donc assimiler les diverses pollutions consomment du carbone, de l'azote et du phosphore selon le ratio C/N/P : 100/5/1 pour les eaux résiduaires urbaines.

Il existe un très grand nombre de types de réacteurs, associant ou non les traitements de l'azote et/ou du phosphore.

Traitement de l'azote par nitrification/dénitrification

Dans les stations d'épuration conventionnelles, l'azote présent dans les eaux usées est partiellement éliminé de manière naturelle dans les bassins biologiques par assimilation de la biomasse. Ainsi, environ 20% de l'azote total est assimilé par les boues produites en excès. L'azote ammoniacal restant est généralement éliminé par voie biologique, selon deux étapes consécutives :

- La nitrification (étape aérobie, consommatrice d'oxygène), qui comprend deux étapes menées par deux types de bactéries autotrophes différenciées :
 - o Nitritation : oxydation de l'ammonium en nitrites
$$\text{NH}_4^+ + 1.5 \text{O}_2 \rightarrow \text{NO}_2^- + 2 \text{H}^+ + \text{H}_2\text{O}$$
 - o Nitratation : oxydation des nitrites en nitrates
$$\text{NO}_2^- + 0.5 \text{O}_2 \rightarrow \text{NO}_3^-$$
- La dénitrification (étape anoxique), effectuée par un consortium de micro-organismes hétérotrophes, qui nécessite une source de carbone pour réduire les nitrates en azote gazeux.



La nitrification/dénitrification classique consomme donc du carbone et environ un tiers de l'oxygène utilisé sur l'ensemble de la filière de traitement (Stinson, 2013).

1.1.2.2 Vers de nouveaux concepts pour les stations d'épuration

Nous l'avons vu, l'efficacité énergétique de la station d'épuration de demain passe par la capture le plus en amont possible du carbone. Pour ce faire, Verstraete (2009) propose différentes techniques de décantation primaire avancée pour récupérer la pollution carbonée de la filière eau : la filtration sur sable avec ou sans floculation, la flottation par air dissous, la coagulation-floculation, la filtration membranaire et enfin la biosorption. C'est cette dernière qui suscite le plus d'intérêt de la part de la communauté scientifique de l'eau et que l'on retrouve le plus dans les essais expérimentaux de stations d'épuration auto-suffisantes en énergie. Cette étape de biosorption possède un temps de contact très court (0,5 – 1 heure). Un si court temps de contact ne permet pas de traiter la fraction soluble de la pollution *a fortiori* l'azote. Elle a donc un impact principalement sur la pollution carbonée. Il est donc nécessaire d'y ajouter une deuxième étape de boues activées plus longue, pour affiner le traitement du carbone et effectuer celui de l'azote. C'est ainsi qu'on retrouve le procédé A/B (Adsorption – Bio-oxidation) développé par Böhnke, 1977 et le Aachen Institute of Technology sur la station de Krefeld en Allemagne dans la fin des années 1980. A l'époque, ce procédé est utilisé pour la réhabilitation des stations d'épuration allemandes non conformes aux normes de rejet de la République Fédérale d'Allemagne. C'est ce procédé qui est retenu pour le projet Energy+ et le pilote de la filière eau de 50 m³/j dit pilote A/B.

1.1.2.3 Le procédé A/B

La Figure 3 présente le schéma du procédé A/B.

Ce procédé est composé de deux étapes de boues activées et décanteurs avec une étape dite de biosorption : l'étape A, qui traite presque uniquement la pollution carbonée, et une étape d'oxydation biologique : l'étape B pour le traitement de l'azote principalement. Avoir deux étapes distinctes permet d'avoir des charges massiques très différentes de respectivement 2-10 kgDBO₅/kgMV/j : une étape de très forte charge et 0,05 kgDBO₅/kgMV/j (Böhnke, 1997) : une étape à très faible charge. Ainsi, les consortiums bactériens de chaque étape sont différents et donc plus spécifiques à la pollution ciblée pour cette étape de traitement.

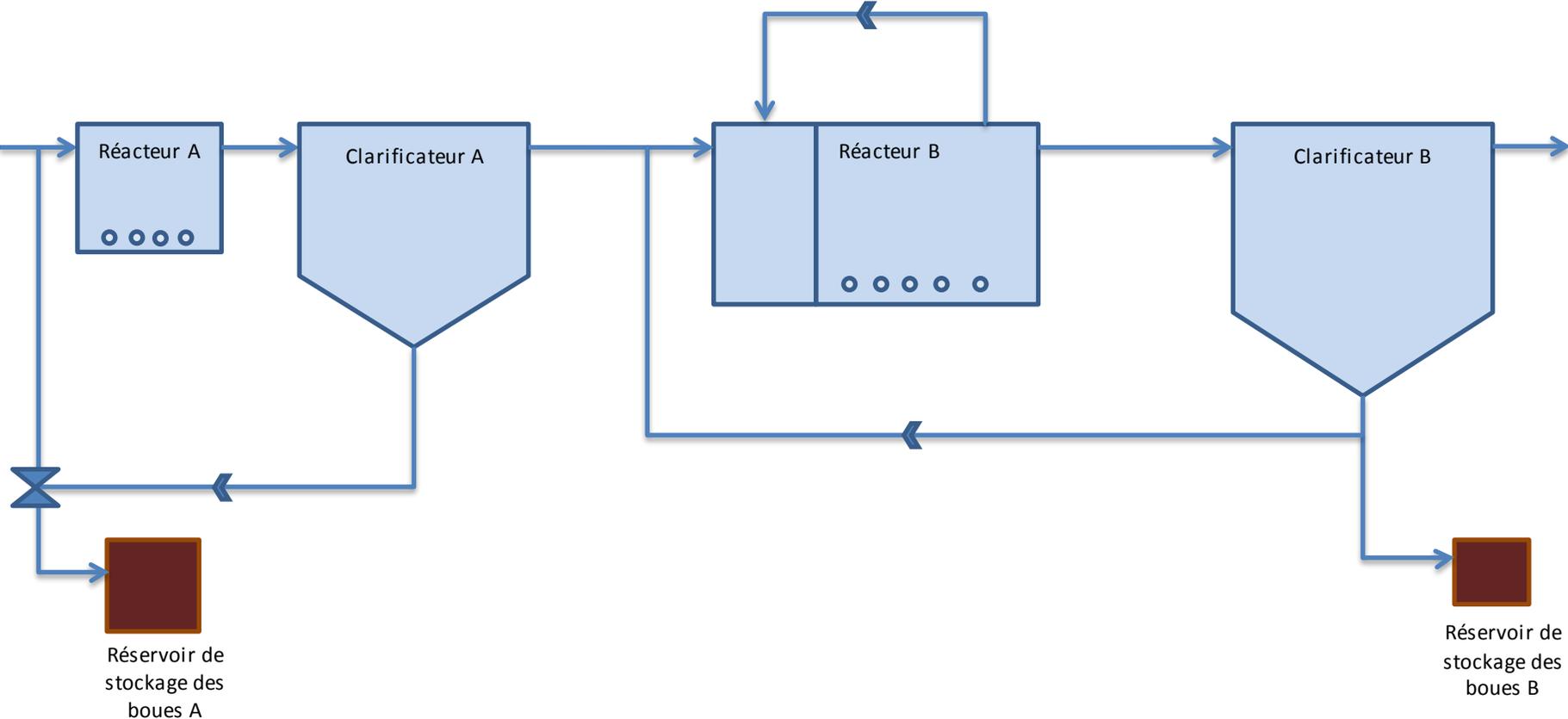


Figure 3 : Schéma de principe du procédé A/B

Etape A

Cette étape cherche à capter un maximum de carbone avant qu'il ne soit minéralisé en dioxyde de carbone. Pour ce faire, un temps de contact de seulement trente minutes à une heure, une aération très faible (pour uniquement empêcher l'installation de conditions anaérobies) et ainsi un taux d'oxygénation quasi nul permettent d'abattre davantage de DCO. Contrairement à une décantation primaire classique où seule la fraction particulaire de la DCO est décantée pour un abattement de la DCO_{totale} d'environ 40%, cette étape de biosorption permet de capter jusqu'à 40% à 55% de la fraction colloïdale et ainsi 50-65% de la DCO_{totale} (Wett, 2007). La DCO ainsi captée et décantée au sein du clarificateur A est envoyée directement en digestion.

Etape B

L'étape B permet le traitement de l'azote par soit :

- nitrification/dénitrification classique avec possibilité d'avoir une dénitrification incomplète par manque de carbone
- shunt des nitrates (nitritation et dénitrification)
- déammonification (nitritation et réaction Anammox)

Nous détaillons dans le paragraphe suivant en quoi ces procédés alternatifs sont particulièrement séduisant lorsqu'ils sont utilisés dans l'optique d'une optimisation énergétique de la station.

Ce type de filière a été installé en France dans le début des années 1980 à Toulouse notamment. L'étape A pouvait atteindre des abattements proches de 70% sur la DCO. Ainsi, l'effluent d'entrée en étape B présentait un ratio C/N trop faible pour rendre la dénitrification possible sans ajout externe de carbone, sous forme de méthanol par exemple. Ces stations ne pouvaient donc pas satisfaire aux nouvelles normes de rejet sur l'azote global (NGL) du début des années 1990. Il a été ainsi décidé de les démanteler et de reconstruire des boues activées classiques.

Ainsi, le problème de ce procédé A/B réside dans le fait qu'en captant trop de carbone en étape A, il finit par en manquer en étape B pour la dénitrification classique, raison pour laquelle cette filière a été majoritairement abandonnée. Hors, depuis une quinzaine d'années, de nouvelles voies d'assimilation de l'azote se sont développées (Guest, 2009) : le shunt des nitrates et la déammonification. Ces nouvelles voies sont détaillées ci-dessous

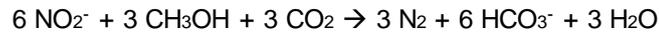
Le shunt des nitrates

La nitrification partielle ou nitritation permet, dans certaines conditions, de convertir tout l'ammoniaque en nitrites, en évitant la formation de nitrates : c'est le **shunt des nitrates**. Ce sont alors les nitrites qui sont dénitrifiés. Il est donc question de nitritation/dénitrification et non nitrification/dénitrification. Les réactions sont les suivantes.

- Nitritation (ou nitrification partielle) :



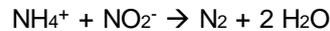
- Dénitritation ou shunt des nitrates:



D'après les équations de réaction, le shunt des nitrates utilise 25% moins d'oxygène et 40% moins de carbone que la nitrification/dénitrification.

La déammonification

Les bactéries autotrophes dites ANaerobic AMMonium OXidation soit Anammox ont été identifiées en 1999 et ont surpris la communauté scientifique. Elles sont impliquées dans la formation de 50 % de l'azote produit dans les océans (Strous, 1999). Les bactéries Anammox sont capables d'utiliser l'azote ammoniacal comme donneur d'électrons en conditions anaérobies pour réduire les nitrites en azote gazeux selon la réaction suivante :



Ainsi l'association de la nitrification pour nitrifier la moitié de l'azote ammoniacal et de la réaction Anammox pour utiliser l'autre moitié de cet azote pour réduire les nitrites ainsi formés permet de transformer l'intégralité de l'ammoniaque en azote gazeux. Ce procédé est appelé la **déammonification** dans la littérature (Cf. Jetten, 2005 ; Joss 2009 ; Kartal, 2010).

Au vu de la stœchiométrie de la réaction, la déammonification permet de consommer 63% moins d'oxygène que la nitrification/dénitrification classique. Cela permettrait donc une économie d'énergie substantielle. Mais en plus de cela, elle ne consomme pas de carbone et permet donc d'envisager une meilleure valorisation énergétique.

La Figure 4 illustre ces différentes voies possibles d'assimilation de l'azote avec leurs besoins en oxygène (O₂) et carbone (DBO) et vient en appui des équations de réaction détaillées ci-dessus afin d'en faciliter la compréhension.

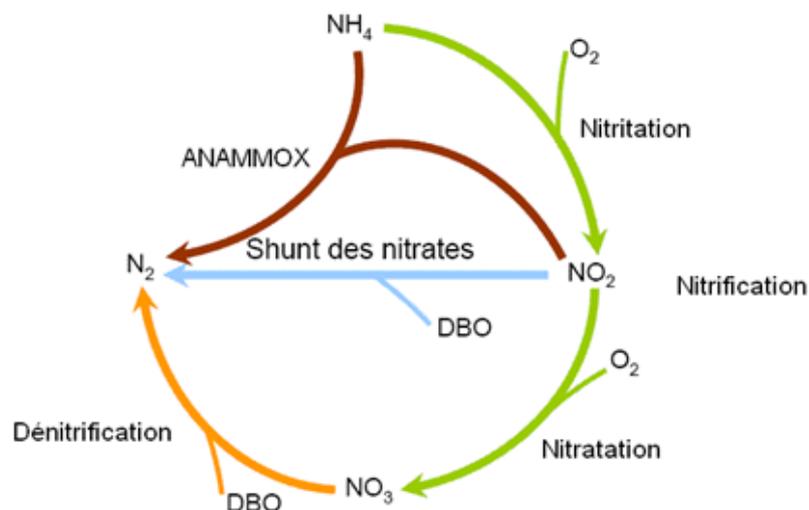


Figure 4: Les différentes voies d'assimilation de l'azote.

Le Tableau 2 résume les réductions en matière de demande en oxygène, en carbone et en production de boues liées à ces deux procédés en comparaison avec une nitrification/dénitrification classique.

Tableau 2: Réductions des besoins en oxygène et en carbone liées aux procédés Shunt des nitrates et déammonification en rapport aux filières boues activées dites classiques, (Stinson et al. 2013)

| Réductions attendues par rapport aux stations classiques | Shunt des nitrates | Déammonification |
|--|--------------------|------------------|
| Demande en oxygène | 25% | 63% |
| Besoin en Carbone | 40% | 100% |
| Production de boues | 30% | 80% |

Le shunt des nitrates et la déammonification sont des procédés délicats à mettre en œuvre car ils se basent sur la sélection de consortium bactérien. Ces populations bactériennes, dans les conditions classiques de traitement des eaux usées, ne sont pas majoritaires.

Pour mettre en place le shunt des nitrates et donc éviter la nitrification, il faut favoriser le développement des bactéries nitritantes et lessiver si possible les nitrifiantes. Pour ce faire les conditions favorables sont (Rosenwinkel, 2005 ; Anthonisen, 1976):

- pH élevé : 7,5-8,5
- Température supérieure à 27°C
- Concentration en oxygène dissous faible : ~1 mgO₂/L
- Concentration en ammoniac élevée : ~1g/L
- Temps de séjour des boues faible pour lessiver les bactéries nitrifiantes

Les conditions suivantes sont les plus favorables au développement des bactéries Anammox au taux de croissance très faible (0,07 j⁻¹, Strous, 1998 – Jetten, 2005) :

- Conditions anaérobie
- NH₄⁺/NO₂⁻ ~1,3
- Milieu peu chargé en carbone biodégradable

Pour ces deux procédés, les effluents les plus adéquats sont ainsi des effluents chargés en ammoniac type retour en tête de station, lixiviat de décharge ou encore l'urine. C'est pourquoi, les premiers développements industriels se sont faits sur les retours en tête de station. Depuis quelques années, des essais industriels se font sur la filière eau, un effluent donc dilué, en utilisant des processus de sélection des bactéries basés souvent basés sur leur taille. Seule la station de Strass en Autriche a réussi, à ce jour, à développer la déammonification sur la ligne eau. Ce développement est très récent et doit encore prouver ses pérennité et robustesse.

Nous comprenons donc que ces deux nouvelles voies d'assimilation de l'azote nécessitent moins ou pas de carbone, ce carbone qui manquait pour les stations en filières A/B des années 1980 pour traiter l'azote. C'est ainsi qu'au milieu des années 2000, la filière A/B est revisitée avec en étape B soit le shunt des nitrates soit idéalement la déammonification (Wett, 2013).

Origine et objectifs du projet

Comme nous venons de le voir, l'utilisation du procédé A/B en conjonction avec une technique alternative pour le traitement de l'azote (shunt des nitrates ou déammonification) constituerait une solution optimale à la question énergétique.

Etant données les conditions favorables à l'obtention du shunt des nitrates ou de la déammonification décrites ci-dessus, travailler avec un effluent dilué de la filière eau est donc plus aisé sur des eaux chaudes. La température des eaux usées à Singapour situé en zone équatoriale est constante au cours de l'année, autour de 28°C. Ces eaux sont donc considérées comme des eaux chaudes.

A la suite d'une réponse à un appel à projet en partenariat avec des instituts de recherche locaux, le projet Energy⁺ : *A novel integrated concept for retrofitting and optimizing existing wastewater treatment plants into energy self-sufficiency* est lancé début 2011 sur la station d'épuration de Kranji Water Reclamation Plant, dans le Nord de Singapour. Ce projet a pour objectif de montrer à l'échelle d'un pilote de 50 m³/j, la faisabilité de tendre vers la station d'épuration à énergie positive avec comme but fixé, un bilan énergétique de la station inférieur à 0,1 kWh/m³ d'eau traitée.

Le pilote construit suit ainsi une filière A/B. La déammonification en étape B ne figure pas dans ce programme de recherche. Seuls les nitrification/dénitrification et shunt des nitrates ont été testés et obtenus sur le ce pilote A/B.

Dans le cadre de ce projet, Suez Environnement s'intéresse à la méthanisation des boues et est en charge de la partie 'Optimisation de la production de biogaz par digestion anaérobie'. Celle-ci comprend :

- une étude à l'échelle pilote de l'intérêt de digérer les boues mixtes de la station de Kranji en conditions mésophiles par rapport à une digestion à température ambiante (30°C)
- l'étude de la digestion anaérobie des boues issues du pilote A/B

La partie suivante reprend les éléments principaux relatifs à la digestion des boues. En effet, les boues issues du procédé A/B ne sont pas connues, ni en termes de caractérisation ni en termes de comportement lors de la digestion. De plus, la question de la température optimale de digestion se pose dans le cadre de ce projet, dans la mesure où la température des boues est naturellement élevée en raison du climat : il est donc tentant d'explorer les capacités de digestion des boues à des températures proches de celles rencontrées (28-30°C).

1.2 Digestion anaérobie des boues

La digestion des boues facilite leur gestion quelle que soit leur traitement final. En effet, la méthanisation conduit en premier lieu à la réduction de 30 à 50% des volumes de boues produits dans la station d'épuration (Couturier 2001). L'autre atout majeur réside dans la production d'énergie sous forme de biogaz, qui peut être aisément valorisé sous forme de chaleur et d'énergie électrique. Une partie de cette chaleur peut d'ailleurs être utilisée sur site, pour le maintien en température des digesteurs ou encore le chauffage des bâtiments.

Après un rapide rappel des fondamentaux de la digestion anaérobie, nous proposons un focus sur la digestion des boues et sur l'effet de la température.

1.2.1 Principe de la digestion des boues de STEP

Le processus de méthanisation a lieu sous l'action de plusieurs groupes de microorganismes. La transformation de la matière organique en méthane est généralement fractionnée en quatre phases successives : hydrolyse, acidogenèse, acétogenèse et méthanogenèse. Ces étapes sont illustrées par la Figure 5 (Buffière, 2009). L'hydrolyse et l'acidogenèse concernent la dépolymérisation des molécules complexes (comme les protéines, les graisses, les hydrates de carbone) par une action enzymatique suivie de leur fermentation rapide en acides aminés, acides gras et acides organiques. L'acétogenèse concerne la conversion de ces différents acides en acide acétique, qui est l'un des précurseurs du méthane dans la chaîne trophique. La méthanogenèse conduit à la formation de méthane soit à partir de l'acétate (voie acétotrophe) soit à partir de l'hydrogène (voie hydrogénotrophe). Dans le cas de la digestion des boues, les principales étapes limitantes sont l'hydrolyse et ensuite la méthanogenèse (Mahmoud 2004).

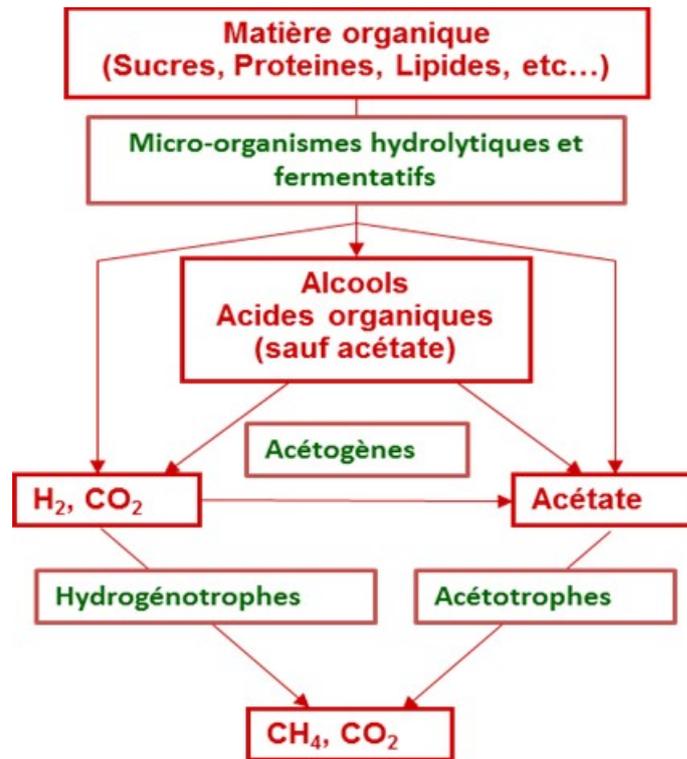


Figure 5 : Principales étapes de la digestion anaérobie.

1.2.2 Paramètres influençant la digestion

Comme tout processus biochimique, la méthanisation dépend des conditions environnementales de mise en œuvre du procédé. S'agissant des boues de station d'épuration, dont la digestion est assurée par des systèmes continus et infiniment mélangés, les principaux paramètres à régler sont :

- La température du procédé ;
- La charge appliquée (souvent exprimée en flux de matières volatiles par rapport à un volume de réacteur) ;
- Le temps de séjour hydraulique (TSH), qui correspond au temps de séjour moyen des boues dans le réacteur et qui est exprimé comme le rapport entre le volume utile et le débit.

Ces deux derniers paramètres sont cependant liés. En effet, pour un même type de boues, l'augmentation de la charge (et donc du débit) se traduira par une diminution du temps de séjour. Mais si nous raisonnons en termes de dimensionnement, nous pouvons trouver des critères de « charge nominale » ou de « temps de séjour minimal » pouvant être prépondérants en fonction en particulier de la nature et de la concentration des boues.

1.2.2.1 Influence de la température

La température dans le réacteur est un paramètre très important car, pour chaque gamme de température, des microorganismes différents seront présents dans le milieu. Il existe deux gammes de températures utilisées dans l'industrie : la gamme mésophile (35-40°C) et la gamme thermophile (55-60°C). Il est également relevé que ces deux zones de fonctionnement seraient des optima de fonctionnement pour la méthanisation (Van Lier, 1993). Le fonctionnement en mode thermophile serait de l'ordre de deux fois plus rapide par rapport au mode mésophile (Kim, 2002). Cette hypothèse des optima de fonctionnement implique une diminution, puis une ré-augmentation de l'activité biologique entre 35° et 55°. Elle n'est toutefois pas forcément évidente à justifier. D'une part, la loi d'Arrhénius précise que tout processus de transformation est accéléré par la température. D'autre part, les données de Pfeffer, 1974 entre 35°C et 60°C montrent une augmentation continue des vitesses de dégradation.

S'il est clair que chaque micro-organisme possède un système enzymatique ayant une température optimale de fonctionnement, il faut également noter que la digestion anaérobie est réalisée par un consortium microbien très varié en termes d'espèces présentes. Il est donc très possible de trouver un certain nombre d'espèces capables de croître préférentiellement à des températures intermédiaires. L'analyse de la diversité microbienne dans plusieurs réacteurs à 35°C, 49°C et 53°C et 57°C met en effet en évidence la prédominance de plusieurs groupes distincts de microorganismes en fonction de la température (Wilson, 2008). Les vitesses d'hydrolyse de boues primaires entre 15 et 35°C ont également été mesurées et semblent suivre la loi d'Arrhénius (Mahmoud, 2004), avec des constantes de vitesses augmentant d'un facteur 2 tous les 10°C.

Zinder, 1983 explique qu'au-delà de 60°C, ce sont les bactéries méthanogènes qui ne parviennent plus à se développer correctement, le réacteur s'acidifie et la production de biogaz chute. En revanche, il conclut qu'un accident de température sur quelques jours n'implique pas forcément une perte de la population bactérienne. Lin, 1987, propose des travaux sur la conversion d'un digesteur mésophile en thermophile. L'acclimatation dure cinq temps de séjour (passage de 16 jours à 10 jours). Cette étude propose également d'étudier la digestion avec le modèle de Monod pour ainsi prendre en compte le paramètre température. Bien que très intéressant, nous ne choisirons pas de développer cette idée dans nos travaux.

Il existe davantage de références sur ce paramètre pour la méthanisation des déchets organiques que pour la digestion des boues de station d'épuration. Bouallagui, 2003 étudie la digestion des déchets de cuisine. Il montre que la production de méthane en digestion thermophile est de 40% supérieure à la digestion mésophile pour les mêmes charges et temps de séjour, ce qui rejoint notre propos ci-dessus sur l'augmentation de la vitesse d'hydrolyse avec la température. En effet, l'hydrolyse est généralement l'étape limitante de la digestion (Cf. 1.2.1). El Mashad, 2004 explique dans ces travaux sur la digestion thermophile de fumier de vaches que pour des accidents de température, les bactéries méthanogènes sont plus affectées par des hausses de température que par des diminutions. Par ailleurs, il indique que la production de biogaz chute à partir de 60°C. Ahring, 2001 et Kim 2002 font des constats similaires.

Le paramètre température pour la méthanisation des boues demeure cependant peu étudié dans la bibliographie, à l'exception de comparatifs effectués entre digestion mésophile et digestion thermophile.

1.2.2.2 Charge appliquée et temps de séjour

La question du dimensionnement des digesteurs de boues nécessite de régler d'une part la charge et le temps de séjour. La digestion des boues peut être limitée par deux étapes lors du processus de digestion (Cf. Miron, 2000) :

- La vitesse d'hydrolyse des polymères ;
- La vitesse de l'étape de méthanogénèse.

Il n'existe pas de comparatifs réels de ces vitesses en fonction de la température dans la bibliographie. Ainsi, il n'est pas aisé de savoir quelle sera l'étape limitante. C'est pour cela que la plupart des constructeurs de digesteurs de boues mixtes se basent sur les éléments de dimensionnement suivant :

- Une charge appliquée de 1.5 kgMV/m³/j et un temps de séjour d'au moins 25 jours pour un digesteur fonctionnement en mode mésophile ;
- Une charge appliquée de 2.5 kgMV/m³/j et un temps de séjour d'au moins 20 jours pour un digesteur fonctionnant en mode thermophile.

Abaisser le temps de séjour par rapport à ces bonnes pratiques des constructeurs permet d'avoir soit des ouvrages plus petits et donc d'économiser le coût lié au génie civil, soit d'augmenter la capacité de traitement. Généralement, les digesteurs de station sont en sous-capacité afin de pallier à la future demande de traitement et fonctionnement donc avec des temps de séjour comme indiqué ci-dessus.

1.2.3 Nature et digestibilité des différentes boues de la STEP

La station d'épuration peut produire différents types de boues.

- Les boues primaires : elles sont issues de la décantation directe de l'effluent brut (généralement après une étape de dégraissage / dessablage).
- Les boues secondaires (ou boues biologiques) qui sont issue de l'étape de clarification située après le bassin biologique.
- Les boues mixtes, qui sont un mélange des boues primaires et biologiques.

Au-delà de ces catégories de boues, des différences peuvent apparaître en termes de nature et d'aptitude à la digestion. Les boues primaires sont généralement plus faciles à dégrader, et la digestion permet d'atteindre des abattements en matières volatiles supérieurs à 50%. *A contrario*, les boues secondaires sont moins faciles à dégrader : abattement de l'ordre de 30% en matières volatiles (Couturier, 2001).

Ces propriétés sont à relier aux opérations unitaires mises en jeu : lors de l'aération, une partie du carbone facilement biodégradable est minéralisée et l'autre est convertie en matériau cellulaire en raison

de la croissance microbienne, rendant ainsi moins aisée leur aptitude à la digestion. La digestibilité des boues biologiques diminue en fonction du temps de séjour dans le bassin biologique : les boues de forte charge seront ainsi les plus faciles à digérer, tandis que les boues d'aération prolongée seront les moins biodégradables.

A ce jour, il n'existe pas d'étude de caractérisation de la digestibilité des boues issues du procédé A/B. Il est toutefois possible d'imaginer un comportement intermédiaire entre celui des boues primaires et celui des boues biologiques, dans la mesure où le temps de contact dans le procédé A est très court (peu de minéralisation du carbone) et que celui du procédé B s'apparente à celui d'une boue à moyenne charge.

1.3 Conclusion

A l'issue de cet aperçu bibliographique, il apparaît que les études portant sur les boues issues du procédé A/B sont relativement restreintes. C'est la raison pour laquelle notre travail devra s'attacher à mieux les connaître afin d'être capables d'intégrer la méthanisation de ces boues dans une filière de traitement d'eau plus sobre d'un point-de-vue énergétique.

Nous travaillerons dans un premier temps sur la caractérisation de ces boues. Cette caractérisation sera faite de manière comparative avec des boues primaires, secondaires et mixtes issues de la même station d'épuration.

A l'issue de cette phase de caractérisation, nous étudierons de manière plus approfondie la digestion de ces boues lors d'un fonctionnement en continu, afin d'appréhender en particulier leur comportement dynamique, les aspects cinétiques et les performances globales d'élimination. Ici encore, les boues issues du procédé A/B seront comparées avec des boues primaires et des boues mixtes.

La température étant également une question importante dans le cadre de la mise en œuvre de ces technologies de traitement dans le contexte de Singapour, un focus a également été réalisé sur ce paramètre. Dans un premier temps, une étude sur les boues primaires a été réalisée afin de mieux appréhender les boues A que nous soupçonnons d'être relativement similaires aux boues primaires. Dans un second temps, nous avons également cherché à déterminer les performances limites de la digestion des boues A en fonction de la température. Ces données nous ont permis de dégager des tendances sur le comportement des boues A en digestion.

Le dernier chapitre de ce travail est consacré à une étude technique et énergétique comparative entre différents scénarii de traitement afin d'évaluer le gain énergétique potentiel d'une filière intégrant le procédé A/B et la digestion des boues par rapport à d'autres scénarii plus conventionnels ou, à l'inverse, plus innovants.

2. Matériels et méthodes

Comme nous l'avons vu en conclusion du chapitre précédent, la partie expérimentale de ce travail sera consacrée à la caractérisation de la digestion anaérobie des boues issues du procédé A/B en comparaison avec d'autres types de boues plus connus. Dans ce chapitre, nous reprenons les éléments matériels qui nous ont permis de réaliser ce travail. Le Tableau 3 propose un récapitulatif des différents essais expérimentaux menés en France et à Singapour. Nous revenons préalablement sur un descriptif de l'environnement de travail, et en particulier sur une présentation de la station d'épuration de Kranji à Singapour.

Tableau 3: Récapitulatif des essais expérimentaux.

| Descriptif des essais | Echelle | Provenance des boues |
|--|----------------------------|--|
| Digestion boues A, Primaires et Mixtes à 37°C | Pilote de 5 L | Boues A : Pilote procédé A/B, Kranji WRP, Singapour Boues Primaires et Mixtes : Kranji WRP, Singapour |
| Digestion boues A à 30°C, 37°C, 55°C | Pilote de 5 L | Boues A : Pilote procédé A/B, Kranji WRP, Singapour |
| Digestion boues Mixtes à 30°C et 37°C | Pilote de 3 m ³ | Boues Mixtes : Kranji WRP, Singapour |
| Digestion boues Primaires à 28°C, 37°C, 42°C, 49°C et 55°C | Pilote de 5 L | Boues Primaires : STEP de la Feysse, Villeurbanne, France |

2.1 La station d'épuration de Kranji

2.1.1 Présentation de la station de Kranji

La cité-état de Singapour fonctionne en réseau séparatif et possède trois stations de traitement des eaux résiduaires urbaines : Changi WRP (Water Reclamation Plant), qui traite 800 000 m³/j d'eaux usées, mise en route en 2010, Ulu Pandan WRP (361 000 m³/j ; mise en route en 1961) et Kranji WRP (210 000 m³/j, mise en route en 1981). C'est au sein de cette dernière que les essais à Singapour ont été menés.

La Figure 6 propose une carte de Singapour avec la localisation de ces stations d'épuration et la répartition du flux d'eaux usées de l'île. Jurong WRP est une station traitant essentiellement des eaux industrielles.



Figure 6: Carte de Singapour avec ses stations d'épuration et répartition des eaux usées (domestiques et industrielles ; pub.gov.sg)

Kranji WRP est située au Nord de Singapour, à côté de la frontière avec la Malaisie et traite 12% des eaux usées totales (domestiques et industrielles) de Singapour. Elle présente une filière de traitement dite 'classique' ou 'conventionnelle' avec prétraitement (dégrillage, dessablage), décantation primaire, traitement biologique par boues activées, décantation secondaire puis rejet dans le canal Sungei Mandai ou alimentation de l'usine de production de NEWater® (Réutilisation et potabilisation de l'eau par Micro-filtration/Ultra-filtration, Osmose Inverse, traitement Ultra-Violet et chloration). Comme toutes les stations de Singapour, Kranji WRP est entièrement couverte avec un traitement des odeurs (lavage chimique et adsorption sur charbon actif).

Cette station a été construite en 1981 et a connu trois phases d'extension. La phase III, la plus récente (2009) propose un traitement dit compact appelé le Main Treatment Module. Les boues utilisées pour les essais sur Kranji dans ce travail de thèse sont extraites de cette phase III qui depuis 2011 récupère toutes les phases de la STEP. En effet, suite à l'explosion du silo de stockage des boues déshydratées en Février 2012, des mesures importantes en termes de sécurité ont été prises et les quatre digesteurs cylindriques des phases I et II ont été mis hors service en raison d'importantes fuites de biogaz de la structure de béton. Ainsi toutes les boues digérées de la station le sont au sein des digesteurs ovoïdes de la phase III, c'est la raison pour laquelle, seules les boues de la phase III sont étudiées.

La Figure 7 présente le schéma de principe de la STEP de Kranji.

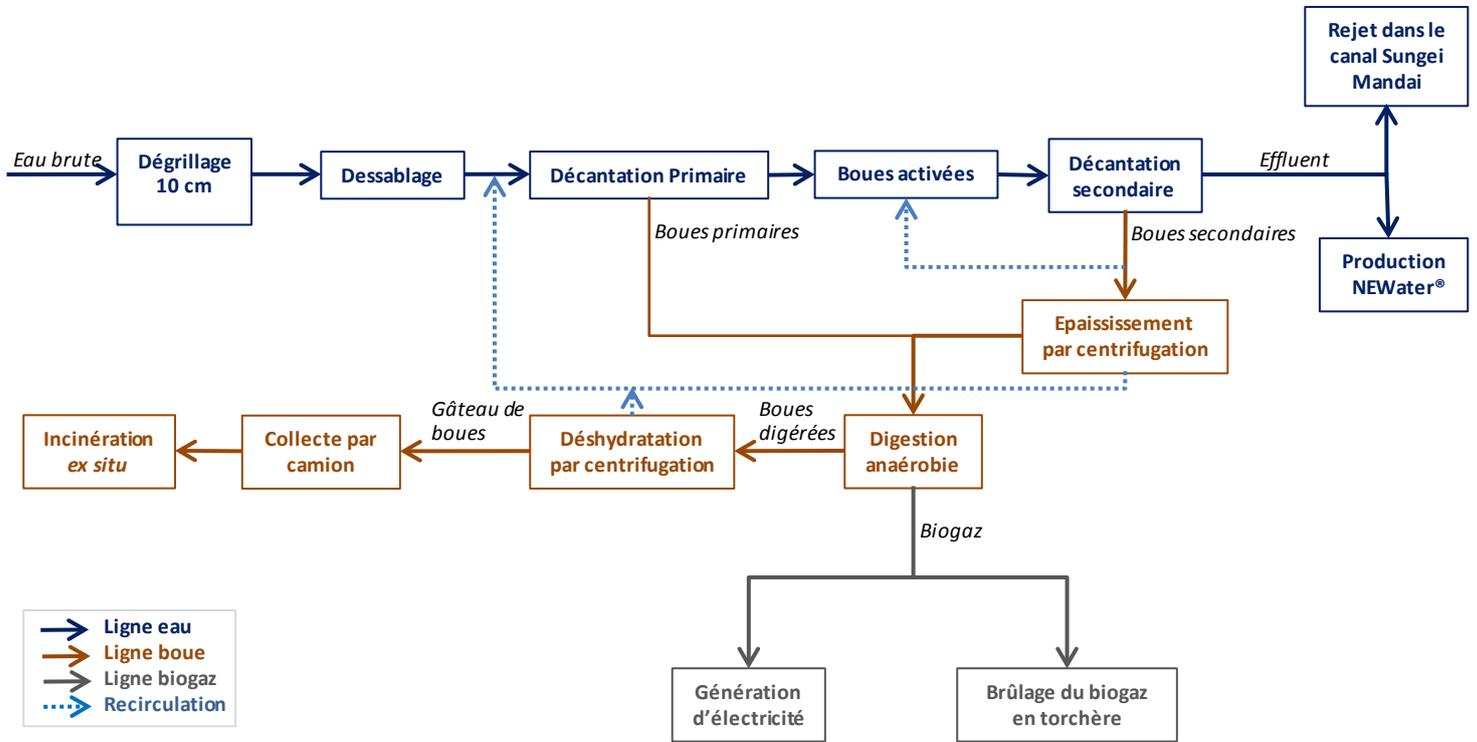


Figure 7: Schéma de principe de la STEP de Kranji

2.1.2 Filière boues de la STEP de Kranji

La Figure 8 présente le diagramme de la filière boues de la STEP de Kranji.

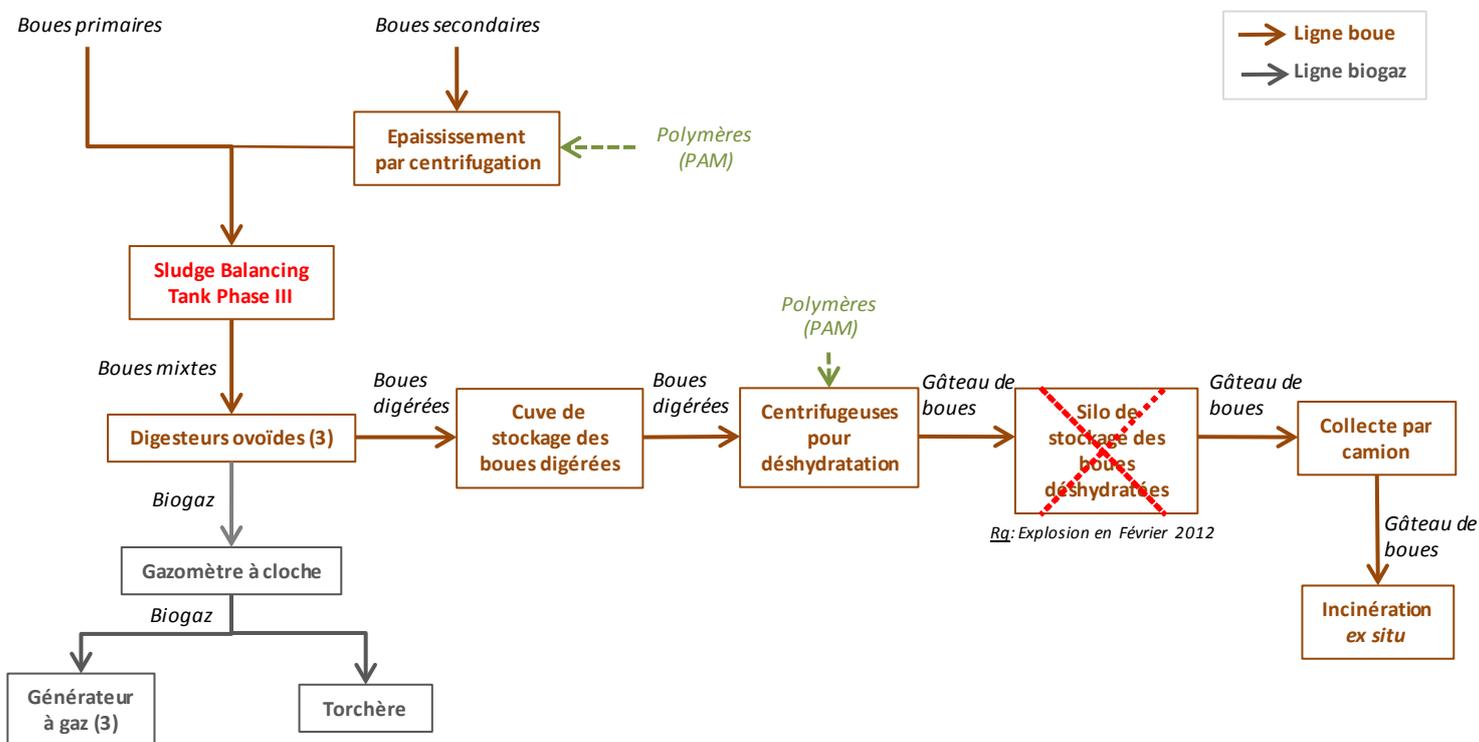


Figure 8: Diagramme de la ligne boues de Kranji WRP

Les boues issues de la décantation primaire ne sont pas épaissies, elles ont généralement une concentration en matières sèches de 18-22 g/L selon le temps de séjour hydraulique dans le clarificateur primaire (décanteur statique circulaire, non pleinement maîtrisé). Les boues secondaires (décanteur statique circulaire) sont quant à elles, épaissies par centrifugation avec ajout de polymère (PAM : Polyacrylamide) mais dont le dosage n'est pas tout à fait maîtrisé d'où une forte gamme de concentration en sortie de centrifugation (40 – 90 gMS/L observées sur douze prélèvements en deux ans). Les boues primaires et secondaires sont alors mélangées dans le réservoir de stockage des boues à digérer (Sludge Balancing Tank Phase III) qui sert d'alimentation pour la digestion. Cette dernière se fait à l'aide de trois digesteurs ovoïdes de volume utile de 7 760 m³ chacun. Leur brassage est mécanique. Le temps de séjour, la concentration des boues en entrée et donc la charge appliquée ne sont pas constantes dans le temps. Le temps de séjour de dimensionnement est de 37 jours. La station étant en surcharge générale de 15% à 20%, sur deux ans d'observation, le temps de séjour avoisine généralement 23 jours. La température des digesteurs est d'environ 28-30°C. Les boues, une fois digérées, sont stockées pour être ensuite déshydratées par centrifugation (avec dosage de polymères PAM) à 220 gMS/L puis collectées par camion pour être incinérées avec les ordures ménagères au Sud-Est de l'île.

Les boues de Kranji étudiés au cours de ce travail de thèse sont principalement les boues primaires et les boues mixtes. Une caractérisation des boues secondaires a néanmoins été effectuée.

Les boues primaires et les boues mixtes sont utilisées pour les essais de méthanisation en pilote de 5L dans le laboratoire/container à Kranji, en plus de cela, les boues mixtes alimentent le pilote de digestion (pilote industriel).

2.2 Pilote A/B

Au cours de cette étude, les boues dites A, B et A/B proviennent du pilote du procédé A/B, appelé pilote A/B par la suite, installé également sur la station de Kranji. Ce pilote possède une capacité de traitement de 50 m³/j mais le débit journalier effectivement utilisé est de 48 m³/j, par simple commodité de travailler à 2 m³/h. Les plans de ce pilote sont le résultat de la collaboration entre *DHI Water & Environment(s)* (DHI par la suite) et Suez Environnement pour le projet Energy+. La construction et l'opération ont été toutes deux assurées par DHI. La Figure 10 présente le schéma de fonctionnement du pilote A/B.

Le pilote A/B est composé de deux étages : A et B, chacun comportant un réacteur équipé d'aérateurs, d'un clarificateur et d'une recirculation de boues interne à l'étage.



Figure 9: Photographie du pilote A/B

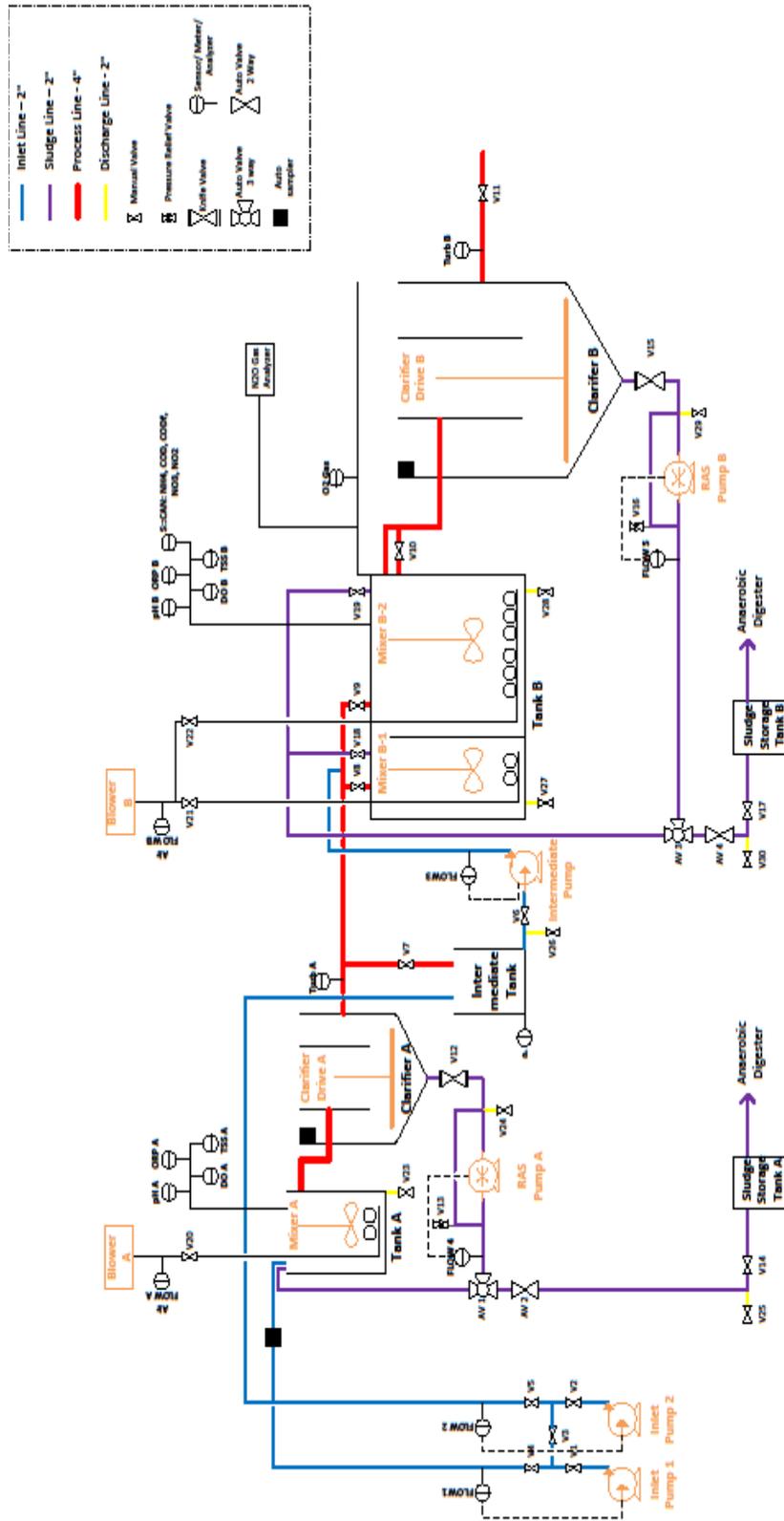


Figure 10: Diagramme du pilote A/B

2.2.1 Etape A

L'étape A est composée d'un réacteur aéré et d'un décanteur.

Le temps de séjour hydraulique (ou temps de contact) du réacteur A est de trente minutes pour un débit d'entrée de 48 m³/j. La concentration de la liqueur mixte du réacteur est fixée à 1,5 gMES/L. Pour atteindre cet objectif, une sonde MES est plongée dans le réacteur et envoie en temps réel la donnée de concentration de la liqueur mixte. Lorsque celle-ci devient supérieure au seuil fixé, la pompe de vidange du clarificateur A se met en marche pendant une certaine durée calculée par le programme de contrôle du pilote (fonction du volume du réacteur, débit d'entrée du pilote, taux de recirculation) pour diminuer la concentration dans le réacteur. La recirculation interne de l'étape A *i.e.* du clarificateur au réacteur est donc arrêtée pendant cette vidange (la pompe de vidange sert également pour la recirculation). Une fois la concentration seuil à nouveau atteinte, la recirculation interne reprend à la place de la vidange. En revanche, lorsque la concentration de la liqueur mixte est inférieure à 1,5 gMES/L, aucune modification n'est apportée à la recirculation (taux de recyclage de 0,2 Q_{in}).

Nous comprenons donc que la fréquence de vidange et le « taux de vidange » dépendent fortement de la concentration en MES de l'effluent d'entrée. Ce « taux de vidange » est donc variable d'un jour à l'autre, c'est pourquoi l'âge de boues est lui aussi variable. Lors du dimensionnement du pilote, il avait été fixé à 12h.

L'aération se fait à l'aide d'un surpresseur et des aérateurs de type fines bulles (disques à membranes céramiques). Le débit d'air est ajusté pour avoir une concentration en oxygène dissous à 0,5 mg/L.

Le décanteur A présente un temps de séjour hydraulique de 1,75 h et une charge surfacique de 1 m/h.

Les paramètres d'opération de l'étape A sont résumés dans le Tableau 4.

Tableau 4: Conditions opératoires de l'étape A du pilote A/B.

| | | |
|-------------|--|---------------------|
| Réacteur A | TSH | 0,5 h |
| | Taux de recirculation des boues du décanteur A au réacteur A | 0,2 Q _{in} |
| | MES | 1,5 g/L |
| | Oxygène dissous | 0,5 mg/L |
| Décanteur A | TSH | 1,75 h |
| | Charge surfacique | 1 m/h |
| | Vidange | Variable |

Les boues dites A sont échantillonnées par le point de piquage au bas du clarificateur A ou quand ce dernier est bouché, à celui de la recirculation des boues A.

2.2.2 Etape B

L'étape B est composée du réacteur B ayant une séparation interne permettant de travailler avec deux réacteurs : B1 et B2, et du décanteur B.

Les réacteurs B1 et B2 sont tous deux équipés d'aérateurs de type fines bulles (disques à membranes céramiques) reliés à un surpresseur. La séparation en deux réacteurs permet d'avoir un réacteur en condition anoxique, l'autre en condition aérobie pour permettre le traitement de l'azote par nitrification-dénitrification. Le transfert de B1 à B2 se fait par surverse.

Les paramètres d'opération de l'étape B sont présentés dans le Tableau 5.

Tableau 5: Conditions opératoires de l'étape B en Nitrification/Dénitrification du pilote A/B.

| | | |
|-------------------------------|--|---|
| Réacteur B1 (Dénitrification) | TSH | 1.8 h |
| Réacteur B2 (Nitrification) | TSH | 3.9 h |
| | Taux de recirculation des boues du décanteur B à réacteur B1 | $0.4 \times Q_{in}$ |
| | Taux de recirculation de la liqueur mixte de B2 à B1 | $2.4 \times Q_{in}$ |
| | SRT | 10 – 15 jours |
| | Seuil fixé pour marche/arrêt aération | $\log \frac{N - NH_3}{N - NO_3} < -0.4$ |
| Décanteur B | TSH | 5.3 h |
| | Charge surfacique | 0.33 m/h |
| | Vidange | Variable |

Le réacteur B avec ses deux réacteurs B1 et B2 permet de tester différentes traitements de l'azote: Nitrification/Dénitrification, Nitrification/Dénitrification Simultanée *i.e.* dans le même réacteur, et Nitritation/Shunt des nitrates. Pour obtenir ce dernier, il a été prouvé au cours du projet Energy+ qu'il est possible de l'obtenir en diminuant le temps de séjour total des boues à 2-3 jours.

L'échantillonnage des boues B se fait au point de piquage dans la partie inférieure du décanteur B.

2.3 Installations de méthanisation des boues

Afin de mener à bien les expérimentations, nous avons été amenés à construire et installer les dispositifs suivants sur la station d'épuration de Kranji.

- Pilote de digestion anaérobie d'un volume de digesteur de $2 \times 3\text{m}^3$
- Container climatisé partitionné en un bureau et un laboratoire



Figure 11: Photographie de l'installation container + pilote.

2.3.1 Pilote de digestion. Etude sur les boues mixtes de la STEP de Kranji

Les annexes 1, 2, 3, présentent les documents suivants relatifs au pilote de digestion :

- Schéma de fonctionnement
- PID de la partie alimentation
- PID de la partie digesteur

Ce pilote de digestion comprend deux lignes parallèles parfaitement similaires. En amont de ces deux lignes se trouve un dégrilleur à lavage manuel de taille de tamis de 4 mm afin de protéger les tuyaux, les pompes mais aussi l'agitation des digesteurs, d'objets indésirables types rasoirs, brosses à dents, lingettes, serviettes hygiéniques, peaux de serpent et afin aussi de minimiser l'entrée de composés filamenteux dans le système.

Chaque ligne comprend une cuve d'alimentation en PEHD, un digesteur en acier inoxydable 316L et une cuve de stockage du digestat en PVC. Leurs détails sont précisés dans le Tableau 6.

Tableau 6: Listes des équipements du pilote de digestion

| | | |
|----------------------------------|---|---|
| Cuve d'alimentation | Volume utile | 1.136 m ³ |
| Equipements | Capteur de niveau ultra-son | Mesurer la hauteur de boues pour le calcul du volume de boues transférées par les pompes à chaque alimentation du digesteur |
| | Mixeur à deux étages de pales | Assurer un brassage homogène avec deux étages de pâles: un tripale (propeller <i>i.e.</i> hélice marine) et un impeller (plan incliné) |
| | Poire de niveau | Protection secondaire pour éviter que les pompes n'aspirent de l'air et introduisent de l'oxygène dans les digesteurs |
| | Sonde pH | Mesurer le pH des boues d'alimentation |
| Digesteur | Volume utile | 2.554 m ³ |
| Equipements | Pompe péristaltique | Alimenter les digesteurs. Fonctionnement sur timer |
| | Mixeur à deux étages de pâles | Assurer un brassage homogène du digestat au moyen de deux étages de pales tripales (propeller <i>i.e.</i> hélice marine) |
| | Sonde de conductivité | Mesurer la conductivité dans le digestat |
| | Sonde pH/Température | Mesurer le pH et la température du digestat |
| | Cordon chauffant | Contrôlé par la donnée de température, il permet le chauffage du digesteur de 30°C à 60°C |
| | Capteur différentiel de pression | Mesurer la hauteur de boues pour ensuite calculer le niveau de boues |
| | Capteur de pression dans le ciel gazeux | Mesurer la pression dans le ciel gazeux |
| | Sonde température ciel gazeux | Mesurer la température du biogaz dans le ciel gazeux |
| | Electrovanne | Contrôlée par la donnée de la pression dans le ciel gazeux, elle s'ouvre à P*=25 mbar et se ferme à P*=15 mbar. |
| | 2 Soupapes de sécurité | Une soupape s'ouvre à P*=35 mbar, l'autre à P*=50 mbar. Elles servent en cas de défaut d'ouverture de l'électrovanne. |
| | 2 Arrête-flammes | Un arrête flamme en ligne et un arrête-flamme au bout de la conduite de sortie de biogaz sont installées pour empêcher l'intrusion de flamme dans les conduites et donc dans le digesteur |
| | 4 points d'échantillonnage digestat | Prélever un échantillon de digestat homogène |
| 1 point d'échantillonnage biogaz | Prélever un échantillon de biogaz | |
| Cuve de stockage du digestat | Volume utile | 1 m ³ |

Tous ces équipements sont reliés à un système SCADA-*Programmable Logic Controller* accessible également à distance (PC, smartphone,...) qui permet leur contrôle ou rétro-contrôle. Par ailleurs, le poste de contrôle permet le calcul des niveaux de boues dans les cuves d'alimentation et dans les digesteurs ainsi que le tracé en temps réel de toutes ces données mesurées et calculées.

L'alimentation des digesteurs se fait à l'aide de pompes péristaltiques régies par un programmeur permettant ainsi d'atteindre le temps de séjour souhaité et une alimentation semi-continue la plus fréquente possible -résultant du meilleur compromis entre une alimentation fréquente mais dont la durée d'alimentation est dix fois supérieure a minima au temps de mise en route de la pompe pour atteindre son régime permanent ; soit en pratique une alimentation de dix minutes toutes les deux heures-.

Le comptage du biogaz se fait à travers l'ouverture et la fermeture de l'électrovanne. Chaque impulsion enclenche le calcul du volume de biogaz relâché pendant l'ouverture de l'électrovanne via la loi des gaz parfaits.

$$V_{pulse\ biogaz} = \frac{P_{différentiel} * V_m * V_{cielgazeux}}{R * T}$$

Équation 1: Calcul du volume de biogaz produit pendant une impulsion.

Avec :

- $P_{différentiel}$: $P_{ouverture} - P_{fermeture}$: 10×10^6 Pa
- V_m : Volume molaire en CNTP : $0,224$ m³/mol
- $V_{ciel\ gazeux}$: Volume du ciel gazeux. Calculé *via* la différence entre le volume total du digesteur et le volume de boues, lui-même calculé grâce à la donnée du niveau de boues, en m³
- R : Constante des gaz parfait, $8,314$ J/mol/K
- T : Température du ciel gazeux, en K, mesuré par la sonde température dans le ciel gazeux

Différentes alarmes et procédures d'arrêt sont mises en place, *i.e.* valeur de pH du digestat, niveau de boues des cuves d'alimentation, du digesteur, etc. La principale procédure d'arrêt étant celle régissant les pompes pour éviter toute intrusion d'oxygène dans les digesteurs.



Figure 12: Photographies du pilote de digestion en vue frontale et de l'interface du *Programmable Logic Controller*.

Mise en route

Le pilote a été inoculé avec du digestat provenant des digesteurs (30°C) de la STEP de Kranji et dégazé à l'azote. Il a été alimenté à demi-charge par des boues mixtes de la STEP pendant un temps de séjour (21 jours) pour ensuite passer en alimentation pleine charge avec ces mêmes boues.

2.3.2 Container et pilote de 5 L. Etude sur les boues A du pilote A/B, les boues mixtes et primaires de la STEP de Kranji

Le container installé à côté du pilote est partitionné en un bureau équipé de l'ordinateur de contrôle du pilote et de son armoire électrique et en un laboratoire proposant tout le matériel nécessaire pour former une plateforme de méthanisation.



Figure 13: Photographies du laboratoire container

Outre les équipements nécessaires pour les analyses de suivi de digestion, le laboratoire abrite trois réacteurs de digestion de 5 Litres et une étuve avec agitation pour effectuer des tests BMP (Biochemical Methane Potential, potentiel méthanogène).

i. Réacteurs de 5 Litres

Les trois réacteurs de volume utile de 5 Litres sont tous identiques. Une photographie de l'installation générale et un focus sur un réacteur peuvent être observés en Figure 14.

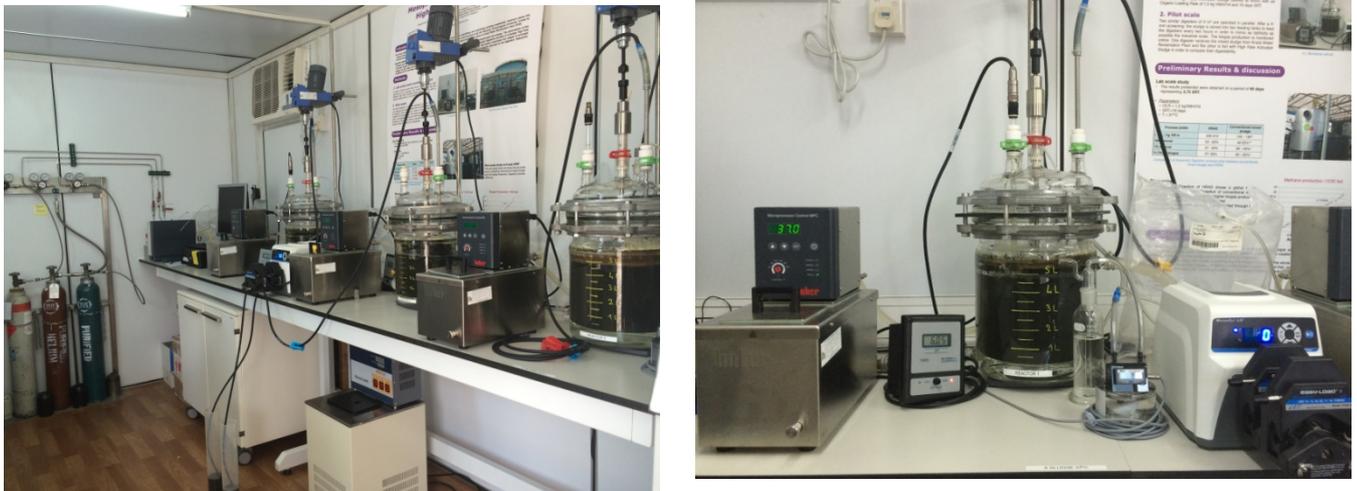


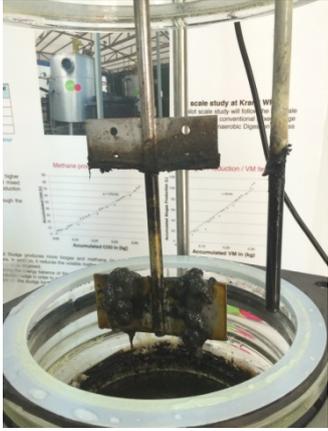
Figure 14: Installation des pilotes de 5 L au container de Kranji WRP. Vue d'ensemble. Focus sur un réacteur et ses équipements.

Chaque réacteur est en verre et composé d'un corps cylindrique à double-paroi permettant la circulation d'eau chauffée à l'aide d'un bain thermostaté allant de 30°C à 60°C, et d'un couvercle. Ces deux parties sont reliées par un système de serrage avec joint en silicone pour assurer une étanchéité au gaz.

Quatre ouvertures se situent sur le couvercle du réacteur. Elles contiennent :

- Une sonde pH/température reliée à un transmetteur permettant de lire ces données.
- Un tuyau en acier inoxydable 316L relié à un tube en Norprene® adapté à l'utilisation de pompe péristaltique.
- Un tuyau en silicone amenant au comptage et l'évacuation du biogaz vers une poche Tedlar® et à une garde hydraulique (15 mCE) utilisée lorsque la poche est pleine et empêchant de l'air de rentrer dans le digesteur.
- Un système d'agitation composé d'un moteur, d'une tourelle magnétique et d'un agitateur présentant deux étages de pâles plates trouées.

Tableau 7: Photographie de quelques périphériques des réacteurs de 5 L

| | | | |
|---|---|--|---|
|  |  |  |  |
| <p>Agitateur à deux étages de pâles</p> | <p>Compteur Miligas®</p> | <p>Poche Tedlar®</p> | <p>Eprouvettes pour alimentation/extraction</p> |

Le comptage du biogaz se fait à l'aide d'un compteur Miligas®. Le biogaz s'introduit sous le balancier dans la partie remplie d'huile de silicone du compteur. Le balancier se déplace à chaque accumulation de biogaz correspondant à un volume de 3,18 mL environ (valeur dépendant de chaque compteur et étalonnée par le fournisseur Ritter). Le compteur cumule alors les impulsions et permet la lecture du biogaz produit. Il est également connecté à un ordinateur qui permet le traçage du volume de biogaz produit en cumulé et en temps réel. La sortie du compteur est reliée à la poche Tedlar® et à la garde hydraulique en parallèle.

L'extraction/alimentation se fait à l'aide d'une pompe péristaltique généralement utilisée à 50 tr/min et d'une éprouvette graduée de 1 L.

Les boues d'alimentation utilisées lors des essais sur Singapour sont :

- Boues primaires non épaissies issues des décanteurs statiques circulaires de la STEP de Kranji
- Boues mixtes de la station de Kranji (Cf. Figure 7)
- Boues A provenant du clarificateur A du pilote AB (Cf.2.2.2 Etape B)

Mise en route

Les réacteurs sont inoculés avec du digestat mésophile (37°C) issu du pilote de digestion et dégazés à l'azote. Ils sont immédiatement agités. Leur première alimentation avec la boue adéquate, à demi-charge (0.75 kgMV/m³/j) se fait deux jours après l'inoculation. Pendant ce temps, les analyses liquides (Cf. 2.5.2 Analyses liquides) sont menés tous les jours afin de détecter le plus rapidement une possible acidification du réacteur et sinon, de pouvoir affirmer la stabilité du réacteur pour un futur passage à pleine charge (1.5 kgMV/m³/j). Ce dernier a lieu après un temps de séjour (16 jours).

ii. **Tests BMP**

Afin de pouvoir évaluer le potentiel méthanogène de différents substrats, l'équipement nécessaire pour réaliser ces tests BMP (Biochemical Methane Potential, potentiel méthanogène) a été installé dans le container.

Ces tests sont effectués en duplicat sur les boues A et B du pilote A/B ainsi que sur les boues primaires et secondaires de la station de Kranji. L'inoculum utilisé provient du pilote de digestion à 37°C ; il est mis à jeûner à 37°C sous agitation pendant deux jours avant utilisation. Les différents substrats sont ramenés à une concentration en MV proche de 12 gMV/L par soit épaissement en centrifugeuse de laboratoire (Protocole identique au 2.5.1 ii), soit par dilution avec de l'effluent de sortie de la station. Le ratio substrat sur inoculum choisi est de $S/I = 0,5$. Un test témoin est également lancé pour l'inoculum seul.

La pression est relevée à l'aide d'un manomètre équipé d'une aiguille transperçant le septum de la bouteille.

La composition du biogaz est ensuite analysée à l'aide du MicroGC (Cf. 2.5.3). La pression restante est ensuite vidée à l'aide d'une seringue.

Le calcul du volume de biogaz produit se fait alors à l'aide de l'Équation 2, formule dérivée de la relation des gaz parfaits.

$$V_k = \frac{(P_{f_{k-1}} + P_{i_k}) * V_{cielgazeux} * T_0}{P_0 * T} * \%CH_4$$

Équation 2 : Calcul de la production de méthane pour les tests BMP

Avec :

- V_k : Volume de Méthane produit entre la manipulation k-1 et k, en NmL
- P_{fk} : Pression finale à la fin de la manipulation k, en mbar
- P_{ik} : Pression initiale au début de la manipulation k, en mbar
- $T_0 = 273,15$ K
- $P_0 = 1013,15$ mbar
- $\%CH_4$: Proportion de méthane dans le biogaz, mesure issue de l'analyse au MicroGC

2.4 Réacteurs de 5,6 L. Etude sur les boues primaires de la STEP de la Feyssine.

Cinq réacteurs de 5.6 L de volume de boues ont été installés au sein du LGCIE à l'INSA de Lyon. Ces réacteurs en Polyméthacrylate de Méthyle (PMMA) présentent une double paroi permettant la circulation d'eau issue d'un bain thermostaté afin d'en assurer le chauffage. La Figure 15 présentent une vue d'ensemble et une coupe d'un réacteur :

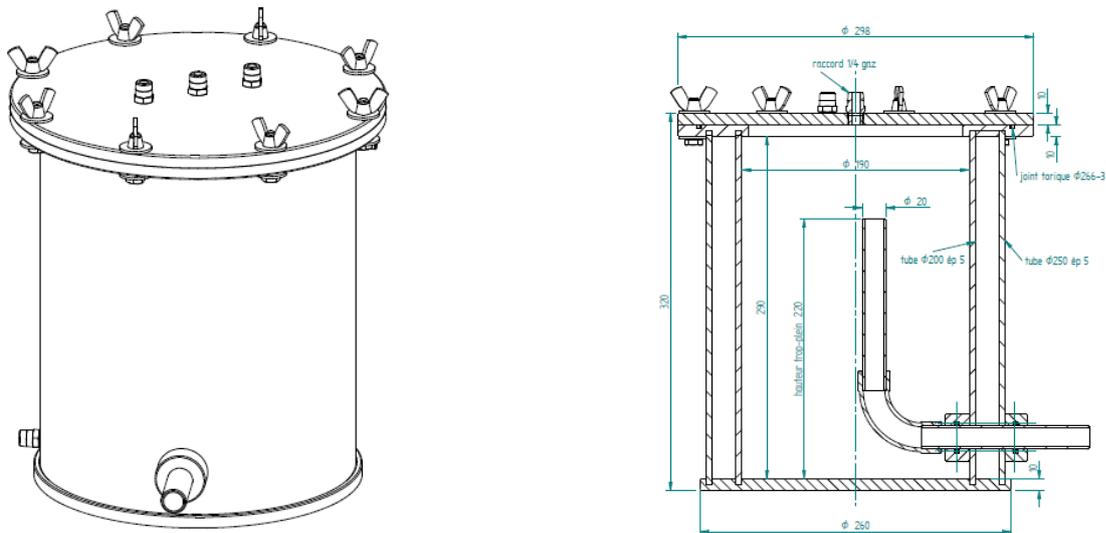


Figure 15: Vue d'ensemble d'un réacteur de 5,6 L installé à l'INSA de Lyon. Vue en coupe

L'agitation du digesteur se fait à l'aide d'un agitateur magnétique et d'un barreau aimanté. L'alimentation en boue est faite par l'intermédiaire de pompes péristaltiques programmables. Cette arrivée de boues se fait dans la zone inférieure du réacteur. L'extraction des boues se fait par trop-plein.



Figure 16: Installation complète d'un réacteur avec pompe péristaltique, bain thermostaté et agitateur.

Mise en route

Les réacteurs sont tous inoculés avec du digestat mésophile (37°C), -au préalable affamé quelque jours- issus des digesteurs traitant les boues mixtes de la STEP de la Feyssine à Villeurbanne (Capacité : 300 000 EH), France puis dégazé à l'azote. La mise en route est la même qu'en 2.3.2.

L'alimentation des pilotes est quotidienne et se fait grâce à leur pompe commandée par un automate. En raison de problèmes de manipulation, les réacteurs ne sont pas alimentés le week-end. Leur alimentation se fait donc cinq jours sur sept.

2.5 Suivi de réacteurs

2.5.1 Préparation des boues

i. Pilote de digestion. Etude des boues mixtes de la STEP de Kranji

Les boues d'alimentation pilote de digestion sont des boues mixtes issues du Sludge Balancing Tank Phase III (Cf. 2.1.2) qui mélange les boues primaires non épaissies et les boues secondaires épaissies par centrifugation. Deux fois par semaine, les bacs d'alimentation sont remplis par ces boues mixtes préalablement tamisée à 4 mm (avec lavage manuel). Ces boues sont continuellement brassées pour

éviter leur décantation mais aussi leur fermentation considérant la forte température locale allant de 28°C à 34°C. Lors du dimensionnement du pilote, il avait été question de réfrigérer ces cuves, cela n'a pas été le cas par soucis budgétaire.

ii. Pilote de 5L. Etude des boues A du pilote A/B, les boues mixtes et primaires de la STEP de Kranji

Les boues A sont issues du pilote A/B décrit en 2.2 . Une fois par semaine (le mardi pour que le pilote soit en régime permanent et non perturbé par le week-end), elles sont prélevées au point de piquage situé au bas du clarificateur A. Elles présentent alors une très faible concentration allant de 3 à 6 gMS/L. On choisit donc de les décanter dans un récipient pendant 45 mins (durée au préalable décidée à la suite de tests de décantation), d'en extraire le surnageant et de récupérer le décantat. Ce dernier est alors tamisé manuellement à 4 mm puis soumis à une MS rapide : sur une coupelle en aluminium, on dépose environ 20g de boues prélevées de manière homogène, on



Figure 17 : Décantation des boues A après échantillonnage sur le pilote A/B

pèse ces boues et on insère la coupelle dans une étuve à 105°C ; trois heures plus tard, ce qui permet de s'assurer que toute l'eau a été évaporée, on pèse à nouveau la coupelle. On calcule alors la concentration en MS de cet échantillon par la formule présentée dans l'Équation 3. On obtient des concentrations approximatives aux alentours de 15-18 gMS/L.

$$MS = \frac{m_{105^{\circ}C} - m_{coupelle}}{m_{boues} - m_{coupelle}}$$

Équation 3: Formule de calcul de la concentration en MS

Avec :

- MS : concentration en matières sèches
- m_{boues} : masse de l'échantillon de boues
- $m_{coupelle}$: masse de la coupelle
- $m_{105^{\circ}C}$: masse de la coupelle + boues après séchage pendant 24h à l'étuve à 105°C

Afin de pouvoir travailler à des charges et des temps de séjour similaires aux exploitations industrielles en conditions mésophiles, il est nécessaire d'épaissir les boues A. On procède donc à leur épaissement à l'aide d'une centrifugeuse de laboratoire réglée à 250 g pour atteindre une concentration de 25 gMS/L qui sera alors la concentration commune à tous les réacteurs et ce pendant toute la durée d'expérimentation sur les pilotes de 5 L. La MS rapide permet donc les calculs nécessaires

pour obtenir une telle concentration après centrifugation. Une fois épaissies les boues sont stockées à 4°C.

Remarque : Le choix de travailler à 25 gMS/L provient des contraintes expérimentales. En effet, l'épaississement par centrifugeuse de laboratoire est laborieux et chronophage, en plus de cela, travailler à des concentrations supérieures provoquerait des obstructions très fréquentes du tuyau d'alimentation utilisé avec la pompe péristaltique.

Les boues primaires et les boues mixtes sont prélevées par le personnel de la station de Kranji tous les mardis. Similairement aux boues A, chaque boue est tamisée manuellement à 4 mm puis soumise à une MS rapide pour en évaluer sa concentration approximative en MS, puis centrifugée pour atteindre une concentration proche de 25 gMS/L. Elles sont ensuite stockées à 4°C.

iii. Réacteurs de 5,6 L. Etude sur les boues primaires de la STEP de la Feysinne

Les boues d'alimentation sont des boues primaires épaissies de la STEP de la Feysinne à Villeurbanne, France. Ces boues sont prélevées tous les dix jours et stockées à 4°C. La concentration de ces boues n'est pas ajustée en laboratoire.

2.5.2 Analyses liquides

Pour tous les essais expérimentaux, les mêmes analyses liquides sont menées deux à trois fois par semaine sur le digestat et la boue fraîche d'alimentation.

Préparation de l'échantillon à analyser

Une fois prélevé, l'échantillon est agité à l'aide d'un agitateur magnétique et d'un barreau aimanté, et ce durant toute la durée d'analyse. Une partie de l'échantillon est centrifugé à 250 g pendant 10 min dans une centrifugeuse de laboratoire. Le surnageant est extrait puis filtré au papier filtre à 17 µm, puis au filtre membranaire apposé sur une seringue à 1 µm, en série avec un filtre à 0.45 µm. Le filtrat est donc considéré comme la partie soluble de l'échantillon de boues.

Mesure des concentrations en DCO_{soluble}, AGV, TAC, N-NH₄[±]

Les concentrations en DCO_{soluble}, AGV, TAC, N-NH₄[±] sont évaluées respectivement à l'aide des kits Hach-Lange : COD TNT+, HR (20-2500 mg/L) PK/25 (TNT822), Volatile Acids TNT+ (50-2500 mg/L), PK/25 (TNT872), Total Alkalinity TNT+ (25-400 mg/L), PK/25 (TNT870), Ammonia TNT+, HR (2-47 mg/L) PK/25 (TNT832). Les mesures des AGV et DCO_{soluble} se font directement sur le filtrat tandis que celles du TAC et de la fraction ammoniacale se font sur des dilutions allant 1/10^e à 1/20^e selon la nature de l'échantillon. Une fois les méthodes de chaque kit effectuées, la valeur de l'échantillon testé (en prenant compte de la dilution s'il y a) sont lus par spectrophotométrie.

Mesure de la DCO_{totale}

Une dilution de l'échantillon de boue non filtrée à 1/20^e environ est préparée dans une fiole jaugée à 500 mL, dilution qui sera recalculée par la suite avec la donnée de masse de boues échantillonnée. Cette dilution est alors passée au mixeur pendant 1 minute afin d'obtenir l'homogénéité la meilleure possible. Immédiatement après l'arrêt du mixeur, deux prélèvements de 2 mL et 1 mL sont effectués pour être utilisés dans deux fioles Hach Lange COD TNT+, HR (20-2500 mg/L) PK/25 (TNT822) nécessitant 2 mL d'échantillon pour la mesure. Le deuxième prélèvement à 1 mL est complété par 1 mL d'eau distillé pour ainsi obtenir une deuxième mesure de la DCO_{totale} et une dilution à 1/40^e, permettant donc d'avoir deux mesures à deux dilutions différentes sans effectivement faire deux dilutions à la fiole jaugée. La valeur de DCO_{totale} retenue est alors la moyenne de ces deux mesures, dilutions prises en compte.

Mesure des concentrations en matières sèches et en matières volatiles

Un échantillon d'environ 125 g de boues non filtrée est prélevé est déposé dans une coupelle Pyrex® préalablement pesée à l'aide d'une balance analytique, le tout est à nouveau pesé puis déposé dans une étuve à 105°C pendant 24 heures *a minima*. La concentration en MS est donc calculée comme la masse de solide restante après le passage à l'étuve (Cf. Équation 3).

La coupelle est ensuite passée au four à moufle à 550°C pendant 2h avec une montée en température étalée sur 1h. La concentration en MV est donc déterminée comme la perte de masse au cours de ce traitement, elle est alors calculée à l'aide de l'Équation 4.

$$MV = \frac{m_{105^{\circ}C} - m_{550^{\circ}C}}{m_{boues} - m_{coupelle}}$$

Équation 4: Calcul de la concentration en matières volatiles

Avec :

- MV : concentration en matières volatiles
- $m_{550^{\circ}C}$: masse de la coupelle après passage au four à moufle à 550°C pendant 2h
- $m_{105^{\circ}C}$: masse de la coupelle + boues après séchage pendant 24h à l'étuve à 105°C
- m_{boues} : masse de l'échantillon de boues
- $m_{coupelle}$: masse de la coupelle

2.5.3 Analyse du biogaz

L'analyse de composition du biogaz se fait à l'aide d'un micro chromatographe en phase gazeuse MicroGC 490 produit par la société Agilent Technologies Pte Ltd. Il est commandé par le logiciel EZ Chrome OpenLab.

Le MicroGC est équipé d'une membrane (Genie®), absorbant les impuretés du biogaz et de deux colonnes :

- Colonne Molecular Sieve avec l'Argon comme gaz vecteur, permettant la séparation et la détection des gaz H₂, CH₄ et N₂
- Colonne Poraplot Q, avec l'Hélium comme gaz vecteur, permettant la séparation et la détection des gaz CO₂ et H₂S

Il est étalonné pour la mesure de biogaz à l'aide d'une bouteille de gaz étalon dont la composition est la suivante : 55% CH₄, 35% CO₂, 8% N₂, 2% H₂.

Le biogaz est collecté dans une poche Tedlar[®]. A l'aide d'une aiguille insérée dans le septum de cette poche et connectée au canal d'entrée du gaz à analyser, le gaz est pompé et introduit dans les deux colonnes. En résulte alors, grâce au logiciel, une courbe par colonne du potentiel électrique (Volt) en fonction du temps donnant à voir des pics correspondant à chaque gaz séparé puis retenu pendant un temps de rétention spécifique à celui-ci. L'intégration de ces pics permet de calculer le pourcentage de ce gaz dans la composition totale du biogaz analysé.

3. Résultats

3.1 Caractérisations des boues A et B et comparaison avec les boues primaires et mixtes

3.1.1 Composition des cinq types de boues

Au cours des essais à Singapour, cinq types de boues ont été étudiés et caractérisés :

- Boue A brute échantillonnée directement au bas du clarificateur A du pilote A/B ;
- Boue B brute échantillonnée directement au bas du clarificateur B du pilote A/B ;
- Boue primaire brute échantillonnée en sortie du clarificateur primaire de la station de Kranji ;
- Boue secondaire épaissie échantillonnée à la sortie des centrifugeuses de la station de Kranji (impossibilité d'accès aux boues secondaires non épaissies) ;
- Boue mixte brute échantillonnée en amont des digesteurs de la station de Kranji. Elle résulte du mélange de la boue primaire et de la boue secondaire épaissie, les proportions de ce mélange étant variables dans le temps. L'échantillonnage a donc été effectué dans les conditions les plus représentatives, en milieu de semaine et en milieu de journée.

Le Tableau 8 présente les caractéristiques de ces cinq boues établies sur des échantillons sélectionnés pour être représentatifs *i.e.* lorsque le fonctionnement du pilote/de la station ne présentait aucun problème technique :

Tableau 8: Caractérisation des boues A et B du pilote A/B, primaires, secondaires et mixtes de la station de Kranji

| | | Boue A brute | Boue B brute | Boue primaire brute | Boue secondaire épaissie en station | Boue mixte brute |
|--------------------------|------------------------|-----------------|-----------------|------------------------|---|---------------------|
| pH | | | | 5,69 ± 0,43 | 6,07 ± 0,02 | 6,07 ± 0,02 |
| MS | g/L | 6,75 ± 0,67 | 4,33 ± 0,87 | 19,06 ± 4,73 | 28,14 ± 3,92 | 24,18 ± 3,43 |
| MV | g/L | 4,75 ± 0,68 | 3,41 ± 0,67 | 16,77 ± 5,00 | 21,93 ± 2,63 | 18,35 ± 2,55 |
| MV | %TS | 73,9% ± 8,3% | 78,8% ± 2,2% | 81,9% ± 3,0% | 78,1% ± 1,5% | 75,9% ± 2,2% |
| DCO totale | g/L | 15,46 ± 2,06 | 12,32 ± 1,95 | 35,56 ± 10,66 | 43,3 ± 0,99 | 38,39 ± 5,45 |
| DCO soluble | g/L | 1,18 ± 0,16 | 0,47 ± 0,12 | 2,06 ± 0,07 | 1,84 ± 1,15 | 3,16 ± 1,54 |
| DCOs/DCOt | | 7,6% | 3,8% | 5,8% | 4,2% | 8,2% |
| DCO/MV | | 1,98 ± 0,31 | 1,55 ± 0,38 | 2,06 ± 0,49 | 1,61 ± 0,19 | 1,69 ± 0,15 |
| AGV | mgHAc/L | 421 ± 88 | 180 ± 80 | 1001 ± 84 | 800 ± 628 | 1180 ± 268 |
| TAC | mgCaCO ₃ /L | 557 ± 71 | 398 ± 75 | 535 ± 83 | 678 ± 6 | 774 ± 268 |
| N-NH ₄ | mg/L | 53 ± 12 | 16 ± 4 | 125 ± 7 | 125 ± 55 | 226 ± 109 |
| Nombre d'échantillons | | 10 | 10 | 11 | 2 | 22 |

3.1.1.1 Boues A et B

Nous observons une très faible concentration en MS des boues A et B. Cette particularité est liée au fonctionnement du pilote A/B et à un effet d'échelle. En effet, les clarificateurs A et B sont des décanteurs statiques circulaires à faible temps de séjour (quelques heures en général). Le temps de séjour du décanteur A est variable, en raison de la recirculation des boues A qui a pour but de maintenir une concentration de la liqueur mixte à 1,5 gMS/L dans le réacteur A. La fréquence de cette recirculation dépend donc fortement de la qualité de l'effluent d'entrée du pilote.

La boue A présente un faible taux de MV ramené aux MS. Cependant, ce résultat n'est pas forcément représentatif d'une caractéristique fondamentale de ce type de boues. Les résultats présentés dans le Tableau 8 ont en effet été établis en Décembre 2014. Or, durant cette période, le dessableur de la station de Kranji était en défaillance technique et son rendement diminué de 20% à 25%, par conséquent, les boues A contenaient moins de matières minérales que lorsque le dessableur fonctionnait correctement. Nous considérons donc une teneur en MV ramenée aux MS pour les boues A de 77% - 82 % ; valeurs comparables à des boues primaires conventionnelles de Singapour (réseau séparatif).

L'indice de Molhman (IM) ou encore indice de boue représente le volume de boue occupé par un gramme de MS après décantation de trente minutes dans une éprouvette d'un litre selon l'expression suivante :

$$IM = V/M$$

Avec :

- IM : Indice de Molhman (mL/g),
- V : volume de boue après 30 minutes de décantation (L),
- M : MS présente dans ce volume décanté (g).

La boue A brute présente un indice de Molhman de 95,8 L/gMS et présente une très bonne décantabilité (valeur comprise dans l'intervalle 50 – 100 mL/gMS ; Cf. Mémento Degrémont, 2012). Par ailleurs, après décantation en éprouvette, la tendance est de retrouver une concentration en MS proche de celle des boues primaires de la station, c'est-à-dire autour de 19 gMS/L.

La courbe de Kynch représente la vitesse de chute de l'interface boue-surnageant lors de la décantation de la boue dans une éprouvette d'un litre. Cette courbe est utile afin d'évaluer la capacité de décantation d'une boue ainsi que l'indice de Molhman, caractérisant cette capacité. Ces informations sont essentielles pour le dimensionnement du clarificateur associé aux boues testées.

La décantation des boues A en fonction du temps peut être illustrée par cette courbe de Kynch (Figure 18).

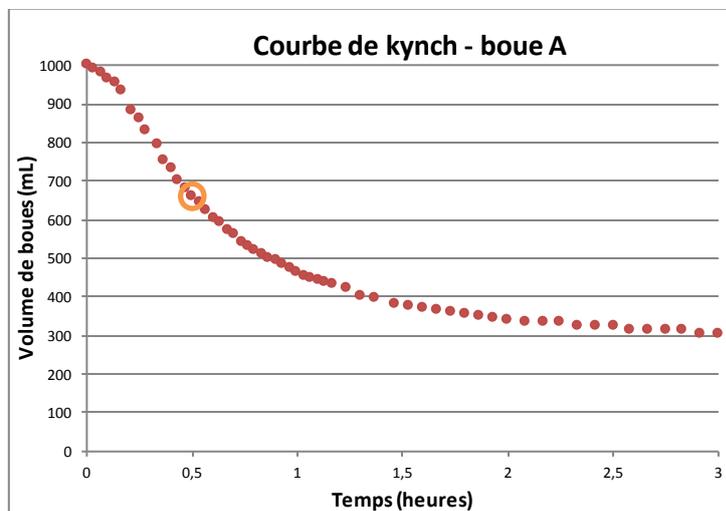


Figure 18: Courbe de Kynch - boue A

La décantabilité de la boue B est de moins bonne qualité. En effet, elle a tendance à flotter après dix minutes de décantation en éprouvette (cette durée dépend des conditions opératoires de l'étape B). Cette particularité est attribuée à une dénitrification incomplète qui se poursuit ainsi dans l'éprouvette.

Le ratio DCO/MV des boues A et B sont respectivement similaires aux boues primaires et secondaires. Ces valeurs sont cohérentes avec les données existantes dans la littérature (Moletta, 2011). Au sein du réacteur A, l'abattement de la fraction soluble de la DCO est très faible (5-7%) d'où un fort ratio

DCOs/DCOt dans les boues A. En effet, avec trente minutes de temps de contact dans le réacteur A, la biologie n'a pas le temps de dégrader la pollution et donc majoritairement la fraction soluble.

3.1.1.2 Boues primaires, secondaires et mixtes

La concentration en MS des boues primaires, secondaires et mixtes de la station de Kranji dépendent respectivement du temps de séjour utilisé pour le décanteur primaire –temps de séjour non contrôlé- et de l'épaississement des boues secondaires. Ce dernier n'est pas correctement maîtrisé à cause d'un dosage de polymères pour les centrifugeuses non maîtrisé lui-même. Au cours de nos travaux, nous avons en effet observé des concentrations allant de 15 à 85 gMS/L. Cette importante variation affectait donc la concentration des boues mixtes. Les données présentées dans le Tableau 8 sont donc le résultat d'une sélection d'un plus grand nombre de données lorsque la teneur en MS des boues secondaires était comprise dans la plage 35-50 gMS/L (plage prévue lors du dimensionnement de la station).

Nous remarquons également que la teneur en AGV de ces trois types de boues est nettement plus élevée que pour les boues A et B. Ceci peut s'expliquer par un temps de séjour plus court dans les décanteurs A et B par rapport aux autres, avec un effet catalyseur de la forte température des boues (28-30°C) qui favorise la fermentation. Il nous semble donc cohérent de considérer que les boues de la station sont déjà un peu dégradées. La forte concentration en azote ammoniacal confirme par ailleurs cette hypothèse.

3.1.1.3 Boues A, primaires et mixtes épaissies en laboratoire pour alimentation des réacteurs de 5 Litres

Le Tableau 9 résume les caractéristiques des boues A du pilote A/B, primaires et mixtes de la station de Kranji, après épaississement en centrifugation de laboratoire à environ 250 g pendant 5 minutes pour les boues A et primaires et 10 minutes pour les boues mixtes.

Rappelons en effet que l'objectif de ce travail est de comparer la digestibilité de ces trois boues. Nous avons donc estimé nécessaire d'avoir la même concentration en MV, choisie au préalable à 25 gMV/L pour atteindre une charge de 1.5 gMV/L/j pour un temps de séjour de 16 jours à 37°C. Cette valeur de charge a été choisie conséquemment aux recommandations des opérateurs industriels (e.g. Moletta, 2011). Par ailleurs, étant données les configurations des réacteurs de 5 Litres et le diamètre des tuyaux d'alimentation, travailler à une concentration supérieure à 25 gMV/L impliquerait de nombreuses obstructions et ainsi compliquerait les manipulations quotidiennes.

Tableau 9: Caractéristiques des boues d'alimentation des pilotes de 5L après épaissement en centrifugeuse de laboratoire

| | | Boue A épaissie | Boue primaire épaissie | Boue mixte épaissie |
|-------------------|------------------------|--------------------|---------------------------|------------------------|
| pH | | 6,11 ± 0,24 | 5,38 ± 0,21 | 5,77 ± 0,25 |
| TS | g/L | 32,26 ± 2,34 | 31,61 ± 1,94 | 30,59 ± 2,25 |
| VM | g/L | 22,9 ± 1,85 | 26,02 ± 0,93 | 22,9 ± 1,85 |
| VM | %TS | 77,1% ± 6,5% | 82,5% ± 4,3% | 74,8% ± 1,7% |
| DCO totale | g/L | 48,55 ± 3,72 | 50,55 ± 2,14 | 46,71 ± 3,43 |
| DCO soluble | g/L | 2,38 ± 0,55 | 2,47 ± 0,48 | 4,54 ± 0,94 |
| DCOs/DCOt | | 4,9% ± 1,0% | 4,8% ± 1,0% | 9,7% ± 1,8% |
| DCO/MV | | 1,95 ± 0,11 | 2,00 ± 0,08 | 2,05 ± 0,11 |
| VFA | mgHAc/L | 870 ± 255 | 1137 ± 308 | 1578 ± 390 |
| Alkalinity | mgCaCO ₃ /L | 799 ± 143 | 701 ± 165 | 1017 ± 160 |
| N-NH ₄ | mg/L | 139 ± 42 | 152 ± 106 | 353 ± 103 |

En premier lieu, nous constatons que les **boues primaires et les boues A présentent des caractéristiques fortement similaires**. Il est donc probable de retrouver par la suite les mêmes propriétés de digestibilité tant en tests BMP qu'en réacteur semi-continu.

Les forts écart-types observés pour les AGV et l'azote ammoniacal proviennent du stockage des boues. Celles-ci sont échantillonnées et préparées une fois par semaine pour un stockage à 4°C. Malgré cette faible température, les boues commencent tout de même à se dégrader légèrement.

Les caractéristiques des boues de Singapour sont assez proches de celles communément trouvées dans d'autres régions (en particulier en Europe), avec un ratio DCO/MV proche de 2 pour les boues primaires, et compris entre 1,5 et 2 pour les boues mixtes (Cf. De la Rubia, 2005 ; Mahmoud, 2004)

3.1.2 Biodégradabilité des boues

Des tests BMP ont été menés afin d'évaluer le potentiel méthanogène des boues A et B du pilote A/B, des boues primaires, secondaires et mixtes de la station de Kranji.

Nous devons toutefois signaler que lors des deux séries de tests effectués, les échantillons des boues mixtes utilisés n'étaient pas représentatifs, donnant des résultats peu cohérents. Ces derniers ne sont donc pas présentés.

Les Figure 19 et Figure 20 présentent les courbes de production cumulée de méthane en fonction du temps, la contribution de l'inoculum ayant été soustraite, pour les essais BMP effectués en duplicat.

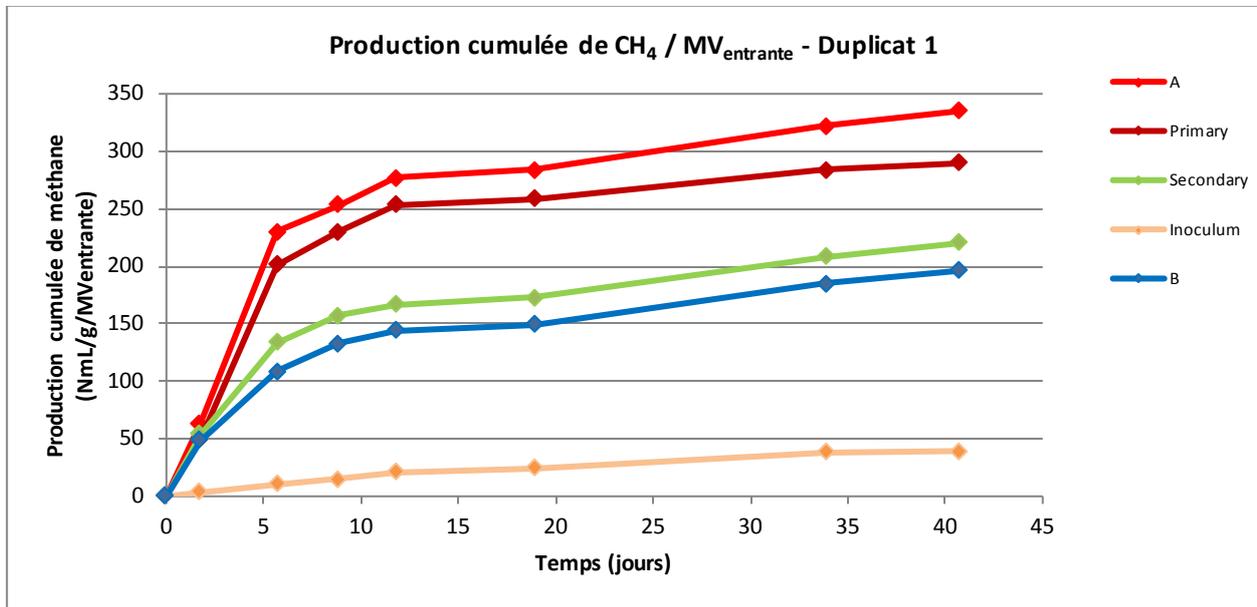


Figure 19: Potentiel méthanogène des boues A, B et boues primaires et secondaires, duplicat 1

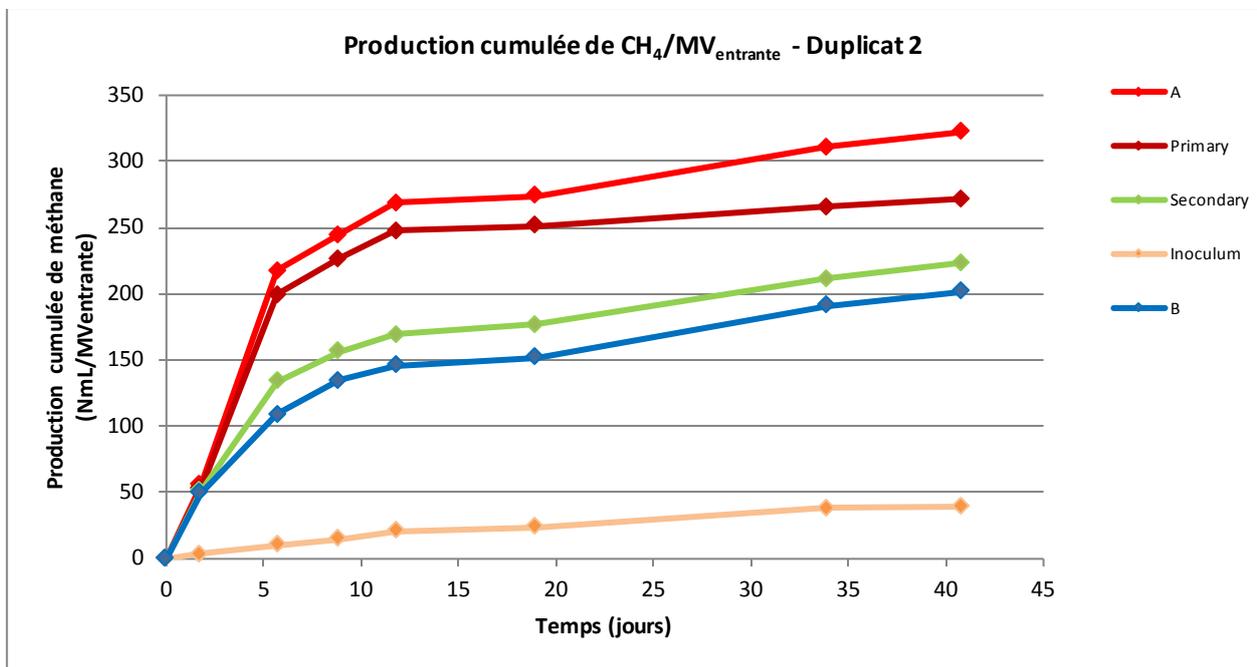


Figure 20 : Potentiel méthanogène des boues A, B et boues primaires et secondaires, duplicat 2

Le Tableau 10 résume les potentiels méthanogènes obtenus sur les boues A, B, primaires et secondaires.

Tableau 10 : Potentiels méthanogènes issus des tests BMP des boues A, B, primaire et secondaire

| Types de boues | Potentiel méthanogène (mLCH ₄ /gMV _{entrante}) |
|----------------|---|
| A | 335 ± 6 |
| B | 201 ± 3 |
| Primaire | 290 ± 9 |
| Secondaire | 220 ± 2 |

Nous remarquons sur ce graphique de fortes similitudes entre les allures obtenues pour les boues A et primaires d'une part, mais également entre les boues B et secondaires d'autre part. Les potentiels méthanogènes obtenus sont également très proches, 335 ± 6 mLCH₄/gMV_{entrante} pour les boues A, et 290 ± 9 mLCH₄/gMV_{entrante} pour les boues primaires.

Nous observons tout de suite de similitudes fortes entre les courbes de production des boues A et primaires et celles des boues B et secondaires. Par conséquent, **les boues A et les boues primaires présentent le même potentiel méthanogène ainsi que des vitesses similaires de production de méthane ; il en est de même entre les boues B et les boues secondaires.**

A partir de ces données, il a été possible de modéliser la production de méthane au moyen d'un modèle simple basé sur une loi cinétique d'ordre 1.

Cette loi d'ordre 1 conduit à l'expression suivante (Équation 1) pour le volume de méthane produit en fonction du temps.

$$V = V_{max}(1 - e^{-kt}) \quad (\text{Équation 5})$$

Avec :

- V : Volume de méthane produit, en NmL ;
- V_{max} : Volume maximal de méthane, en NmL ;
- k : Constante de vitesse intrinsèque au substrat, en j⁻¹ ;
- t : temps, en jours.

Ce modèle dépend de deux paramètres : la quantité maximale de méthane (extrapolée pour une durée infinie) V_{max} , et la constante de vitesse k . La Figure 21 permet d'illustrer l'adéquation entre les données expérimentales de production de méthane (duplicat) et le modèle sur les exemples des boues A et B.

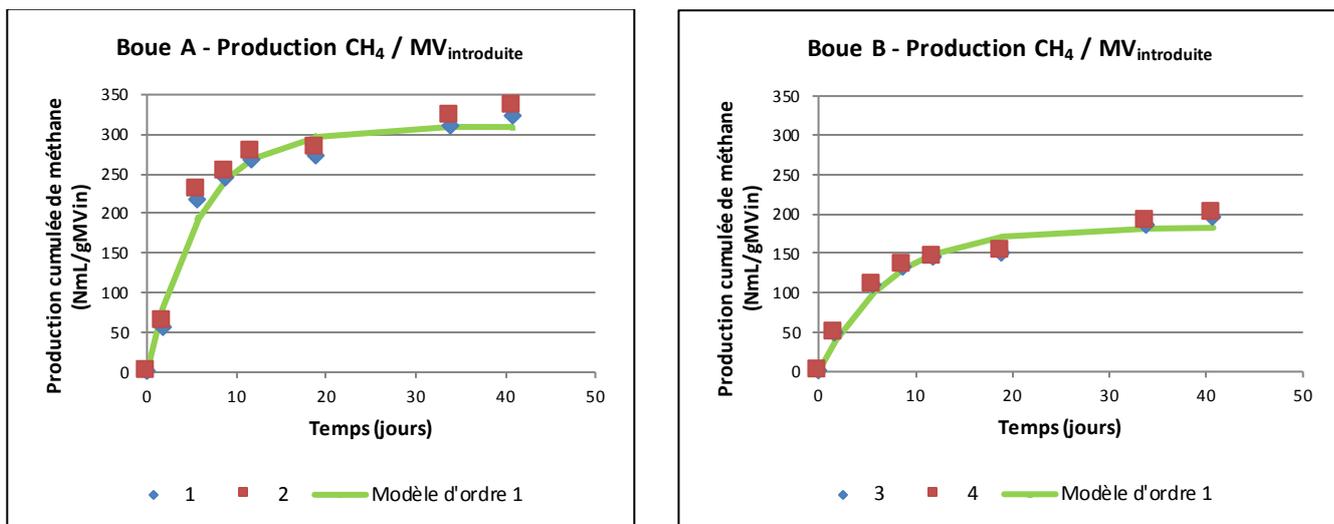


Figure 21: Tests BMP (en duplicat) des boues A et B, résultats expérimentaux et loi cinétique d'ordre 1

Les paramètres du modèle sont repris dans le Tableau 11, ainsi que la valeur maximale de méthane produite à l'issue du test (V_{max} observé). Pour plus de clarté, nous avons également rajouté le temps nécessaire pour l'obtention de 80% du maximum théorique calculé à partir de la constante cinétique selon l'équation 6.

$$t_{80\%} = \frac{\ln(5)}{k} \quad (\text{Equation 6})$$

Tableau 11: Constantes de réaction d'ordre 1 et potentiels méthanogènes pour les boues A, B, primaires et secondaires

| | Boue A | Boue primaire | Boue B | Boue secondaire |
|--|--------|---------------|--------|-----------------|
| V_{max} observé (NmL/gMV _{introduite}) | 335 | 290 | 201 | 221 |
| V_{max} théorique (NmL/gMV _{introduite}) | 351,4 | 304,2 | 199,4 | 255,1 |
| k (j ⁻¹) | 0,174 | 0,202 | 0,142 | 0,154 |
| $t_{80\%}$ (j) | 9,25 | 7,97 | 11,33 | 10,45 |

Nous notons que les potentiels méthanogènes des boues A et primaire sont similaires, légèrement supérieur pour les boues A. Par ailleurs, les valeurs obtenues sont cohérentes avec les données bibliographiques. Comparativement, la cinétique de dégradation des boues A est plus lente que celle des boues primaires (-14%).

Les potentiels méthanogènes des boues B et secondaire sont similaires, et ces dernières sont moins biodégradables que les boues A et primaires. Elbeshbishy, 2012 procède à des tests BMP sur des boues primaires et des déchets organiques alimentaires. Pour un même ratio S/I de 0,5 que nos essais, il trouve un potentiel méthanogène pour les boues primaires de 283 LCH₄/kgMV_{introduite}, valeur très similaire à celle

trouvée avec les boues primaires de la station de Kranji : 290 LCH₄/kgMV_{introduite}. A l'aide également d'un modèle cinétique d'ordre 1, il évalue la constante cinétique k à 0,15 j⁻¹, de 25% inférieure à celle du Tableau 11.

3.1.3 En résumé sur la caractérisation des boues

- D'un point de vue global, les caractéristiques des boues A et B issues du procédé A/B se rapprochent de celles de boues primaires et secondaires, respectivement.
- Pour les essais réalisés sur la station d'épuration de Kranji, les boues A présentent un potentiel méthanogène supérieur à celui des boues primaires.
- Les constantes cinétiques mesurées lors des essais BMP sont assez proches, les boues primaires étant dégradées plus rapidement que les boues A.

Dans la partie suivante, nous comparons le comportement des boues A, primaires et mixtes lors de tests de digestion réalisés en continu afin de confirmer ces différences de comportement.

3.2 Essais pilotes de digestion anaérobie boues A et comparaison avec les boues primaires et mixtes

Ces essais en réacteur de 5 Litres ont pour objet de comparer les performances d'élimination et la stabilité de la digestion en continu. Ces essais ont été réalisés en conditions mésophiles (37°C). Nous avons testé en parallèle :

- Les boues A issues du pilote A/B ;
- Les boues primaires de la station de Kranji ;
- Les boues mixtes de la station de Kranji.

La charge organique pour ce travail a été fixée à 1,5 kgMV/m³/j pour un temps de séjour de 16 jours, ce qui a nécessité de préparer les boues en entrée à une concentration de 25 mgMV/L.

Les principaux paramètres de suivi de ces réacteurs sont la production de biogaz, la composition du biogaz, la DCO (totale et soluble) en entrée et en sortie, les matières sèches et volatiles (entrée et sortie) ainsi que les acides gras volatils en sortie.

3.2.1 Evolution des principaux paramètres de suivi

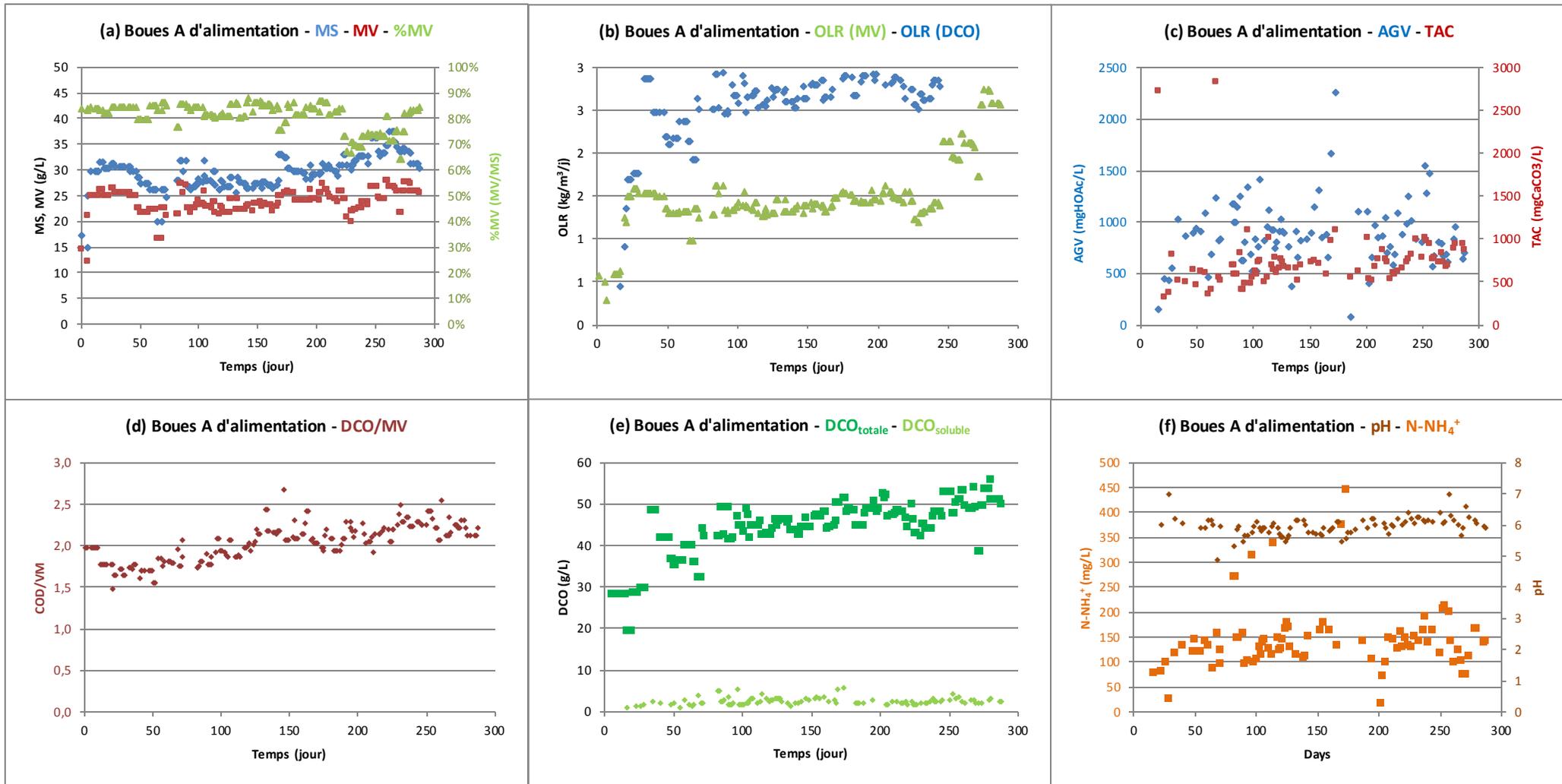
3.2.1.1 Evolution de la composition des boues en entrée de réacteur

La Figure 22 présente les évolutions dans le temps des différents paramètres de la boue A utilisée pour alimenter le digesteur. Pour ce qui concerne les matières sèches et volatiles, nous observons une bonne stabilité dans la qualité de la boue d'alimentation avec une chute en fin d'essai du ratio MV/MS. Ceci s'explique par le mauvais fonctionnement d'un des deux dessableurs de la station de Kranji, qui a entraîné une augmentation de la charge minérale présente dans la boue. La figure 22 (b) montre la montée en charge progressive du réacteur dans les vingt premiers jours avant sa stabilisation autour de 1,5 kgMV/m³/L, charge de consigne. La figure 22 (c) permet d'observer des variations de concentration en AGV que nous attribuons au stockage des boues. En effet, les boues utilisées sont stockées au réfrigérateur (4°C) pendant une durée maximale de sept jours. Malgré cette précaution, les boues commencent à se dégrader et un début de fermentation est observé. Cela se traduit par l'augmentation de la concentration en AGV, passant de 500 mg/L au jour 1 à parfois 1500 mg/L en jour 7. Le pic en AGV au jour 173, d'une concentration supérieure à 2000 mg/L, s'explique par un âge de boues dans le clarificateur A non maîtrisé et très élevé. En effet, autour de cette date, le pilote A/B n'était plus relié au système de contrôle PLC (les câbles pour la transmission des données ont été sectionnés par des rats !), ainsi la vidange régulière du clarificateur n'était plus assurée. On note en figure 22 (d) un ratio DCO/MV légèrement au-dessus de 2. La part soluble de la DCO (Cf. figure 22 (e)) représente ~6% de la DCO_{totale}. Comme pour la concentration en AGV, il a été observé que la concentration en DCO_{soluble} augmentait

avec le stockage de la boue au réfrigérateur, la dégradation des boues *via* la réaction d'hydrolyse commence donc lors ce stockage. La concentration en azote ammoniacal suit la même évolution au cours du stockage que les AGV et la DCO_{soluble}. En revanche, le pH est toujours proche de 6.

Les observations concernant les fluctuations hebdomadaires des concentrations en AGV, DCO_{soluble} et N-NH₄⁺ sont également valables pour les boues primaires et les boues mixtes.

Figure 22: Boues A d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; OLR (MV), (b) OLR (DCO); (c) AGV, TAC; (d) DCO/MV; (e) DCO_{totale}, DCO_{soluble}; (f) pH, N-NH₄⁺



La figure 23 présente les mêmes courbes que la figure 22 dans le cas de la boue primaire utilisée pour l'alimentation du digesteur dit primaire. A l'instar de la boue A, la teneur en MV (MS/MV Cf. figure 16 (a)) chute à 70% lors du dysfonctionnement d'un des dégrilleurs de la station. En régime permanent, cette teneur en MV est la même que pour les boues A, ~82%. La montée en charge au cours des premiers vingt jours d'essai n'est pas représentée en figure 23 (b), en effet, ayant eu des problèmes d'étanchéité au gaz pendant les premiers mois, les courbes de la figure 23 ne tiennent pas compte de cette période. En revanche, la charge est bien toujours autour de la valeur cible. A partir du jour 100, la concentration en AGV des boues primaires baisse de 350 à 200 mg/L (Cf. figure 23 (c)). Ceci s'explique par un changement dans le mode opératoire de la vidange du décanteur primaire : auparavant fixée par un minuteur toutes les six heures, la fréquence de cette vidange a été augmentée à toutes les quatre heures. Cela résulte d'une discussion avec l'exploitant qui regrettait un début de fermentation important dans les décanteurs primaires et ainsi un traitement des odeurs plus important. La fraction soluble de la DCO de la boue primaire est d'environ 5.5% (Cf. figure 23 (e)). La concentration en azote ammoniacal et le pH oscillent respectivement autour de 150 mg/L et 6 similairement aux boues A (Cf. figure 23 (d)).

La figure 24 donne à voir les évolutions au cours du temps des paramètres de suivi de la boue mixte d'alimentation du digesteur dit mixte. A la différence des boues A et primaires, le taux de MV (MS/MV) en figure 24 (a) est constant à 75% sur la durée des essais qui n'ont pas connu la période de dysfonctionnement des dessableurs. De manière analogue au réacteur primaire, en raison de fuite de gaz, la période de montée en charge n'est pas représentée en figure 24 (b), pour un OLR quasi constant à la charge souhaitée. La figure 24 (c) montre une chute progressive de la concentration en AGV de 1600 à 400 mg/L jusqu'au jour 20. Après discussions avec l'opérateur, il s'avérait qu'à cette période antérieure au jour 20, deux sur 4 agitateurs de la cuve de stockage des boues mixtes avant alimentation des digesteurs étaient en panne, la boue mixte ainsi stockée était alors déjà en cours de dégradation. Ces agitateurs défectueux ont été remplacés autour du jour 20. La figure 24 (d) montre un ratio DCO/MV un peu inférieur à 2. La partie soluble de la DCO représente environ 10-11% de la DCO_{totale} (Cf. figure 24 (e)), valeur nettement supérieure à celle des boues A et primaires, davantage « fraîches » ou biodégradables. Les valeurs de concentration en azote ammoniacal en figure 24 (f) sont deux à trois fois plus importantes et oscillent visiblement plus que pour les deux autres types de boues. Ceci permet d'illustrer les variations en matière de dégradation de la boue mixte en fonction de l'exploitation des centrifugeuses pour épaissement des boues secondaires et de leur mélange avec les boues primaires non épaissies. Le pH des boues mixtes oscille autour de 5.8, valeur inférieure à celle des autres boues (6).

Figure 23: Boues primaires d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) OLR (MV), OLR (DCO); (c) AGV, TAC, (d) DCO/MV, (e) DCO_{totale} - DCO_{soluble}, (f) pH - N-NH₄⁺

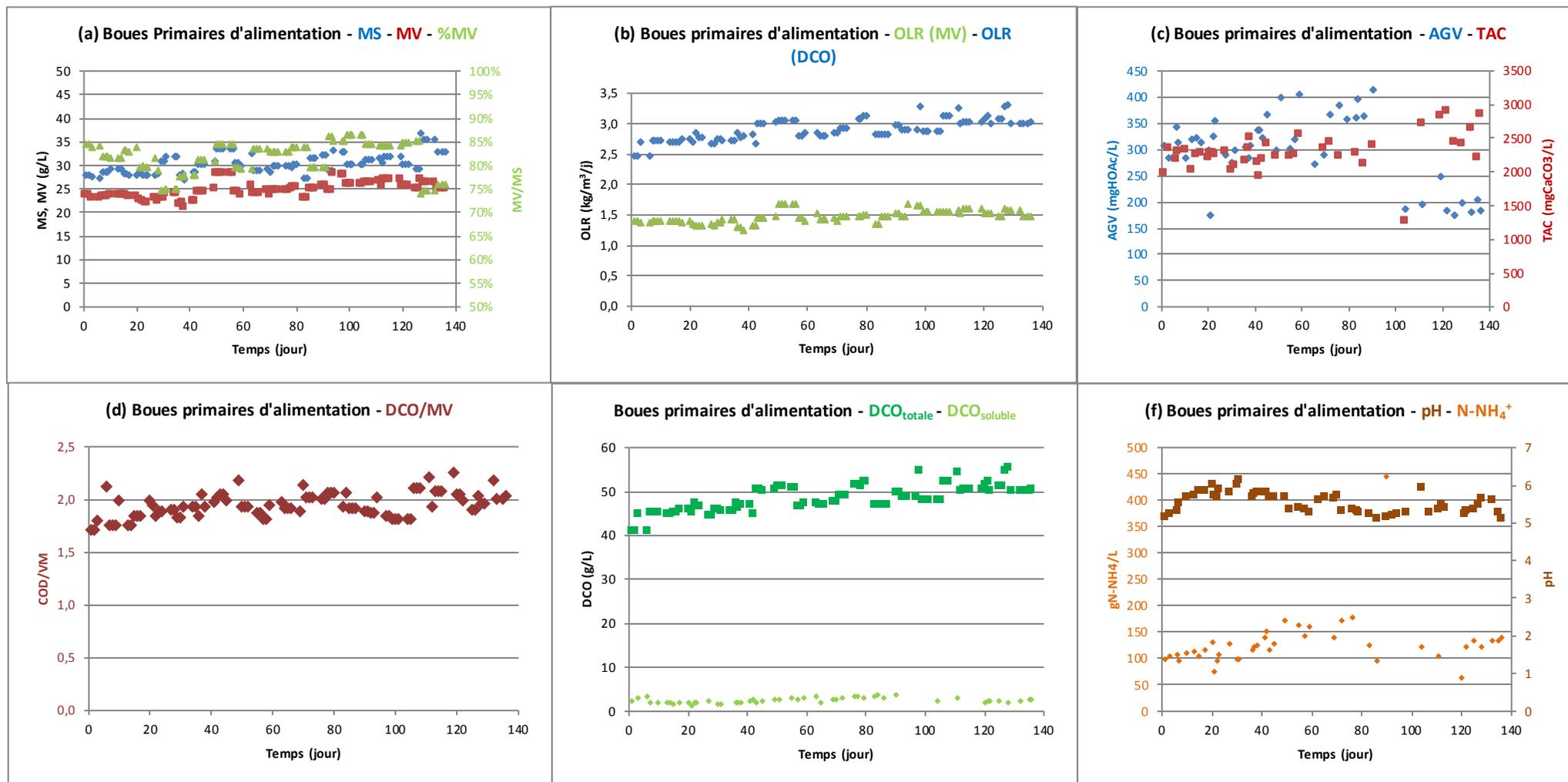
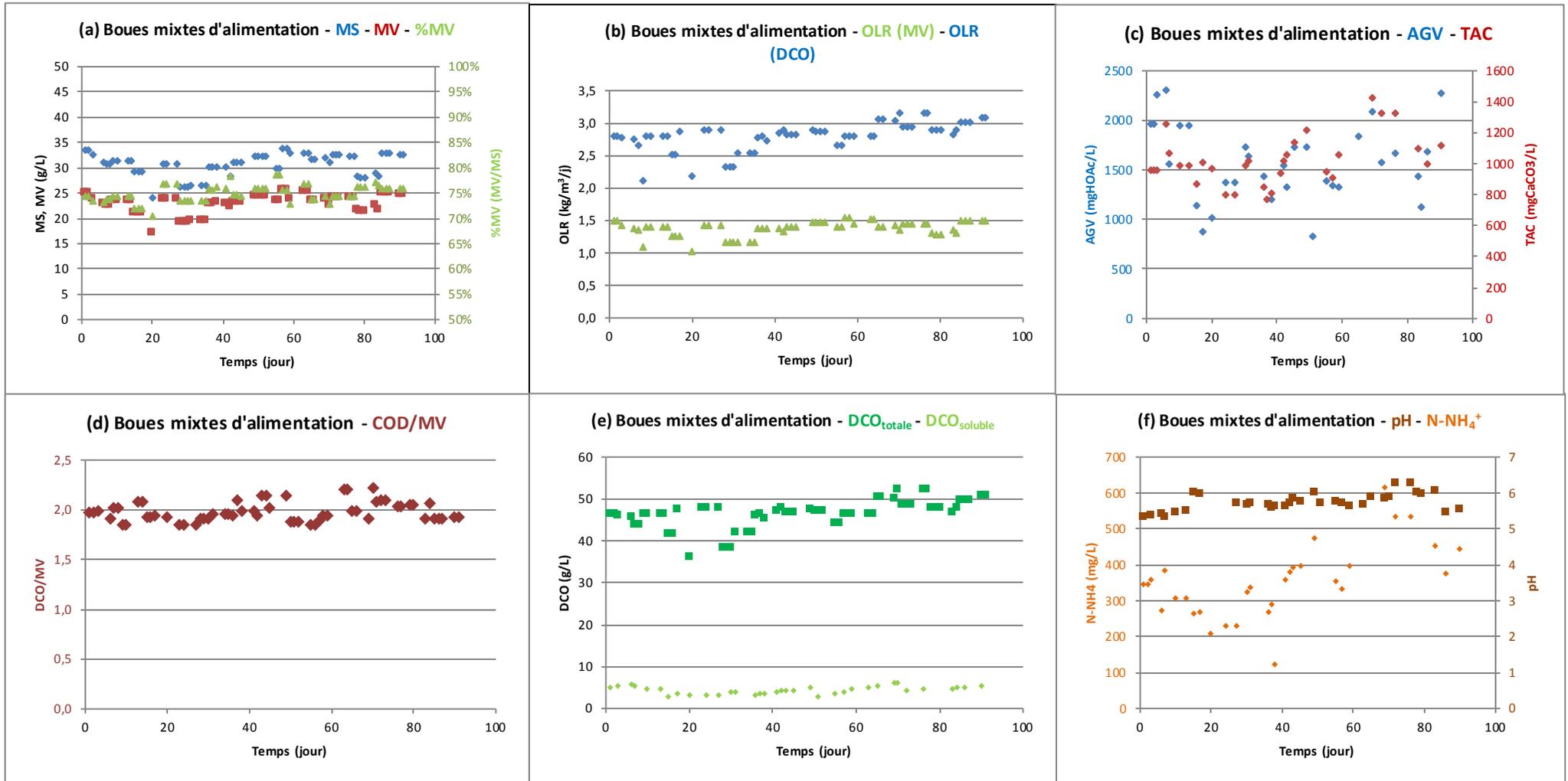


Figure 24: Boues mixtes d'alimentation du pilote de 5 Litres. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) OLR (MV), OLR (DCO); (c) AGV, TAC; (d) DCO/MV; (e) DCO_{totale}, DCO_{soluble}; (f) pH, N-NH₄⁺



3.2.1.2 Evolution des paramètres suivis dans les réacteurs

Les Figure 25, 26 et 27 présentent respectivement les évolutions au cours du temps des paramètres de suivi des réacteurs A, primaire et mixte. Pour tous les réacteurs, nous observons que les différents paramètres sont stabilisés dans le temps aux valeurs moyennes présentées dans le tableau 45 en 3.2.1.4. Ceci montre bien que sur les périodes d'exploitation des résultats, les réacteurs fonctionnent effectivement en régime stabilisé.

En comparant les Figure 22 (a) et Figure 24 (a), nous remarquons des tendances similaires d'évolution des concentrations en MS, MV et %MV. En effet, lorsque la concentration d'un de ces paramètres diminue dans la boue d'alimentation, cela se répercute sur la concentration correspondante du digestat avec un temps de réponse d'une dizaine de jours (e.g. début de chute du taux de MV (%MV) de la boue au jour 215, début de chute de %MV dans le réacteur A au jour 225. Nous notons également l'effet de lissage du digesteur par rapport à ces trois paramètres. En Figure 22 (b), un pic très important des concentrations en AGV et en DCO_{soluble} apparaît. Ce pic est lié à une mauvaise manipulation du réacteur dont une ouverture (2 cm de diamètre) du couvercle est restée ouverte pendant 24 heures provoquant une entrée d'oxygène dans le réacteur. On retrouve ce même pic dans la courbe Figure 22 (c) avec une augmentation du ratio AGV/TAC de 0,15 à 0,7. En revanche, on ne peut pas constater d'influence de cet événement sur la production de biogaz car ayant eu des problèmes d'étanchéité au gaz du réacteur, il n'y a pas eu de comptage de biogaz à cette époque. En Figure 22 (d), la fraction soluble de la DCO est d'environ 6-8%, valeur supérieure à celle de la boue d'alimentation. La figure 18 (e) montre des productions de biogaz et méthane en cumulées décrivant des droites ce qui permet de conclure à des productions constantes. Le réacteur A était donc en régime permanent pendant la période d'exploitation des données de biogaz.

En comparant les Figure 22 (a) et 26 (a), on émet le même commentaire que pour les figures 22 (a) et 25 (a). Le digesteur a un effet de lissage sur les concentrations en MS, MV et MV/MS avec un temps de réponse d'environ dix jours. En l'absence d'erreur de manipulation au contraire du réacteur A, le digesteur primaire présente des concentrations en AGV, TAC, N-NH₄⁺, DCO_{totale}, DCO_{soluble} et de production de biogaz constantes dans le temps sur la durée d'expérimentation (Cf. figures 19 (b), (c), (d), (e)) ce qui permet de conclure que le travail a été effectué en état stabilisé.

Similairement aux réacteurs A et primaire, le digesteur mixte permet de cet effet de lissage des concentrations en MS, MV, MV/MS (Cf. figure 24 (a) et 27 (a). Lors des vingt premiers jours, les concentrations en AGV et DCO_{soluble} (Cf. figure 20 (b)) sont plus élevées que par la suite (respectivement, de 1500 à 400 mg/L et 4,5 à 2 g/L). Cette période correspond au temps d'acclimatation du réacteur après inoculation. En effet, on remarque qu'un réacteur en boues mixtes prend davantage de temps à s'acclimater, cela étant cependant uniquement visible sur ces deux paramètres, AGV et DCO_{soluble}, que les réacteurs A et primaire. Malgré un inoculum issu du même type de boues et à la même température, la mise en réacteur entraînant une entrée importante d'oxygène dans le système, le réacteur et les

bactéries méthanogènes ont nécessité plus de temps pour se stabiliser. Néanmoins, cet évènement ne se répercute pas sur la production de biogaz (Cf. figure 27 (e)). La part soluble de la DCO est d'environ 5-6%.

Figure 25: Réacteur A. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH₄⁺, (c) AGV/TAC; (d) DCO_{totale}, DCO_{soluble}; (e) Productions cumulées de biogaz et de méthane

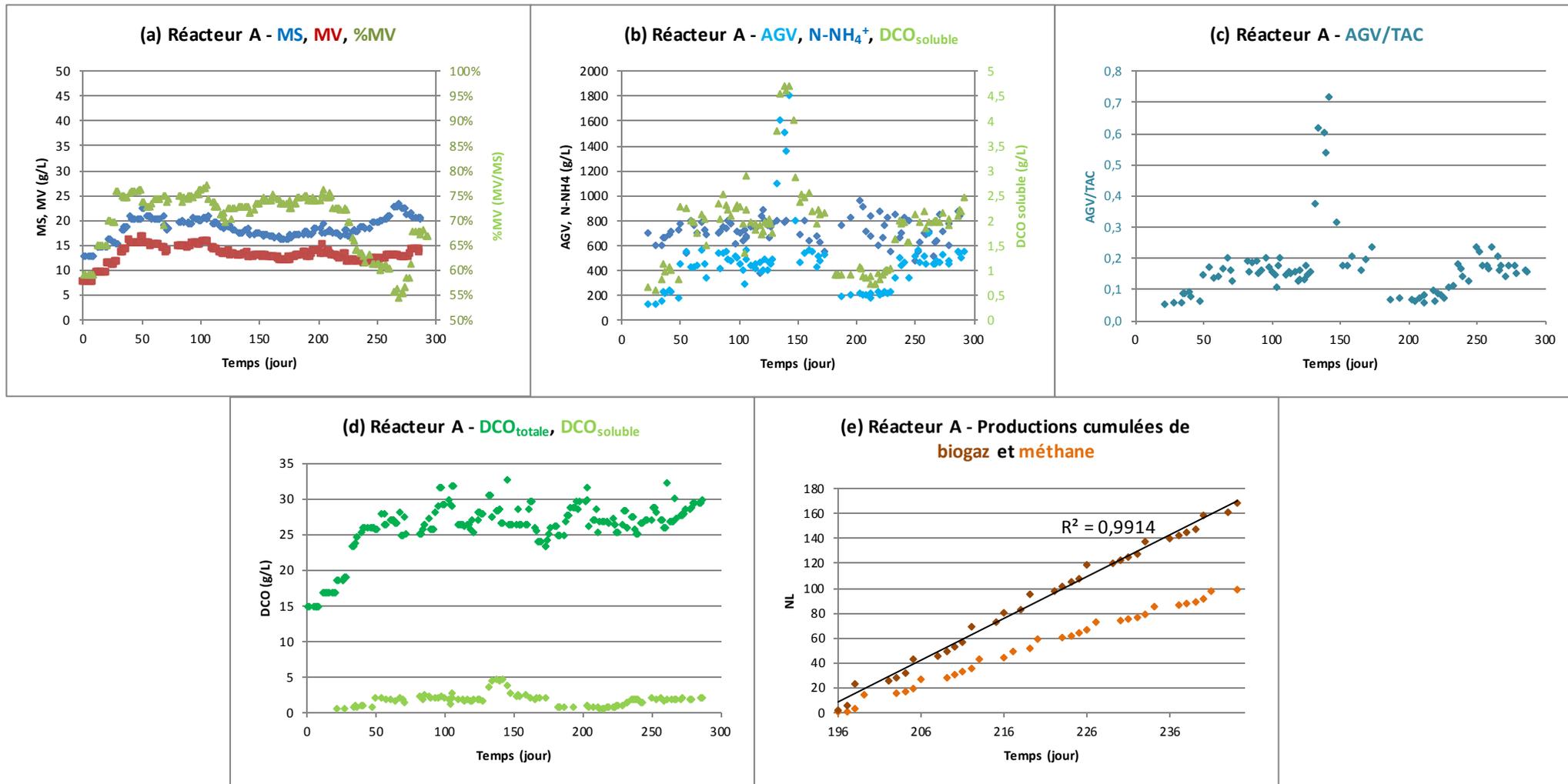


Figure 26: Réacteur Primaire. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH₄⁺, (c) AGV/TAC; (d) DCO_{totale}, DCO_{soluble}; (e) Productions cumulée de biogaz et de méthane

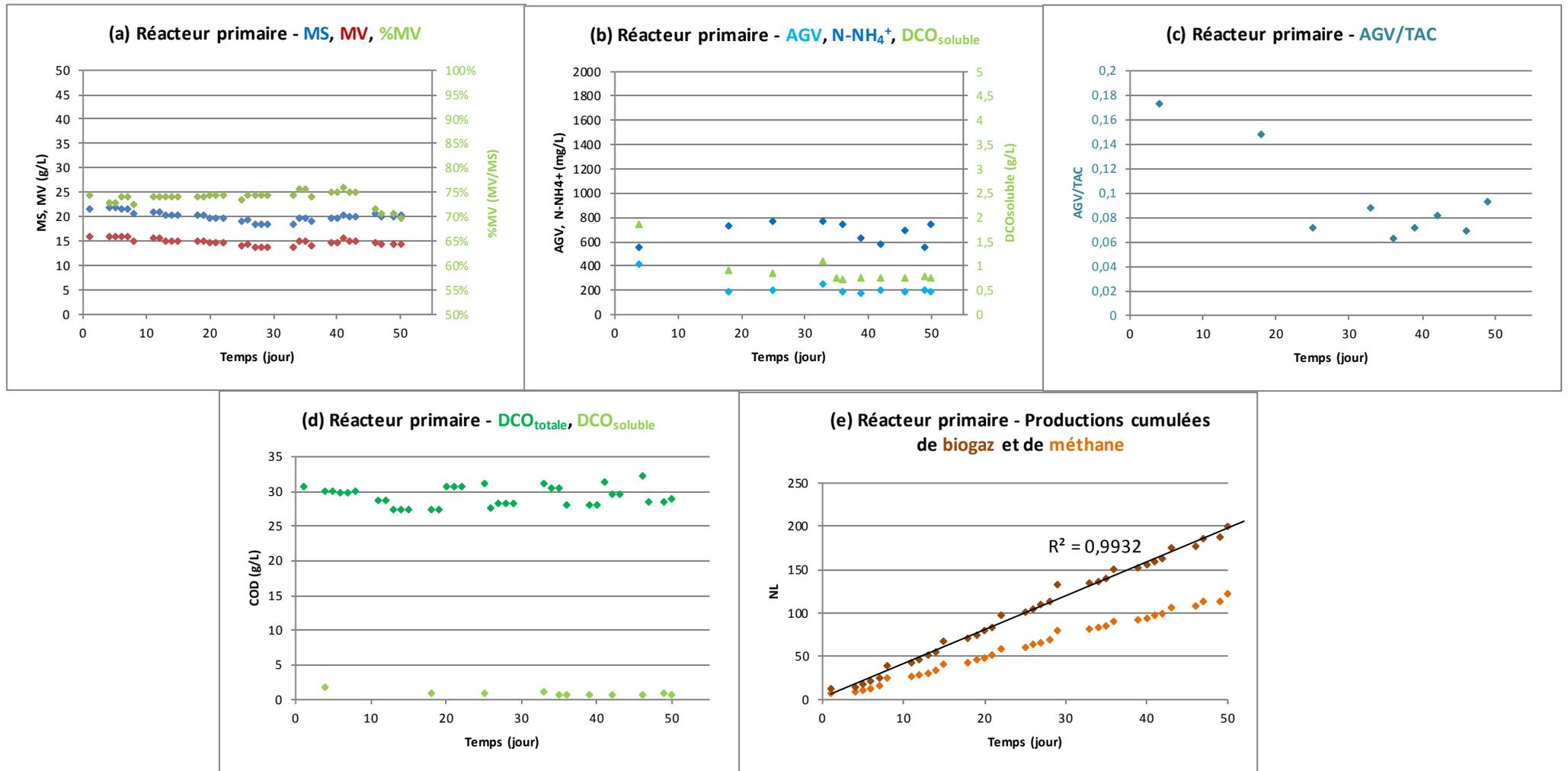
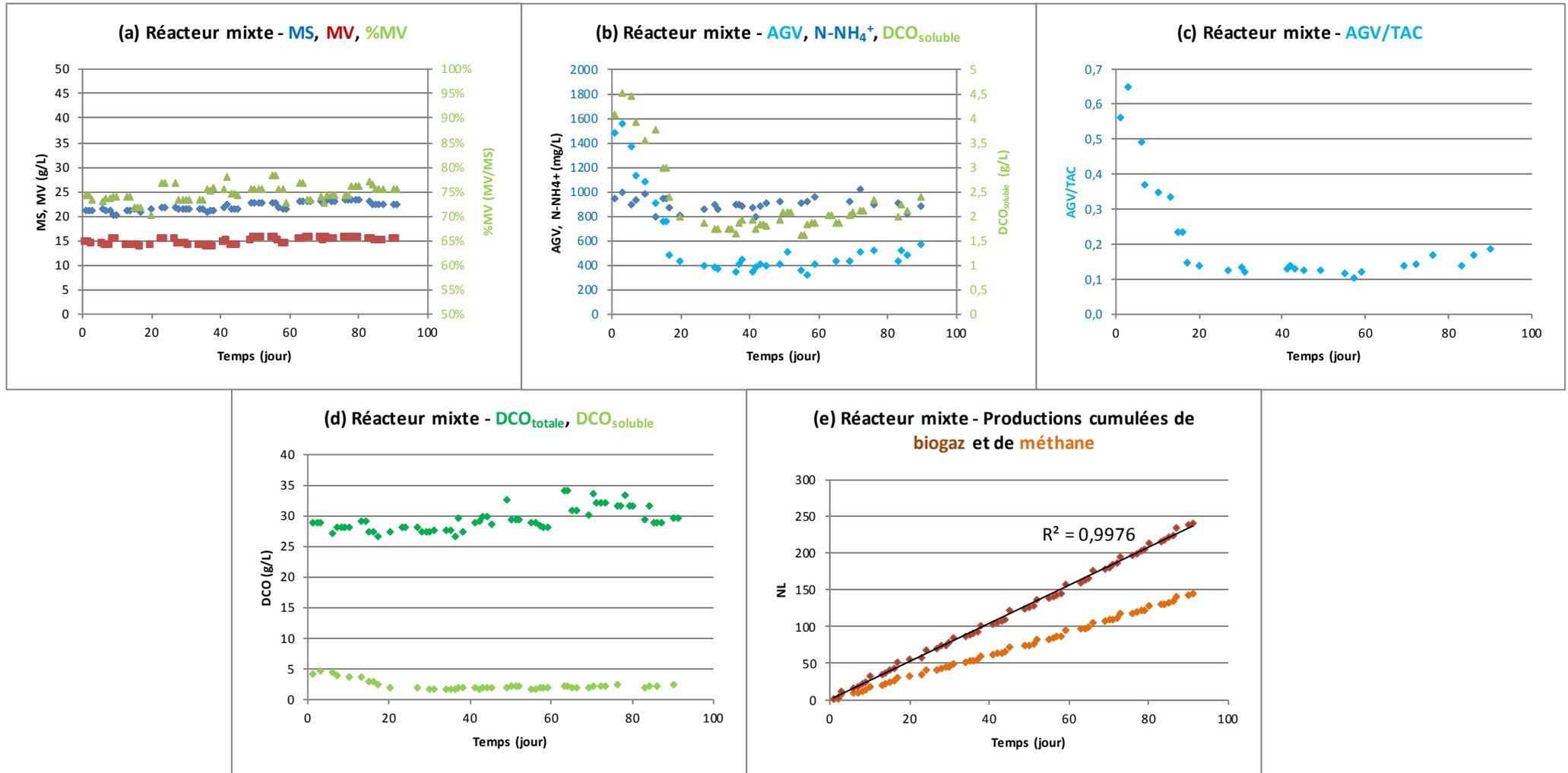


Figure 27: Réacteur mixte. Evolution dans le temps des paramètres: (a) MS, MV, %MV; (b) AGV, N-NH₄⁺, (c) AGV/TAC; (d) DCO_{totale}, DCO_{soluble}; (e) Productions cumulées de biogaz et de méthane



3.2.1.3 Cinétique de production de biogaz

Après avoir comparé les réacteurs vis-à-vis des paramètres de suivi de digestion, il peut être intéressant de regarder l'aspect cinétique de production de biogaz.

Comme nous l'avons vu lors des tests BMP, les vitesses de production de méthane entre les boues A et les boues primaires sont très proches. L'objectif de cette partie est d'analyser si cette particularité se retrouve au niveau des essais réalisés en continu.

Rappel sur l'alimentation des réacteurs :

Les jours ouvrés sauf le vendredi, les réacteurs sont alimentés avec 400 mL de boues fraîches. Les vendredis, afin de compenser l'absence d'alimentation durant le week-end, les réacteurs reçoivent « trois alimentations » d'un coup soit 1 200 mL.

A l'aide d'un enregistrement en ligne de la production de biogaz, les courbes de cinétique des productions sur une journée sont tracées en Figure 28.

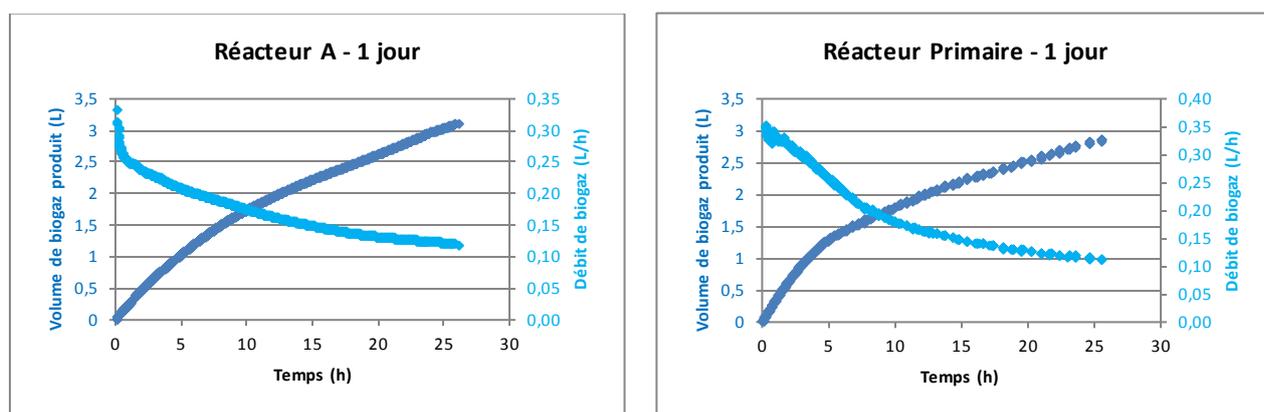


Figure 28 : Cinétique de production journalière de biogaz des réacteurs A (à gauche) et primaire (à droite)

Les cinétiques de production de biogaz des réacteurs A et primaire opérés dans les mêmes conditions sont quasi identiques tant en allure de courbe qu'en débit moyen, ces dernières sont résumées dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Cinétiques de production journalière de biogaz des réacteurs A et primaire à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m³/j

| | Temps de mesure (h) | Volume de biogaz (L) | Débit moyen calculé (L/h) |
|-------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|
| Réacteur A | 25,85 | 3,06 | 0,12 |
| Réacteur primaire | 25,53 | 2,82 | 0,11 |

Pour des raisons logistiques, les réacteurs sont alimentés le vendredi pour trois jours, recevant ainsi trois fois leur charge journalière en une alimentation. Les courbes en Figure 29 présentent les cinétiques de production de ces deux mêmes réacteurs pour deux jours d'alimentation journalière puis un jour d'alimentation pour trois jours. Les ressauts des courbes correspondent donc à une nouvelle alimentation.

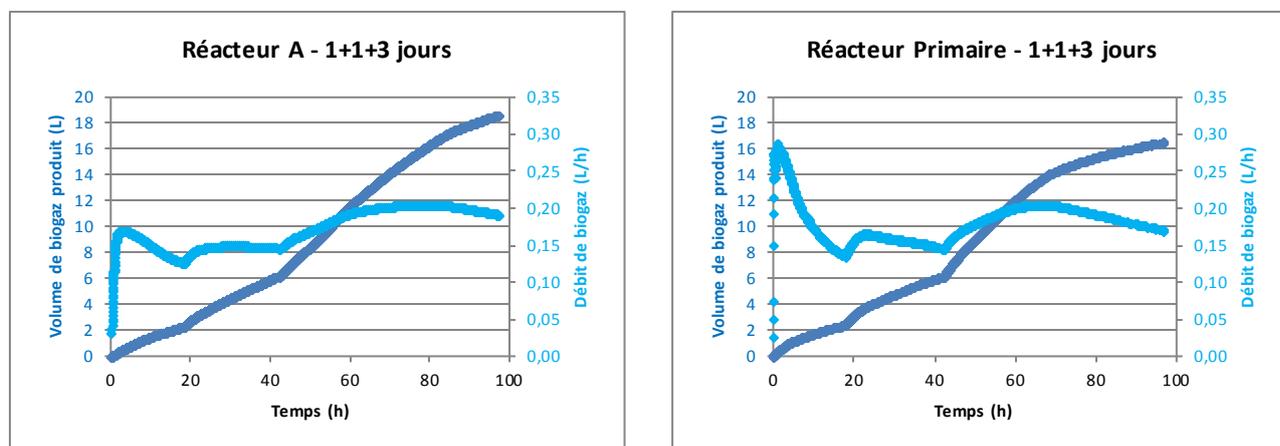


Figure 29 : Cinétique de production de biogaz pour trois jours d'alimentation des réacteurs A (à gauche) et primaire (à droite)

Les débits moyens de chacun des trois jours de suivi sont détaillés dans le Tableau 13. Nous constatons à nouveau que les cinétiques de production entre les digesteurs A et primaire dans les mêmes conditions opératoires sont très proches.

Nous remarquons également qu'avec une alimentation pour trois jours, le débit moyen et la production de biogaz sont généralement supérieurs à ceux correspondant à une alimentation pour un jour. Ceci montre que ces deux réacteurs ne sont pas au maximum de leur charge. Cette spécificité se retrouve en traçant le volume de biogaz produit par jour pour les trois réacteurs (suivi sur quatre semaines) en Figure 30.

Tableau 13 : Cinétique de production de biogaz des réacteurs A et primaire à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m³/j pour 1+1+3 jours d'alimentation

| | Temps de mesure (h) | Volume de biogaz (L) | Débit moyen calculé (L/h) |
|--------------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|
| Réacteur A | | | |
| 1 jour | 16,16 | 2,08 | 0,13 |
| 1 jour | 24,21 | 3,91 | 0,16 |
| 3 jours | 55,26 | 12,56 | 0,23 |
| Réacteur primaire | | | |
| 1 jour | 16,16 | 2,27 | 0,14 |
| 1 jour | 24,21 | 3,74 | 0,15 |
| 3 jours | 55,26 | 10,46 | 0,19 |

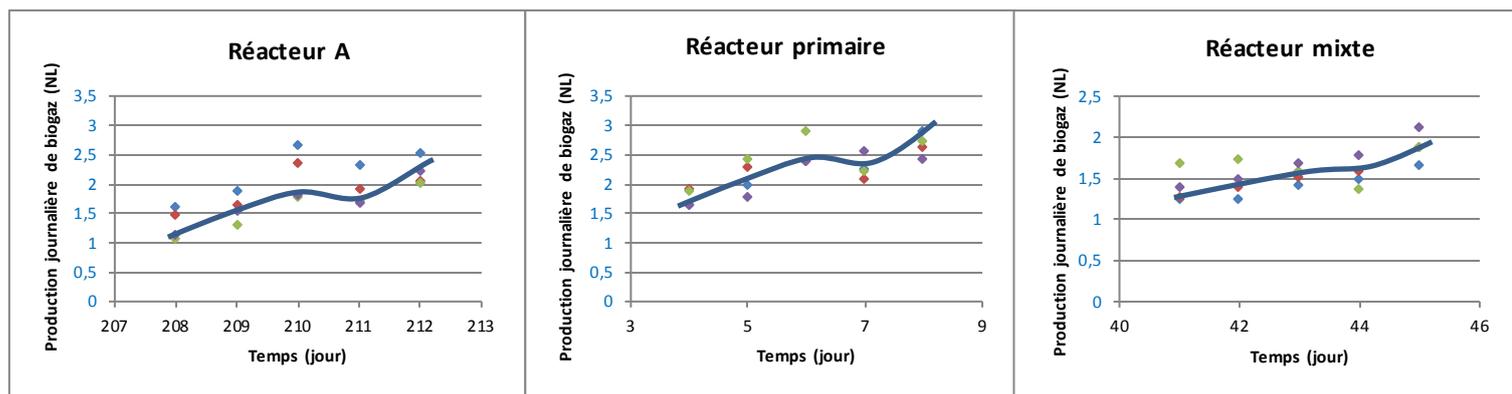


Figure 30: Productions de biogaz journalières des réacteurs A, primaire et mixte à 37°C et OLR = 1,5 kgMV/m³/j. Mise en parallèle de quatre semaines de production

Le dernier point de chaque courbe correspondant à la production de biogaz du vendredi au dimanche est bien généralement supérieur aux autres jours de la semaine. Toutes les courbes présentent la même allure avec deux *maxima* les mercredis et les vendredis.

3.2.1.4 Données de référence pour les digesteurs A, primaire et mixte à 37°C et à OLR = 1,5 kgMV/m³/j

Le Tableau 14 présente les valeurs des paramètres de suivi des digesteurs A, primaire et mixte en régime stabilisé en digestion mésophile pour une charge organique de 1,5 kgMV/m³/j.

Tableau 14: Caractéristiques des digestats des réacteurs A, primaire et mixte à 37°C et à OLR = 1,5 kgMV/m³/j en régime stabilisé

| | Réacteur A | Réacteur primaire | Réacteur mixte |
|--------------------------------|-----------------------------------|-------------------|----------------|
| pH | 7,21 ± 0,04 | 7,20 ± 0,07 | 7,28 ± 0,04 |
| MS | g/L 19,41 ± 1,52 | 20,04 ± 0,74 | 22,43 ± 0,67 |
| MV | g/L 12,60 ± 0,63 | 14,79 ± 0,56 | 15,01 ± 0,54 |
| MV | %MS 65,2% ± 6% | 73,8% ± 1,0% | 66,9% ± 0,9% |
| DCO totale | g/L 27,85 ± 1,32 | 29,25 ± 1,23 | 29,72 ± 1,64 |
| DCO soluble | g/L 1,56 ± 0,51 | 0,91 ± 0,21 | 1,92 ± 0,15 |
| DCOs/DCOt | 5,5% ± 1,9% | 3,1% ± 0,9% | 6,4% ± 0,4% |
| AGV | mgHAc/L 397 ± 129 | 216 ± 46 | 423 ± 51 |
| TAC | mgCaCO ₃ /L 2876 ± 318 | 2459 ± 165 | 3090 ± 146 |
| AGV/TAC | 0,13 ± 0,04 | 0,10 ± 0,03 | 0,13 ± 0,03 |
| N-NH ₄ ⁺ | mg/L 730 ± 105 | 676 ± 79 | 887 ± 34 |
| Nombre d'échantillons | 36 | 17 | 28 |

Nous notons à nouveau que les réacteurs A et primaires présentent des caractéristiques très similaires. Tous les réacteurs possèdent un ratio AGV/TAC < 0,15 et des fractions de DCO_{soluble}

inférieurs à 7% confirmant le bon fonctionnement (Moletta, 2011) de la digestion et tout particulièrement un bon développement des bactéries méthanogènes.

3.2.2 Bilans de fonctionnement

Cette partie cherche à comparer les rendements et les productions spécifiques de méthane de la digestion de boues A issues du pilote A/B, de boues primaires et mixtes issues de la station de traitement des eaux usées de Kranji, toutes choses égales par ailleurs, lors d'un fonctionnement en continu.

Le Tableau 15 explicite les conditions d'opération, similaires pour tous les réacteurs ainsi que la période d'étude dont les résultats présentés par la suite sont issus.

Tableau 15: Conditions opératoires pour la digestion des boues A, primaires et mixtes

| Paramètres | Réacteur boues A | Réacteur boues primaires | Réacteur boues mixtes |
|------------------------------|---------------------|-----------------------------|--------------------------|
| Température (°C) | 37 | 37 | 37 |
| OLR (kgMV/m ³ /j) | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| Temps de séjour (j) | 16 | 16 | 16 |
| Période de résultat | 50 jours, > 3 TSH | 90 jours, > 5 TSH | 50 jours, > 3 TSH |

Les périodes utilisées pour l'exploitation des résultats sont choisies lorsque les réacteurs fonctionnent en régime stabilisé comme il est possible de constater en Figure 25 (d), Figure 26 (d) et Figure 27 (d) où, par exemple, les concentrations en DCO_{totale} sont constantes dans le temps. Nous pouvons faire ce même constat sur les Figure 25 (e), Figure 26 (e) et Figure 27 (e) où les productions cumulées de biogaz peuvent être assimilées à des droites ($R^2 > 0,99$). Par ailleurs, ces périodes de résultat sont toutes supérieures à trois temps de séjours, ce qui témoigne d'un fonctionnement stable.

3.2.2.1 Acclimatation des réacteurs

Mata-Alvarez, 1990 explique que la durée d'acclimatation des digesteurs augmentent avec la charge appliquée. Convert, 1997 observe que cette durée d'acclimatation diminue si un prétraitement des boues est mis en place mais ce qui n'est pas le cas dans notre étude.

Les réacteurs sont inoculés avec du digestat du pilote de 2x3 m³ opéré à 37°C et digérant des boues mixtes. Les 5 Litres de volume utile sont entièrement remplis. L'acclimatation des réacteurs dure trois temps de séjour avec une première phase d'un temps de séjour à demi-charge : 0,75 kgMV/m³/j. Au cours de ce premier temps de séjour, aucun pic de DCO_{soluble} (DCO_{soluble} < 2 g/L) n'est constaté. Le ratio AGV/TAC ne dépasse pas 0,15 sur l'ensemble des réacteurs. Il est donc décidé de passer à la charge nominale : 1,5 kgMV/m³/j. Pour chaque réacteur, les concentrations en DCO_{totale}, MV et productions de biogaz sont constantes après 2 à 2,5 temps de séjour selon les réacteurs, ce qui signifie donc que les digesteurs ont atteint leur régime permanent. Le digesteur en boues mixtes est le plus long à stabiliser. Ceci pourrait paraître étonnant étant donné que l'inoculum provient d'un

digesteur alimenté avec les mêmes boues. Néanmoins, la charge du réacteur de 5 Litres étant plus élevée de 50% que celle du pilote, nous estimons que c'est pour cette raison que sa stabilisation est plus longue que les autres réacteurs en boues A et primaires qui présentent des digestibilités supérieures que les boues mixtes.

3.2.2.2 Performances des digesteurs

Les Figures Figure 31 Figure 32 Figure 33 présentent respectivement les performances des digesteurs en boues A, primaire et mixte à 37°C :

- $(DCO_{sortante} + CH_4 \text{ eq DCO}) / DCO_{entrante}$
- Abattements en MV et DCO
- Production cumulée de CH₄ en fonction de la masse cumulée en MV entrante
- Production cumulée de CH₄ en fonction de la masse cumulée de DCO entrante

Figure 31: Performances du digesteur en boues A à 37°C. (a) $(DCO_{\text{sortante}} + CH_4 \text{ eq DCO}) / DCO_{\text{entrante}}$; (b) Abattements en MV et DCO ; (c) Production cumulée de CH_4 en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH_4 en fonction de la masse cumulée de DCO entrante

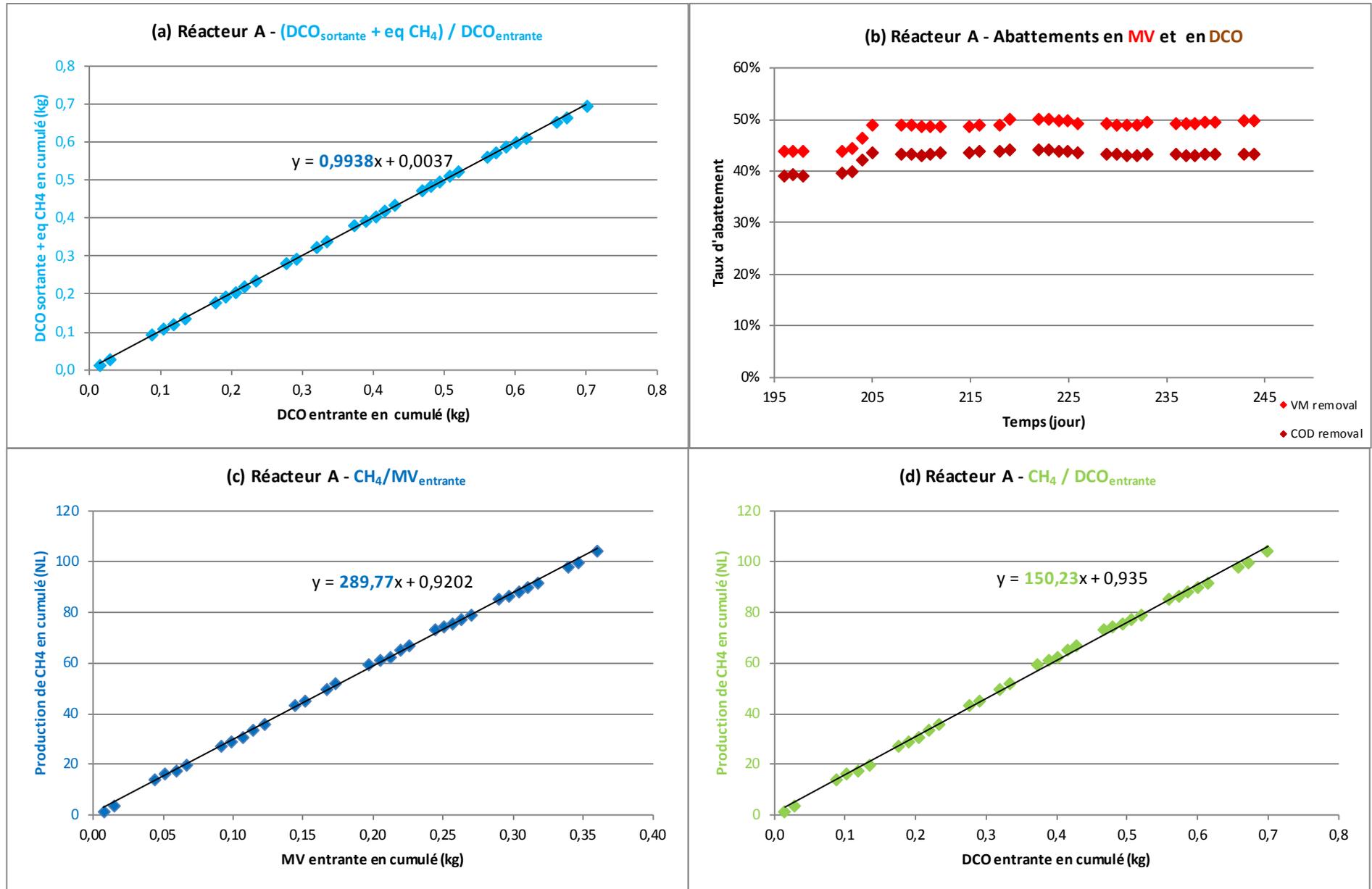


Figure 32: Performances du digesteur en boues primaires à 37°C. (a) (DCOsortante + CH4 eq DCO) / DCOentrante ; (b) Abattements en MV et DCO ; (c) Production cumulée de CH4 en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH4 en fonction la masse de DCO entrante

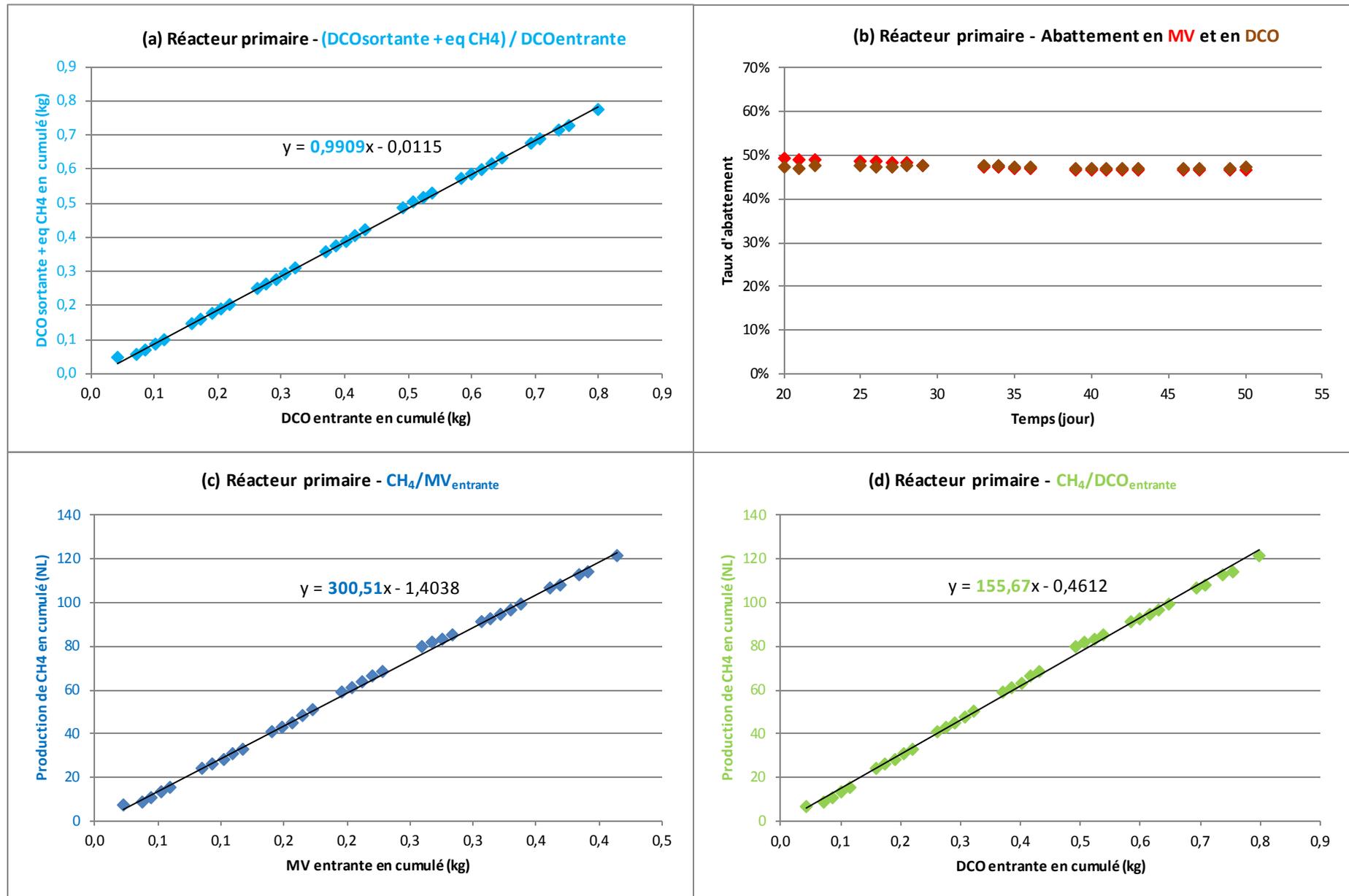
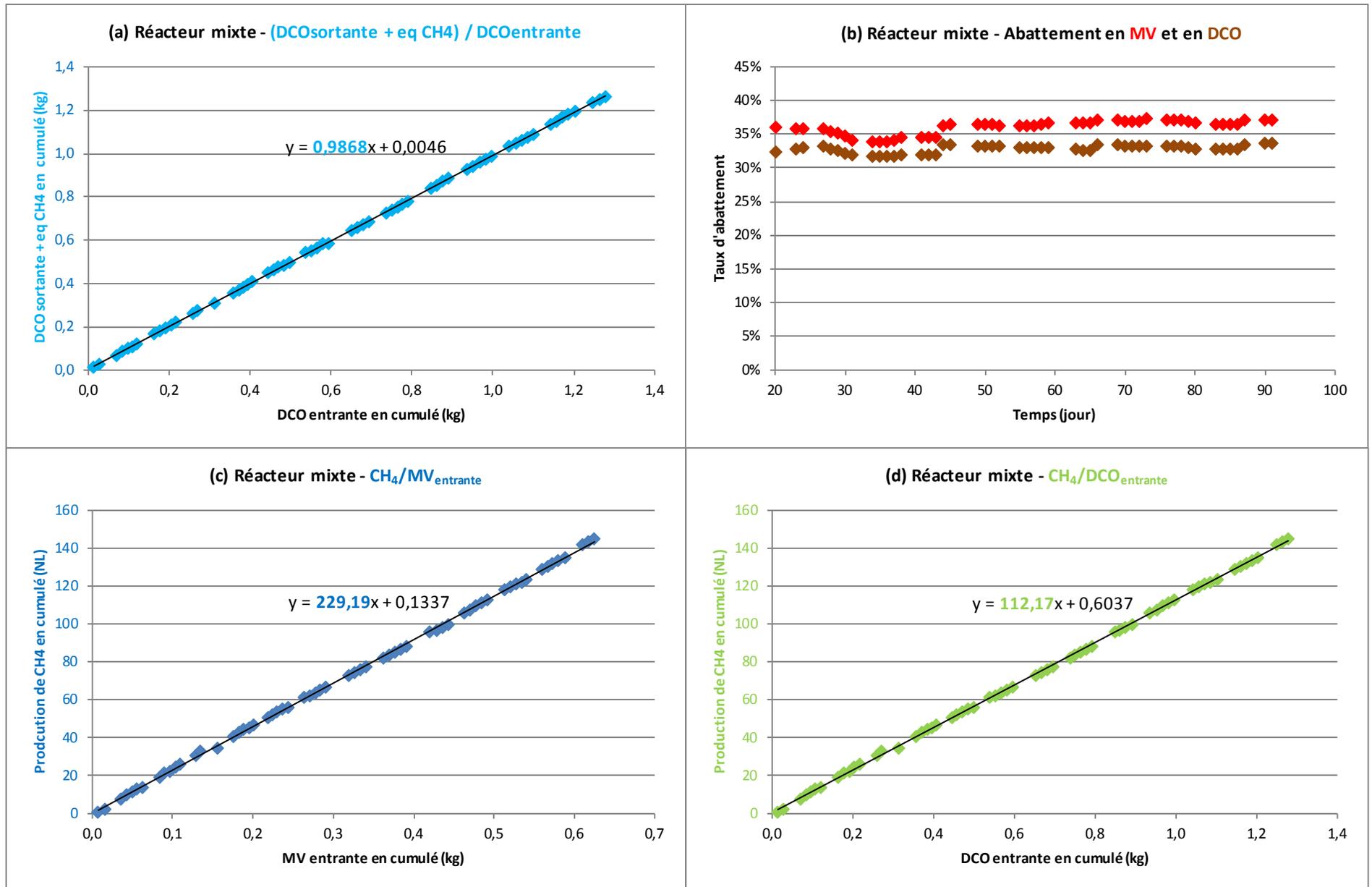


Figure 33: Performances du digesteur en boues mixtes à 37°C. (a) $(DCO_{sortante} + eq\ CH_4) / DCO_{entrante}$; (b) Abattements en MV et DCO ; (c) Production cumulée de CH₄ en fonction de la masse cumulée en MV entrante ; (d) Production cumulée de CH₄ en fonction de la masse de DCO entrante



Le Tableau 16 résume les performances obtenues avec les trois réacteurs dont les courbes sont explicitées en Figure 31, Figure 32 et Figure 33.

Tableau 16: Performances des digesteurs de 5 Litres en boues A, boues primaires et boues mixtes

| | Réacteur en boues A | Réacteur en boues primaires | Réacteur en boues mixtes |
|--|------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Abattement en MV | 48,5% | 45,3% | 36,4% |
| Abattement en MS | 43,0% | 40,6% | 30,6% |
| Abattement en DCO | 42,8% | 47,2% | 32,5% |
| L biogaz / kg MV _{entrante} | 470 | 494 | 380 |
| L CH ₄ / kg MV _{entrante} | 290 | 301 | 229 |
| L CH ₄ / kg DCO _{entrante} | 150 | 156 | 112 |
| L CH ₄ / kg COD _{dégradée} | 345 | 343 | 336 |
| Bilan de masse DCO bouclé à | 99,4% | 99,1% | 98,7% |

D'après Buswell, 1930, 1 g DCO_{consommée} équivaut à 350 LCH₄. Le bilan de masse en DCO pour chaque réacteur correspond à deux données :

- La courbe de la DCO_{sortante} ajoutée à la production de méthane en équivalent DCO en fonction de la DCO_{entrante} cumulée sur la période d'étude. La pente de la droite nous donne alors le taux de fermeture du bilan de masse en DCO.
- La courbe de la DCO_{sortante} en fonction de la DCO_{entrante} cumulée sur la période d'étude. La pente de la droite correspond ainsi au taux d'abattement en DCO. En effectuant le ratio de cette valeur et du taux d'abattement évalué par la formule du taux d'abattement, nous évaluons donc le taux de fermeture du bilan DCO.

$$\eta_{\text{DCO}} = (\text{DCO}_{\text{entrante}} - \text{DCO}_{\text{sortante}}) / \text{DCO}_{\text{entrante}}$$

Nous vérifions par ailleurs que les productions spécifiques de méthane par unité de masse de DCO dégradée sont proches de la valeur théorique de 350 LCH₄/kgDCO_{dégradée}. D'après le tableau 2, les valeurs obtenues sont en effet de 345, 343 et 336 LCH₄/kgDCO_{dégradée} pour les boues A, primaires et mixtes, respectivement. Ces données sont donc satisfaisantes et permettent de valider les autres résultats en termes d'abattement et de productions spécifiques de biogaz et méthane.

Enfin, la courbe (non présentée) qui représente les matières minérales sortantes en fonction de matières minérales entrantes est une droite de pente 0,94-0,96, nous travaillons donc avec moins de 10% d'erreur. Cette observation permet elle aussi de valider le travail effectué.

Les discussions à suivre compareront les résultats obtenus avec ceux trouvés dans la littérature. Nous décidons d'adopter le point-de-vue production spécifique de méthane par rapport à la masse de MV introduites. Nous choisissons ce point-de-vue plutôt que celui par rapport à la masse de DCO introduite car nous sommes convaincus que la mesure de MV est plus fiable que celle de la DCO. Par ailleurs, en

méthanisation des déchets organiques, la référence aux matières volatiles est beaucoup plus fréquente étant donné la difficulté parfois rencontrée de faire des mesures de DCO sur certains types de déchets. Enfin, nous aurions pu discuter par rapport à la masse de MV dégradée, mais une fois de plus, nous pensons que cette mesure est moins fiable que celle de la MV entrante en raison des possibles accumulations de matière organique dans les réacteurs, ceci étant dû à une agitation qui n'est pas toujours complètement performante.

Digesteur en boues mixtes

Del Borghi, 1999 a effectué des essais très similaires à ceux présentés dans ce chapitre dans des réacteurs de 3 L avec des boues mixtes issues d'une station de traitement des eaux usées municipales. Avec un temps de séjour de 14,4 jours, un OLR de 1,6 kgMV/m³/j et une température de 37°C, il parvient à une production spécifique de biogaz de 0,3 L/gMV_{entrante} avec une teneur en méthane de 62% ce qui correspond à une production spécifique de méthane de 186 LCH₄/kgMV_{entrante}. Au cours de nos essais, nous trouvons une valeur de 229 LCH₄/kgMV_{entrante} soit un peu plus de 20% de plus. Borowski, 2007, travaille avec des boues composées à 75% de boues primaires et 25% de boues secondaires, toujours en station municipale, sur des réacteurs de 7 L en digestion mésophile. Après un prétraitement aérobique thermophile, avec un temps de séjour de 21 jours et une charge entre 1,53 et 2,25 kgMV/m³/j, Borowski, 2007 obtient une production de 288 LCH₄/kgMV_{entrante}. Ce résultat est 1,25 fois supérieur au nôtre. Ceci peut s'expliquer par un part de boues primaire plus importante dans les boues mixtes que celle de la station de Kranji : 75% vs 65-70%. Néanmoins, il est fort probable que le facteur le plus influent soit le prétraitement appliqué aux boues par traitement aérobique thermophile qui permette d'atteindre une telle production avec des boues mixtes. En effet, ce prétraitement accélère le procédé d'hydrolyse et augmente ainsi la disponibilité des substances organiques pour les réactions suivantes dans le procédé de digestion anaérobie. De La Rubia, 2005 procède à des essais en pilote de 150 L sur des boues mixtes municipales également. En travaillant avec une charge de 1,26 kgMV/m³/j, un TSH de 27 jours et à 37°C, il parvient à une production de 0,40 m³CH₄/kgMV_{dégradée} et avec un abattement de la MV de 54% ce qui porte la production à 216 LCH₄/kgMV_{entrante}. Cette valeur très proche que celle obtenue lors de nos essais. En revanche, le temps de séjour utilisé par De la Rubia, 2005 est presque deux fois plus long, ce qui explique un abattement en MV nettement supérieur à celui obtenu sur les boues de Kranji (36,4%). En effet, plus le temps de séjour est long et plus la dégradation de la matière organique est avancée. Le choix du temps de séjour est en effet un compromis entre le taux de dégradation souhaité et la taille des digesteurs. Effectivement, les coûts liés au génie civil de telles structures que sont les digesteurs font grandement partie de la décision sur la taille et donc le temps de séjour des digesteurs. Moletta, 2011 propose plutôt des temps de séjour entre 16 et 21 jours pour la digestion mésophile de boues mixtes. Nous estimons également que les gains en production de biogaz et en abattement de la matière organique ne sont plus intéressants au-delà de 16-21 jours par rapport aux coûts d'investissement et d'exploitation des m³ supplémentaires nécessaires pour augmenter le temps de séjour Enfin, il existe des stations fonctionnant avec un temps de séjour supérieur à 21 jours en digestion mésophile mais la plupart

du temps, ceci est en raison de la surcapacité de la station et *a fortiori* des digesteurs afin de satisfaire la demande de traitement sur les années futures. Dans sa revue de vingt digesteurs en France, Couturier, 2001 observe une moyenne de production de spécifique de 225 LCH₄/kgMV_{entrante} pour la digestion de boues mixtes avec une grande majorité des digesteurs à 35-37°C. Nos résultats sont extrêmement proches de cette moyenne.

Digesteurs en boues primaires et en boues A

Ce que nous remarquons au premier abord, c'est la forte similitude des performances des digestions des boues A et des boues primaires, avec un léger avantage pour le réacteur en boues primaires en matière de production de méthane. Le taux d'abattement en MV est autour de 45-48% et la production spécifique de méthane autour de 290-300 LCH₄/kgMV_{entrante}. Cette dernière est de 26% supérieure à celle obtenue avec le réacteur alimenté en boues mixtes.

Les références en matière de digestion de boues primaires seules sont bien moins nombreuses qu'en digestion de boues mixtes. Ceci pour la simple raison qu'à l'échelle industrielle, il est peu commun de trouver des digesteurs séparés pour les boues primaires et secondaires. Nous ne sommes pas parvenus à trouver de références avec des conditions opératoires similaires qui nous permettraient de comparer nos résultats.

Des essais de digestion en réacteur de 10 Litres ont été menés au CIRSEE sur les boues primaires de la station d'Achères, Seine Aval, Grand Paris d'une capacité de traitement en temps sec de 1 500 000 m³/j. Sous les mêmes conditions opératoires que nos essais, le réacteur présente une production spécifique entre 260-280 LCH₄/kgMV_{entrante}. Ce résultat est très proche de celui que nous avons obtenu.

En 2014, Suez Environnement a mené une étude sur tous les digesteurs opérés par le groupe ; environ 80 digesteurs de station de traitement des eaux usées municipales ont été étudiés. Neuf d'entre eux sont alimentés uniquement en boues primaires, avec des températures allant de 30°C à 37°C selon les stations et un temps de séjour de 20-35 jours. Le taux d'abattement sur les MV est de 50-65%. La production moyenne de biogaz est d'environ 400 Lbiogaz/ kgMV_{entrante} pour une teneur en méthane entre 60 et 65%. En combinant ces valeurs, nous trouvons une production spécifique de méthane moyenne de 250 LCH₄/kgMV_{entrante}. A nouveau, ce résultat est cohérent à celui obtenu au cours de nos essais.

Eladawy et Wett, 2009 étudient la digestion des boues primaires et secondaires d'une station de traitement des eaux usées domestiques en utilisant le modèle ADM1. Ce travail est le seul trouvé dans la littérature qui étudie également la digestion des boues A et des boues B. Celles-ci proviennent de la station de Strass en Autriche, la station de référence pour le procédé A/B. Le Tableau 17 illustre les résultats obtenus en matière de performances de digestion.

Tableau 17 : Taux d'abattement en MV obtenus par Eladawy, 2009

| | Abattement en MV |
|-------------------|---------------------|
| Boues primaires | 53% |
| Boues secondaires | 40% |
| Boues A | 60% |
| Boues B | 30% |

L'abattement en MV pour la digestion des boues A est de 60% ce qui est plus élevé que la valeur que nous avons obtenus : 49%. Nous constatons cette même différence quant à la digestion des boues primaires, étant respectivement de 45% et 53%.

Pour conclure sur cette comparaison, nous observons qu'en conditions mésophiles, la méthanisation des boues A issues du procédé A/B est quasi équivalente à celle des boues primaires issues d'une station de traitement des eaux usées conventionnelle, avec des performances en matière d'abattement de la matière organique et de production de méthane légèrement supérieures pour la digestion des boues primaires. **La digestion des boues A à 37°C présente une production de méthane de 27% supérieure à la digestion de boues mixtes conventionnelles à cette même température.**

3.3 Essais pilotes de digestion anaérobie : étude de l'effet de la température

3.3.1 Influence de la température sur la digestion des boues A

Les chapitres précédents permettent de mieux appréhender ces boues quasi inconnues que sont les boues A ainsi que leur digestion. En effet, en comparant ces boues avec d'autres types de boues davantage étudiées et en faisant de même pour leur comportement en digestion anaérobie, nous en avons conclu que les boues A se rapprochent très fortement des boues primaires et ceci en termes de caractérisation de la boue fraîche mais aussi de sa digestibilité.

Dans cette partie, nous cherchons donc à aller plus loin dans la connaissance de la méthanisation des boues A. Nous allons comparer leur digestion à différentes températures : 30°C, 37°C et 55°C. Enfin, nous essaierons de travailler à des charges organiques appliquées plus élevées : 2 et 2,5 kgMV/m³/j.

3.3.1.1 Différentes températures

La majorité des digesteurs industriels sont opérés à température ambiante, en conditions mésophiles (35-37°C) ou en conditions thermophiles (55-60°C). La température ambiante à Singapour est de 30°C et ce durant toute l'année étant donné le climat équatorial de cette cité-état. Nous étudions donc la méthanisation des boues A à 30°C, 37°C et 55°C dans les mêmes réacteurs de 5 Litres utilisés préalablement. Les conditions opératoires sont les mêmes que pour les essais précédents et sont résumés dans le Tableau 18. Les réacteurs sont donc tous alimentés en boues A dans les mêmes conditions opératoires, seules les températures de consigne diffèrent selon les réacteurs.

Tableau 18: Conditions opératoires pour la digestion des boues A à 30°C, 37°C et 55°C

| Boues A | Réacteur à 30°C | Réacteur à 37°C | Réacteur à 55°C |
|------------------------------|------------------|------------------|------------------|
| TSH (jours) | 16 | 16 | 16 |
| OLR (kgMV/m ³ /j) | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| Période de résultats | 30 jours ; 2 TSH | 50 jours ; 3 TSH | 70 jours ; 4 TSH |

Les périodes de résultats correspondent à un fonctionnement stabilisé pour tous les réacteurs. En effet, les productions de biogaz et les concentrations en MV et DCO des digestats sont constants au cours de la période. Par manque de temps, seuls deux temps de séjour ont été exploités pour le réacteur à 30°C. Néanmoins, nous considérons les résultats validés car le régime permanent est solidement installé. Pour les autres réacteurs, les résultats sont analysés sur une durée de trois temps de séjour.

Acclimatation des réacteurs

Les réacteurs à 30°C et 55°C étaient au préalable alimentés respectivement en boues primaires et en boues mixtes. Afin de passer les réacteurs en alimentation de boues A, une période d'un temps de séjour (16 jours) est observée à demi-charge : 0,75 kgMV/m³/j.

Le changement de température se fait en une fois. Le réacteur à 30°C s'acclimate vite et ne montre aucune accumulation significative d'AGV ou de DCO_{soluble} (AGV < 400 mg/L ; DCO_{soluble} < 2 g/L). Après le temps de séjour à demi-charge, la charge nominale est appliquée : 1,5 kgMV/m³/j. Après un peu moins d'un temps de séjour, les concentrations en MV et DCO_{totale} sont stabilisées au sein du réacteur, un temps de séjour supplémentaire est observé avant d'exploiter les données de performance de digestion du réacteur à 30°C.

Le réacteur à 55°C, malgré la demi-charge appliquée, s'acidifie très rapidement. La concentration en AGV atteint 1300 mg/L. Après trois temps de séjour à demi-charge, par manque de temps, nous décidons de tout de même passer à pleine charge.

Performances des digesteurs

La Figure 34 présente les productions spécifiques de méthane par rapport à la masse de MV introduite pour les trois réacteurs aux températures différentes.

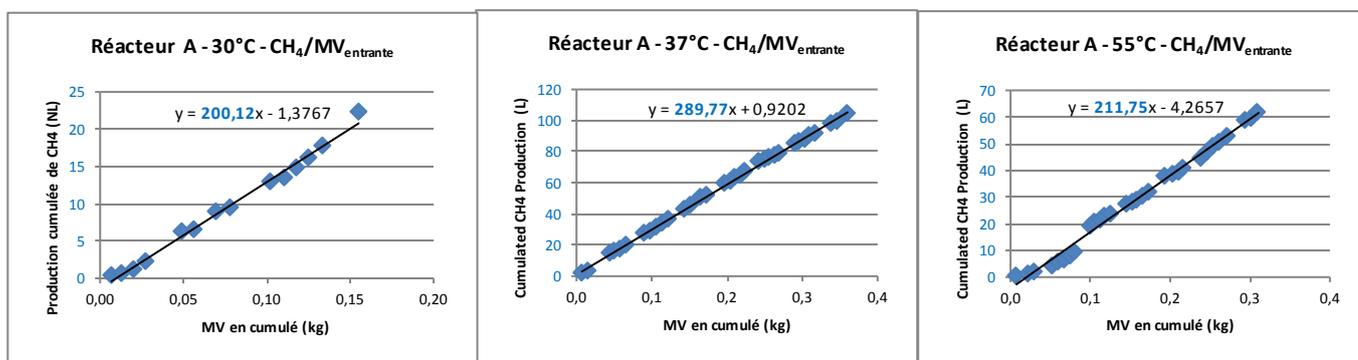


Figure 34 : Production cumulée de méthane par masse de MV entrante pour les réacteurs à 30°C, 37°C et 55°C, tous alimentés en boues A

Le Tableau 19 résume les performances obtenues.

Tableau 19: Performances des digesteurs de 5 L à 30°C, 37°C et 55°C alimentés en boues A, à OLR = 1,5 kgMV/m³/j.

| | 30°C | 37°C | 55°C |
|--|-------|-------|-------|
| Taux d'abattement en MV | 43,6% | 48,5% | 42,2% |
| Taux d'abattement en MS | 37,9% | 43,0% | 38,4% |
| Taux d'abattement en DCO | 34,0% | 42,8% | 40,8% |
| L CH ₄ / kg MV _{entrante} | 200 | 290 | 212 |
| L CH ₄ / kg DCO _{entrante} | 103 | 150 | 115 |
| Bilan de masse DCO bouclé à | 97,5% | 99,4% | 96,5% |

Les bilans de masse en DCO des réacteurs sont tous bouclés à plus de 95% d'après l'annexe 4, les résultats obtenus sont donc valables.

Les performances obtenues avec le réacteur à 55°C sont très faibles pour une digestion thermophile de boues A que nous pensions comparer avec une digestion thermophile de boues primaires. Malheureusement, nous n'avons pas trouvé de référence dans la littérature d'une telle digestion avec les mêmes conditions opératoires que nous avons utilisées. Nous pensons que, étant donné la forte biodégradabilité des boues primaires, il n'est très certainement pas intéressant de digérer ces boues à 55°C. Wilson, 2008 évalue la production spécifique de méthane en conditions thermophiles sur des réacteurs de 22,5 L à 53°C sur des boues mixtes, à 400 L CH₄/MV_{entrante}. Les performances que nous obtenons sont faibles ; il semble que la méthanisation au sein du réacteur à 55°C ne se développe pas pleinement. En effet, après trois temps de séjour dédiés à l'acclimatation, le réacteur continue son acidification. Nous essayons de baisser la charge à deux reprises pour repasser à demi-charge pendant 10 jours mais aucune amélioration notable n'est observée. Nous repassons donc à pleine charge jusqu'à la fin des expérimentations. La concentration des AGV demeure constante à 2000 mg/L. Le ratio AGV/TAC oscille autour de 0,6 et 0,9 ce qui est nettement supérieur aux valeurs de bon fonctionnement de la méthanisation des boues : AGV/TAC < 0,15 (Moletta, 2011). Cette valeur élevée du ratio AGV/TAC montre une forte acidification du digesteur. Après quatre mois d'opération, les observations en matière d'acidification restent les mêmes. La production de biogaz n'augmente jamais de manière significative pour arriver à des taux de production que l'on pourrait espérer avec un digesteur thermophile. La production spécifique de méthane reste autour de 210 LCH₄/kgMV_{entrante}, valeur plus faible que pour la digestion mixtes en conditions mésophiles (Cf. 3.2.2.), pourtant avec la même charge appliquée, ou encore que pour le réacteur en boues A à 37°C. Tout ceci montre que la réaction de méthanogenèse n'a jamais réussi à s'établir complètement. Nous ne pouvons donc pas prendre en compte les résultats des performances obtenus sur la digestion des boues A en conditions thermophiles.

Le réacteur à 30°C présente une production spécifique de méthane de 200 LCH₄/kgMV. Ainsi, le réacteur à 37°C produit 45% plus de méthane que le réacteur à 30°C. Ce résultat est le fait de cinétiques de dégradation plus faibles à 30°C. En effet, les cinétiques biologiques sont très influencées par la

température (Mahmoud, 2004). Enfin, il a été observé que le réacteur à 37°C est plus efficace que les autres réacteurs pour absorber les pics d'AGV survenus à cause de mauvaises manipulations ou mauvaises qualités de boues d'alimentation. Nous en concluons une bonne stabilité de la digestion des boues A en conditions mésophiles.

3.3.1.2 Augmentation de la charge

Après avoir étudié la digestion des boues A à différentes températures, nous nous concentrons sur leur méthanisation avec des charges appliquées plus élevées. Le Tableau 20 résume les conditions opératoires et les charges testés sur les différents réacteurs.

Tableau 20: Conditions opératoires des réacteurs à 30°C, 37°C et 55°C pour les augmentations de charges

| Boues A | Réacteur à 30°C | Réacteur à 37°C | Réacteur à 37°C | Réacteur à 55°C |
|------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| TSH (jours) | 12 | 12 | 9,5 | 9,5 |
| OLR (kgMV/m ³ /j) | 2 | 2 | 2,5 | 2,5 |
| Période de résultats | 37 jours ; > 3 TSH | 20 jours ; > 2 TSH | 20 jours ; > 2 TSH | 15 jours ; 1,5 TSH |

Les périodes de résultats correspondent à nouveau à un fonctionnement stabilisé des réacteurs. Les changements de charge se font en une fois. Les réacteurs à 30°C et 37°C ne montrent aucun signe d'acidification (ex : AGV < 400 mg/L). Ce qui n'est pas le cas du réacteur à 55°C, qui est déjà acidifié.

Les performances obtenues sont résumées dans le Tableau 21.

Tableau 21: Performances des digesteurs en boues A à différentes charges appliquées

| | 30°C OLR = 2 | 37°C OLR = 2 | 37°C OLR = 2,5 | 55°C OLR = 2,5 |
|--|-----------------|-----------------|-------------------|-------------------|
| Taux d'abattement en MV | 49,1% | 51,3% | 52,3% | 47,2% |
| Taux d'abattement en DCO | 41,8% | 43,2% | 44,2% | 33,2% |
| L CH ₄ / kg MV _{entrante} | 178 | 260 | 278 | 225 |
| L CH ₄ / kg DCO _{entrante} | 95 | 135 | 142 | 115 |
| Bilan de masse DCO bouclé à | 97,5% | 96,2% | 97,4% | 96,5% |

Les bilans de masse en DCO des réacteurs sont tous bouclés à plus de 95% (Cf. Annexe 4), les résultats obtenus sont donc valables.

Pour ce qui concerne le réacteur à 30°C, les performances se dégradent en passant d'une charge de 1,5 à 2 kgMV/m³/j. Par exemple, la production spécifique de méthane diminue de 10%. Nous pouvons donc en déduire qu'à 30°C, le digesteur est déjà à sa charge maximale à 1,5 kgMV/m³/j. Par ailleurs, nous vérifions ce fait à l'aide de données de cinétique de production présentée en Figure 35 (même méthodologie qu'en 3.2.1.3).

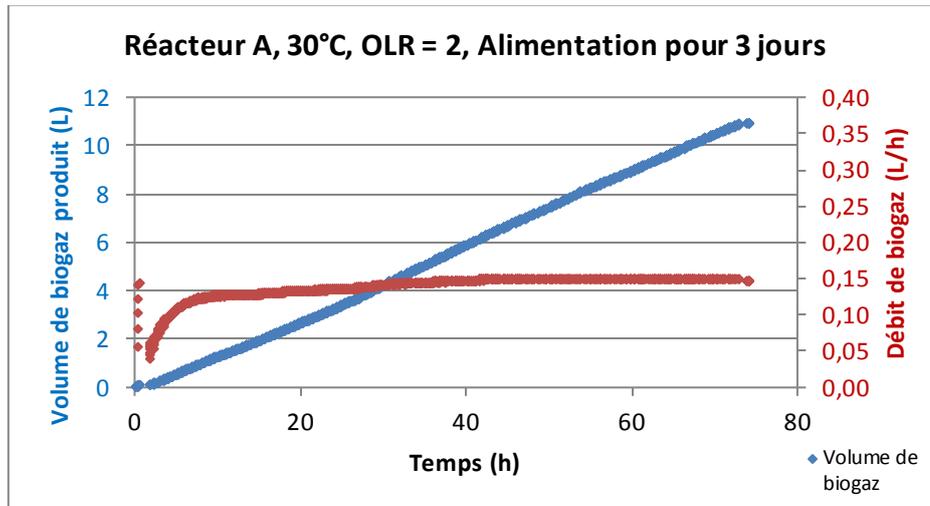


Figure 35: Cinétique de production de biogaz pour le digesteur en boues A, à 30°C et à OLR = 2 kgMV/m³/j

La courbe bleue correspond à la production de biogaz cumulée en fonction du temps pour une alimentation du vendredi (trois jours). On n'observe pas de changement de pente sur les trois jours ce qui signifie que le réacteur est donc au-delà de sa capacité maximale. Si ce n'était pas le cas, nous devrions observer une inflexion de la courbe pour arriver à un plateau. (Cf. 3.2.1.3)

Les performances du réacteur à 55°C à OLR = 2,5 kgMV/m³/j sont légèrement supérieures qu'à un OLR de 1,5 kgMV/m³/j. Cependant, nous ne pouvons imputer ce fait au changement de charge étant donné que le réacteur est toujours acidifié et que l'amélioration obtenue est très faible (5%). A nouveau, nous ne pouvons pas retenir les performances obtenues avec ce réacteur.

La Figure 36 donne à voir la production spécifique de méthane du réacteur en boues A à 37°C pour les OLR suivants : 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m³/j.

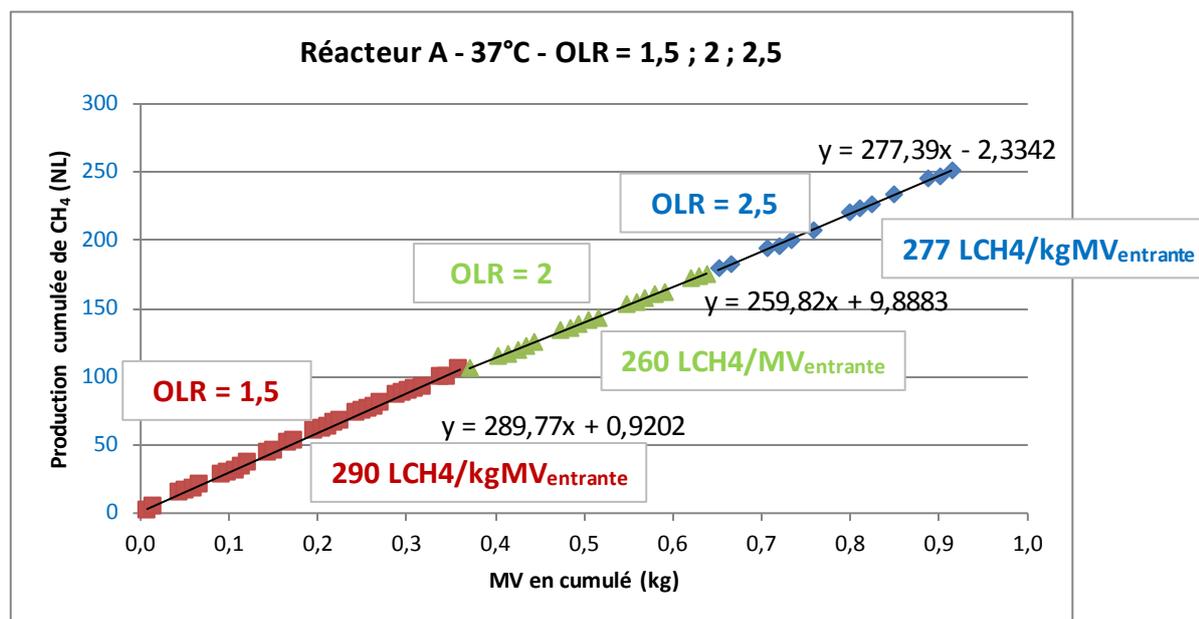


Figure 36 : Productions spécifiques de méthane pour le réacteur en boues A à 37°C, OLR = 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m³/j

Les pentes des trois courbes de couleur qui représentent les productions spécifiques de méthane, sont toutes similaires. En ajoutant les données du Tableau 21, nous pouvons conclure que la digestion des boues A à 37°C présente les mêmes performances à OLR = 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m³/j. Ceci montre une très bonne digestibilité des boues A avec la possibilité de travailler avec des charges supérieures à 2,5 kgMV/m³/j. Il aurait été intéressant d'essayer de monter la charge à 3 ou même à 3,5 kgMV/m³/j, malheureusement, le temps ne nous l'a pas permis. Pouvoir travailler à une charge de 2,5 en digestion à 37°C pose la question de la pertinence de passer en digestion thermophile. Notre expérience nous pousse à croire que la digestion à 37°C des boues A est satisfaisante.

De ces essais de digestion sur les boues A à différentes températures et charges, nous pouvons ainsi retenir les points suivants :

- La digestion des boues A à 37°C produit 45% plus de méthane qu'à 30°C, toutes choses égales par ailleurs.
- La méthanisation au sein du digesteur en boues A à 55°C ne s'est pas pleinement développée dans nos essais et mériterait un approfondissement.
- La digestion des boues A à 30°C semble atteindre sa charge OLR maximale à 1,5 kgMV/m³/j avec une production spécifique de méthane de 200 LCH₄/kgMV_{entrante}.
- Les boues A présentent une très bonne digestibilité à 37°C avec une possibilité de travailler avec une charge d'au moins à 2,5 kgMV/m³/j pour obtenir une production spécifique de méthane de 290 LCH₄/kgMV_{entrante}.

3.3.2 Boues primaires de la Feyssine, Villeurbanne

Cette partie a fait l'objet d'une communication scientifique dans la revue Déchet, Sciences & Techniques, n°66.

INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA METHANISATION DE BOUES PRIMAIRES D'EPURATION

M. Choo-Kun*, H. Fisgativa**, D. Conteau*, P. Camacho, R. Gourdon** et P. Buffière**(1)

* SUEZ-Environnement, 38 rue du président Wilson, F78230 Le Pecq, France.

**Université de Lyon, INSA de Lyon, LGCIE, 9 Rue de la Physique, F-69621 Villeurbanne Cedex, France

(1)Auteur correspondant : Tel.: +33 (0) 4 72 43 84 78 – E-mail : pierre.buffiere@insa-lyon.fr

RESUME

L'influence de la température et de la charge organique sur la méthanisation des boues primaires de station d'épuration a été étudiée dans la plage de 28 à 60°C pour une charge organique allant de 2 à 8.5 gDCO.L⁻¹.j⁻¹. Les travaux ont été réalisés à partir d'un inoculum mésophile, préalablement adapté. L'incubation des boues a été conduite dans des digesteurs thermostatés parfaitement agités de 10 L alimentés quotidiennement. Les résultats révèlent que la production journalière de méthane est davantage influencée par la charge que par la température. Les performances épuratoires obtenues à 28°, 37° et 49°C s'avèrent similaires. Elles sont légèrement moins bonnes à 55°C, et le digesteur opéré à 60°C avec la charge la plus élevée a rapidement conduit à une inhibition acide avec arrêt de production de méthane. L'élévation de température conduit à une accumulation d'ammonium NH₄⁺ dans les digesteurs, ainsi que de la DCO soluble (après filtration à 0,45 µm). Ces variations suggèrent une modification des équilibres de biodégradation. L'effet de la température sur d'accélération des phases hydrolyse / acidogénèse s'avère plus accentué que sur les phases d'acétogénèse et de méthanisation, conduisant ainsi à l'accumulation de métabolites intermédiaires.

MOTS-CLES : température, méthanisation, boues primaires, charge organique, hydrolyse.

SUMMARY

The influence of temperature and organic load on the anaerobic digestion of primary sludge was studied in the range of 28-60 ° C with organic loads ranging from 2 to 8.5 gCOD.L⁻¹.j⁻¹. The work was carried out from a mesophilic inoculum with prior adaptation. The incubation was conducted in 10-L perfectly mixed thermo-regulated digesters which were fed daily. Results showed that the daily production of methane was more influenced by the load than by temperature. The performances obtained at 28°, 37° and 49° C were found similar but slightly reduced at 55° C. The digester operated at 60 ° C with the highest load quickly led to acid inhibition resulting in a drastic drop of methane production. The rise in temperature lead to an accumulation of ammonium NH₄⁺ in the digesters as well as soluble COD (measured after

filtration to 0.45 microns). These variations suggested a change in the balance of biodegradation pathway. The effect of temperature on the acceleration of hydrolysis / acidogenesis phases was more acute than on the acetogenic and methanogenic phases, thereby leading to the accumulation of intermediate metabolites.

KEYWORDS: temperature, anaerobic digestion, primary sludge, organic load, hydrolysis

3.3.2.1 Introduction

Parmi les traitements des boues de station d'épuration, la méthanisation est considérée comme l'une des techniques les plus performantes et essentielle pour les stations d'épuration modernes (Appels, 2008). Cette technique permet de réduire le volume des boues, de mieux maîtriser les nuisances olfactives, de réduire les teneurs en composés organiques volatiles (COV) et d'éliminer une part importante des germes pathogènes, entre autres. Par ailleurs, elle produit du biogaz, qui est valorisable en énergie (Couturier, 2001).

La plupart des installations de méthanisation de boues d'épuration fonctionnent à des températures de 37 ou 55 °C. Le développement de digesteurs permettant de travailler à des températures différentes est intéressant, en particulier dans les régions chaudes du globe, où les boues ont sans chauffage une température de l'ordre de 20 à 30 °C, compatible avec les besoins des microorganismes. Avec un chauffage réduit des boues, grâce à une différence moins importante entre la température d'entrée des boues et la température du procédé, la consommation d'énergie diminue et les coûts sont réduits (Moletta, 2011). Par conséquent, le traitement des boues est plus performant.

Conformément à la loi d'Arrhenius, la vitesse des réactions qui interviennent en méthanisation doit augmenter avec la température (Moletta, 2011). Cependant, la littérature rapporte des résultats contradictoires. Ainsi, selon Parkin & Owen, un incrément de 35 à 45 °C ne change pas la production de gaz, tandis qu'un changement de 35 à 50°C génère une diminution de la production de méthane (Parkin, 1986). Les microorganismes impliqués dans la méthanogenèse présentent une très grande variété. Cette variété se retrouve dans les *optima* thermiques qui se situent dans une plage de température allant de 35°C jusqu'à 65°C (Van Lier, 1996). Le fonctionnement à température élevée permet d'améliorer la vitesse d'hydrolyse, celle d'élimination de la matière organique et présente une diminution des agents pathogènes. Cependant le procédé est moins stable du fait de la production rapide d'acides gras volatils (AGV) et des substances inhibitrices comme l'ammonium (NH₄⁺) (Moletta, 2011), entre autres.

Dans cette étude, la cinétique de production de méthane à partir de boues primaires a été étudiée à 28, 37, 49, 55 et 60°C. La performance des digesteurs a été suivie lors de l'augmentation de la charge appliquée afin de pouvoir évaluer les limites de fonctionnement à ces températures.

3.3.2.2 Matériels et méthodes

Montage expérimental

Cinq réacteurs transparents en PMMA d'un volume utile (V) de 5,6 L et avec un système d'agitation magnétique ont été utilisés. Le réglage en température est assuré par une double enveloppe où circule de l'eau thermostatée. Un thermocouple mesure la température à l'intérieur des réacteurs, permettant ainsi de réguler la consigne du thermostat. L'alimentation des pilotes est réalisée une fois par jour par des pompes péristaltiques programmables. La régulation du volume utile est assurée par un système de trop-plein représenté sur la Figure 37.

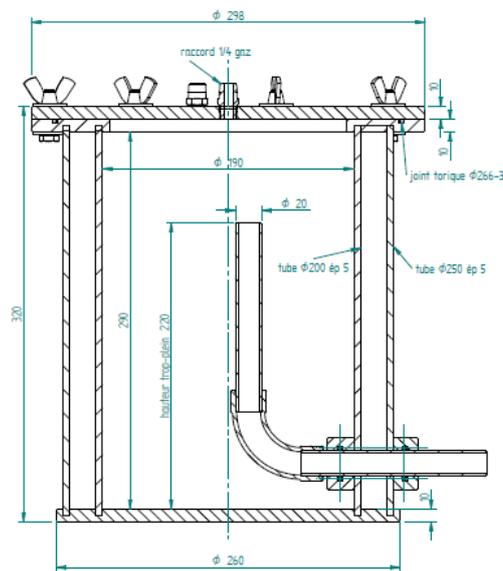


Figure 37. Schéma des réacteurs

Inoculum et boues primaires

L'inoculum utilisé est constitué par de la boue de digesteur de la station d'épuration de la Feyssine à Villeurbanne. Il s'agit d'une station d'épuration 300 000 E.H. traitant les boues primaires et biologiques par méthanisation à 37°C. L'inoculation des réacteurs a eu lieu près de 12 mois avant le démarrage des essais, et ont donné lieu à une première série d'essais non présentés ici.

Les boues d'alimentation des pilotes sont les boues primaires épaissies de la même station. La fréquence de collecte de ces boues est d'une fois par semaine. Les boues primaires prélevées à la STEP de la Feyssine ont une DCO totale et un taux de matière sèche variable en fonction de la date de prélèvement, comme l'illustre la Figure 38.

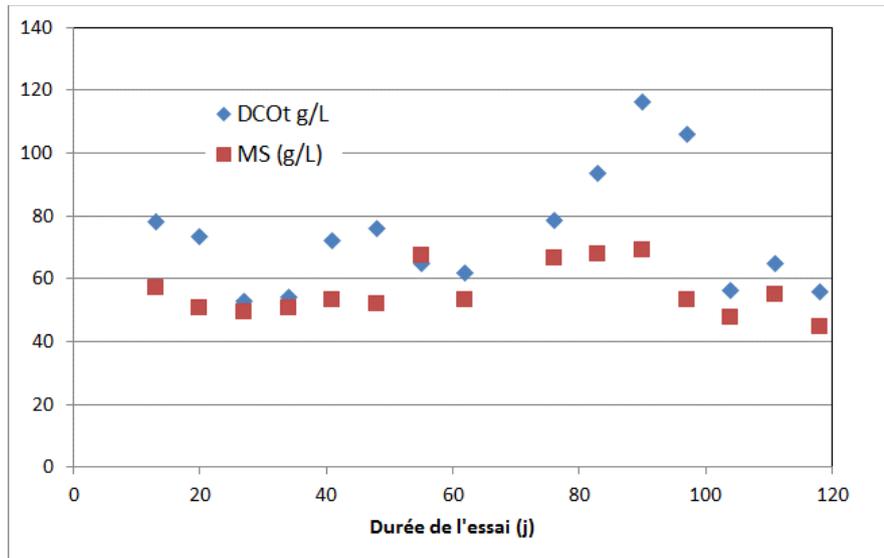


Figure 38. Boues primaires : taux de matière sèche et Demande Chimique en Oxygène totale (DCO)

3.3.2.3 Phase d'expérimentation

Une première phase d'expérimentation a été mise en œuvre en alimentant les réacteurs avec un temps de séjour hydraulique (TSH) de 20 jours pendant 5 semaines, ce qui correspond à un débit moyen $Q=280 \text{ mL}\cdot\text{j}^{-1}$. L'alimentation est réalisée 5 jours sur 7 de la semaine, donc le débit réel d'alimentation quotidien est $392 \text{ mL}\cdot\text{j}^{-1}$. Cette condition de fonctionnement correspond à celle d'une installation mésophile normale.

Dans une deuxième phase le débit a progressivement été augmenté : +10% après 4 semaines, puis +20% après 4 semaines supplémentaires. Lors de la phase finale des essais nous avons augmenté la charge organique jusqu'à $8,5 \text{ gDCO}_t\cdot\text{L}^{-1}\cdot\text{j}^{-1}$ pour 2 semaines.

La charge organique (OLR) est calculée de la manière suivante :

$$OLR = \frac{Q \cdot DCO_t}{V}$$

Où, Q est le débit moyen, DCO_t la demande chimique en oxygène totale et V le volume utile

Les dates de changement de débit et de la charge organique sont résumées dans le Tableau 22.

Tableau 22. Phases d'alimentation des réacteurs

| | Phase 1 | Phase 2 | | Phase 3 |
|--|-----------|------------|------------|-------------|
| | Jour 0-30 | Jour 31-62 | Jour 65-90 | Jour 92-120 |
| Débit moyen ($\text{mL}\cdot\text{j}^{-1}$) | 280 | 336 | 392 | 794 |
| Charge organique moyenne ($\text{gDCO}_t\cdot\text{L}^{-1}\cdot\text{j}^{-1}$) | 3.54 | 4.26 | 6.48 | 8.48 |

Analyses et mesures

Le volume du biogaz produit dans chaque réacteur est mesuré quotidiennement avec un compteur « MilliGascounter » (Ritter). La composition en méthane est faite avec un analyseur de biogaz GA 2000 (GeoTechnical Instruments). Les matières sèches (MS) correspondent au résidu après séchage à 105°C pendant 24 heures, les matières volatiles (MV) correspondent à la quantité de matière calcinée à 550°C pendant 2 heures. La mesure de NH_4^+ est faite par la méthode de dosage de l'azote Kjeldhal sur l'échantillon filtré sans minéralisation. La demande chimique en oxygène soluble (DCO_s) et totale (DCO_t) est déterminée par colorimétrie (Méthode HACH). Les acides gras volatils (AGV) sont dosés par chromatographie en phase gazeuse (CPG). A l'exception de la DCO totale, ces analyses sont réalisées après centrifugation et filtration du surnageant à 0,45 μm .

Exploitation des résultats

En considérant l'équivalence de 350 mL CNTP de méthane par g gramme de DCO dégradée (Moletta, 2011), la vitesse de production de méthane (r_{CH_4}) se calcule à partir du volume quotidien (Q_{CH_4}) de la manière suivante :

$$r_{\text{CH}_4} = \frac{Q_{\text{CH}_4}}{0.35 * V}$$

Dans un réacteur fonctionnant en continu, nous pouvons exprimer le bilan sur un élément particulier de la manière suivante :

$$\text{Entrée} = \text{Sortie} + \text{disparition} - \text{création} + \text{accumulation}$$

S'agissant de la DCO, le terme de création est nul. Nous prenons l'hypothèse qu'il n'y a pas d'accumulation de DCO (essais réalisés en régime pseudo-permanent). Le terme de disparition est assimilé au terme cinétique. Le bilan se traduit donc par :

$$Q * \text{DCO}_{t,in} = Q * \text{DCO}_{t,r} + r_{\text{DCO},t} * V$$

Où les indices *in* et *r* représente « entrée » et « réacteur » respectivement. Avec cette dernière expression nous pouvons déduire que la vitesse globale d'élimination de la DCO en régime permanent est :

$$r_{\text{DCO},t} = \frac{Q * (\text{DCO}_{t,in} - \text{DCO}_{t,r})}{V}$$

Le bilan sur la DCO totale nous permet aussi d'avoir une vision de la quantité de DCO hydrolysée. En effet, la disparition de la DCO particulaire (DCO_p) correspond à l'hydrolyse, dont nous pouvons estimer la vitesse d'hydrolyse (r_h). Sachant que la DCO particulaire s'exprime par :

$$\text{DCO}_p = \text{DCO}_t - \text{DCO}_s$$

Nous pouvons estimer r_h :

$$r_h = \frac{Q * (\text{DCO}_{p,in} - \text{DCO}_{p,r})}{V}$$

3.3.2.4 Résultats et discussion

Production de méthane

La Figure 39 représente la vitesse de production de méthane, ainsi que la vitesse d'hydrolyse r_h et la vitesse de dégradation de la DCO r_{DCO} en fonction de la charge appliquée pour chaque température. Elle montre que ces vitesses augmentent avec la charge organique. L'augmentation présente un pic puis une diminution, plus clairement présent dans les réacteurs à 28°C, 37°C et 55°C. Ce n'est pas le cas à 49 °C, température pour laquelle la vitesse maximale n'a pas été atteinte. Pour le réacteur à 60° en revanche, les performances sont très dégradées en comparaison avec les autres réacteurs, ce qui peut être attribué à une mauvaise adaptation de la flore microbienne. Nous pouvons observer une relation entre les valeurs de r_{DCO} et de r_h , qui représente la relation entre la transformation de la DCO et la performance de l'hydrolyse : les deux sont donc très liées, ce qui indique l'importance de la réaction d'hydrolyse dans le processus global de méthanisation. La production de méthane pour chacune des températures est synthétisée sur la Figure 39. Pour des charges inférieures à 4,8 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹, la production de méthane reste similaire entre les réacteurs à 28°C et à 55°C. Pour les charges supérieures, le réacteur à 55°C ne montre pas une augmentation significative, avec fluctuations en fin de l'expérience de 2,84 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹. Le réacteur à 60°C n'a pas produit plus de 0,99 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹ de méthane. Les réacteurs à plus basse température, 28°C et 37°C, montrent les pics de production de méthane plus élevés, de 3,88 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹ pour une charge de 6,29 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹ et 4,51 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹, pour une charge de 7,54 g_{DCO}.L⁻¹.j⁻¹, respectivement.

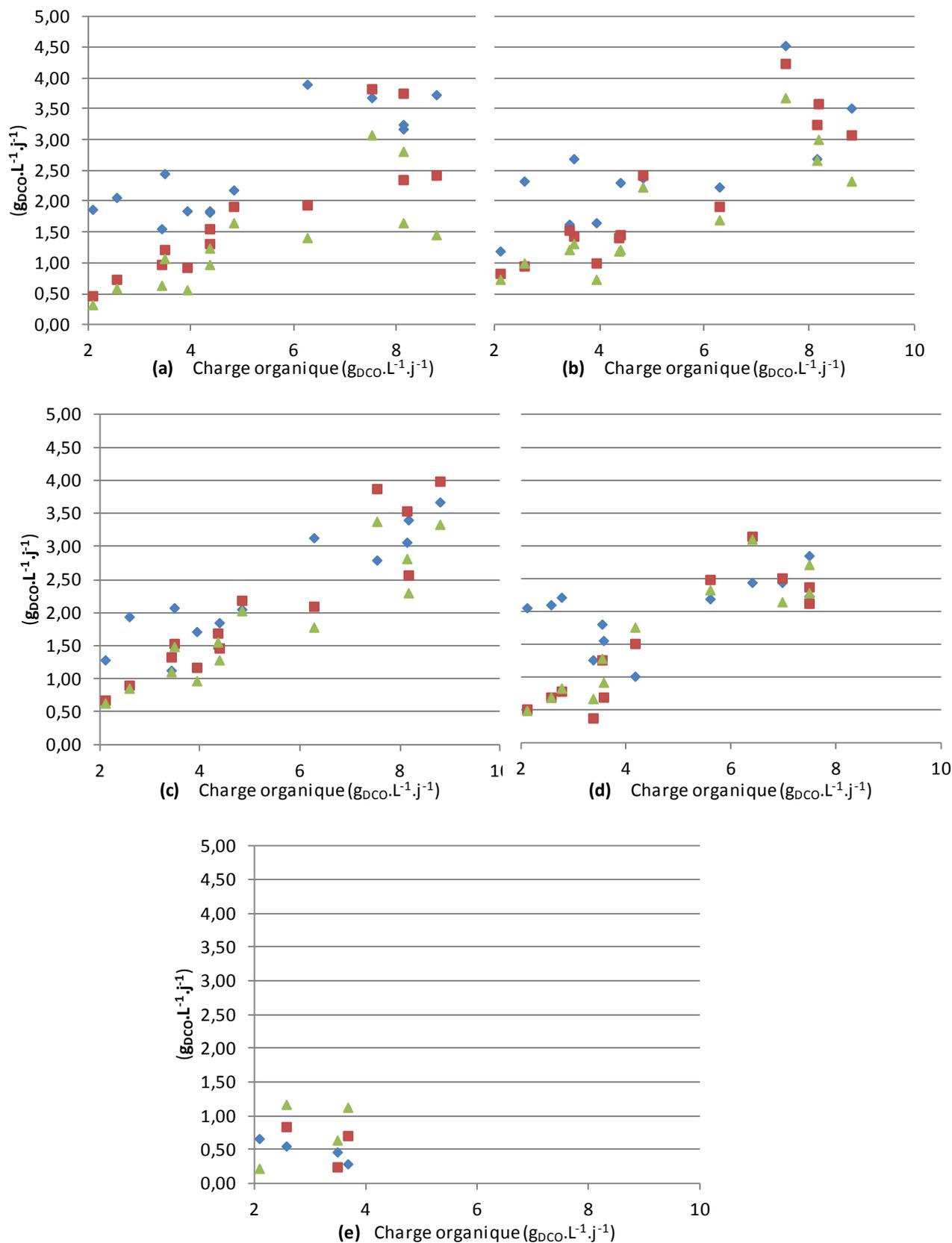


Figure 39. Vitesse de production de méthane (♦), d'élimination de la DCO (■) et de l'hydrolyse (▲), exprimées en $g_{DCO}.L^{-1}.j^{-1}$, pour 28 (a), 37 (b), 49 (c), 55 (d) et 60°C (e)

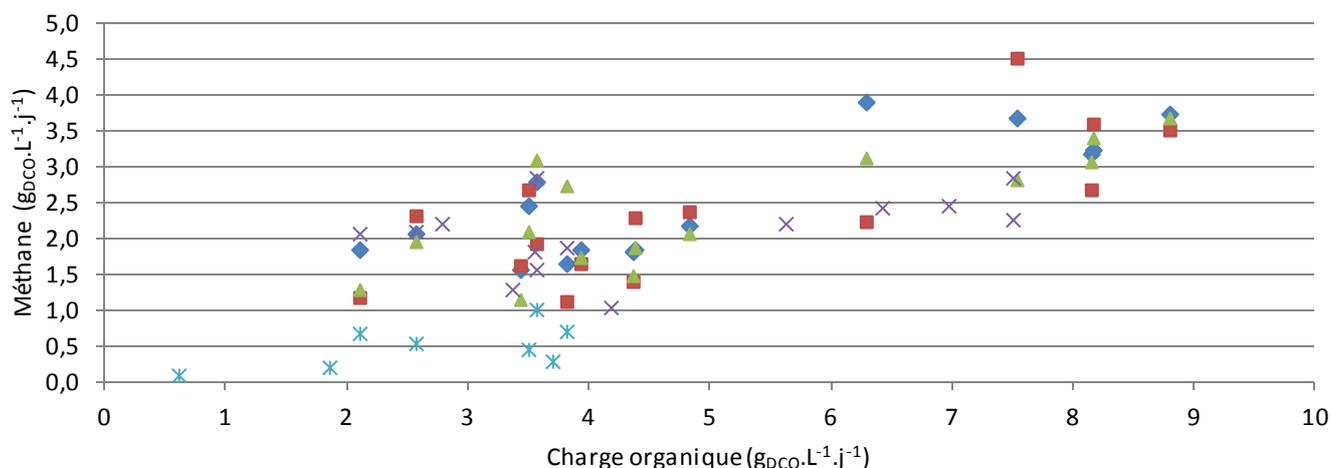


Figure 40 Production de méthane pour 28 (♦), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (*)

Le réacteur à 49°C n'a pas montré de limites en termes de charge admissible. A la fin de l'expérience ce réacteur a encore tendance à voir sa production de biogaz augmenter, ce qui peut laisser penser que le maximum de production de biogaz se trouve avec une charge plus élevée. Dans le Tableau 23, sont présentées les valeurs maximales de la vitesse de production de méthane et les charges correspondantes.

Tableau 23 Production maximale de méthane

| Température | Production maximale | |
|-------------|--|--|
| | OLR | r_{CH_4} |
| °C | g _{DCO} .L ⁻¹ .j ⁻¹ | g _{DCO} .L ⁻¹ .j ⁻¹ |
| 28 | 6.29 | 3.88 |
| 37 | 7.54 | 4.51 |
| 49 | 8.8 | 3.68 |
| 55 | 7.5 | 2.84 |
| 60 | 3.57 | 0.99 |

Production d'ammonium

La production de NH₄⁺ augmente avec la température. Aussi, le risque d'avoir des concentrations de NH₄⁺ inhibitrices pour le procédé est plus grand aux températures de fonctionnement plus hautes. La Figure 41 montre que les teneurs en NH₄⁺ dans le réacteur à 60°C sont supérieures à 1500 mg/L, concentration qui est souvent considérée comme inhibitrice pour le procédé (Appels, 2008). La concentration de NH₄⁺ dans les autres réacteurs n'a pas dépassé ce seuil, mais leur présence peut influencer la méthanisation, comme par exemple dans le réacteur à 55°C qui a montré une production de

méthane relativement faible en comparaison aux autres réacteurs fonctionnant à des températures plus basses. Une production d'ammonium plus élevée indique une dégradation accrue des protéines au niveau de l'étape d'hydrolyse. Cependant, nous n'observons pas un gain très clair en termes de vitesse d'hydrolyse lorsque la température augmente. Notons que pour l'ensemble des expériences, le pH des réacteurs reste remarquablement stable (proche de 8) malgré ces différences, à l'exception du réacteur à 60° dont les valeurs sont plutôt proches de 9.

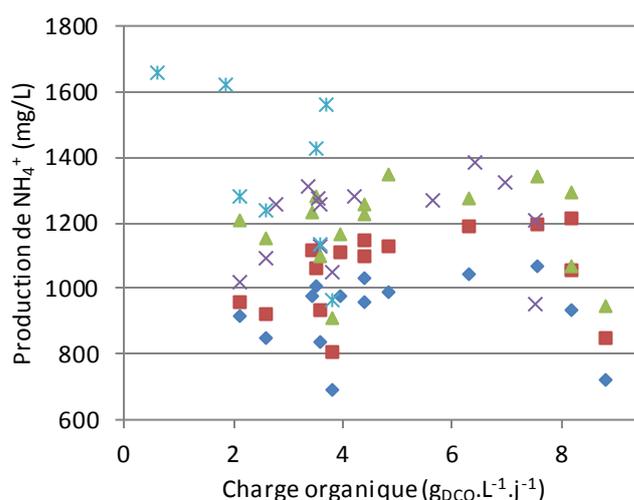


Figure 41. Production de NH_4^+ en mg/L pour 28 (♦), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (*)

DCO soluble

La phase soluble a été systématiquement analysée (DCO et teneur en Acides Gras Volatils, AGV). La teneur en AGV ne dépasse pas 500 mg/L dans l'ensemble des expériences, à l'exception de i) l'expérience à 60°, pour laquelle cette teneur évolue rapidement au-dessus de 1200 mg/L et ii) les charges supérieures à 5 $g_{DCO}.L^{-1}.j^{-1}$, pour lesquelles nous observons une légère augmentation sur quelques mesures ponctuelles. En revanche, nous avons systématiquement noté une augmentation de la teneur en DCO soluble avec la température. Cette augmentation est représentée par la Figure 42 dans laquelle nous avons calculé la concentration moyenne en DCO soluble à laquelle ont été retranchées les contributions des AGV. De manière surprenante, cette teneur en DCO « hors AGV » augmente avec la température et semble faiblement influencée par la charge organique. Ce résultat montre clairement que la température induit la production d'autres composés, qui ne sont pas forcément bien dégradés. Ces molécules, qui peuvent être des résidus de dégradation des protéines (ce qui expliquerait l'augmentation concomitante de la teneur en ammonium) ou des graisses, peuvent s'avérer plus difficiles à dégrader que des acides organiques simples (Deublein, 2011). Ce type de molécules peut induire des inhibitions dans le procédé, comme c'est parfois le cas avec les produits de traitement thermique des boues (Ge, 2010)

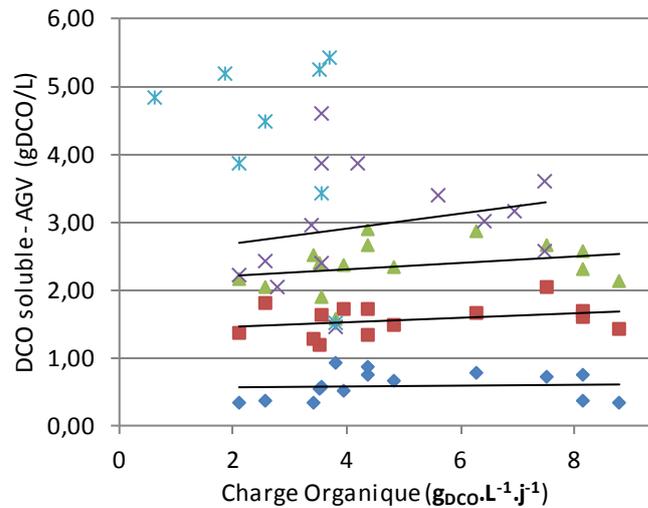


Figure 42 : Différence entre la DCO soluble et les AGV pour 28 (◆), 37 (■), 49 (▲), 55 (×) et 60°C (*)

3.3.2.5 Conclusions

Les résultats expérimentaux présentés ne permettent pas de conclure sur l'effet positif attendu de l'élévation de température sur la vitesse de production de méthane ou de dégradation de la DCO. Une accumulation d'ammonium et de matière organique soluble a été observée lorsque la température augmente, cette dernière ne pouvant pas être attribuée à la production d'acides gras volatils. C'est donc la phase d'hydrolyse, notamment des protéines, qui est particulièrement accélérée, mais ce phénomène ne se traduit pas par une augmentation de la production de méthane dans les conditions expérimentales mises en œuvre.

3.3.3 Boues mixtes de Kranji WRP

Cette étude cherche à répondre à la question suivante : est-il intéressant, dans le contexte de Singapour, de chauffer les digesteurs des stations d'épuration pour travailler en conditions mésophiles (37°C) ? Quels bénéfices en sont alors retirés ?

Les essais expérimentaux sont menés sur le pilote de digestion de 2 x 3m³. Ce pilote est alimenté avec les boues mixtes de la station de Kranji. Il a été choisi de ne pas ajuster la concentration des boues d'alimentation afin d'imiter le plus fidèlement possible la digestion menée sur la station.

Les essais s'articulent en deux phases :

- Validation du fonctionnement du pilote. Cette phase a pour but de montrer que les deux lignes en parallèle du pilote sont strictement similaires et donnent ainsi les mêmes performances si opérées dans les mêmes conditions.
- Comparaison de la digestion des boues mixtes à température ambiante (30°C) et en conditions mésophiles (37°C).

Boues d'alimentation

Lors de la phase pré-projet, l'exploitant, PUB, nous a fait parvenir les concentrations moyennes en MS et MV des boues mixtes d'alimentation. Ces dernières présentent les concentrations suivantes :

- MS = 42 g/L
- MV/MS = 74%

Nous avons pour objectif de travailler à OLR = 1,5 kgMV/m³/j et à un temps de séjour de 21 jours. Ce choix correspond aux bonnes pratiques recommandées par la littérature pour une digestion de boues mixtes à 37°C (Moletta, 2011).

Nous calculons alors le débit journalier afin de travailler à cette charge. Pour un volume utile de digesteur de 2,48 m³ et les concentrations de boues données par l'exploitant, le débit journalier est de 123 L/j. L'alimentation des digesteurs se fait par bâchées. Plus cette alimentation est fréquente et plus le pilote imite fidèlement l'échelle industrielle. Etant donné les caractéristiques des pompes transférant les boues des bacs d'alimentation aux digesteurs, le meilleur compromis trouvé est de procéder à une alimentation toutes les deux heures et ce pendant dix minutes pour un débit de 61,4 L/h. Les pompes travaillent ainsi à 36% de leur capacité de transfert ce qui est inclus dans la gamme moyenne de fonctionnement de ces pompes, donc acceptable.

Inoculation des digesteurs

Les digesteurs sont inoculés sur l'intégralité de leur volume utile avec le digestat en sortie des digesteurs de la station. Le volume du ciel gazeux des digesteurs est de 1,13 m³. Les digesteurs sont alors purgés à l'azote. Après quatre jours, l'alimentation commence. La charge appliquée est de OLR = 0,75 kgMV/m³/j.

Cette période à demi-charge durera un temps de séjour soit 21 jours. Le passage à pleine charge se fait ensuite.

Validation du fonctionnement du pilote

Afin de valider le fonctionnement du pilote, les deux lignes de digestion sont opérées strictement dans les mêmes conditions. Le débit d'alimentation est calculé pour un OLR de 1,5 kgMV/m³/j.

Les concentrations en MS et DCO_{totale} et production de biogaz ne sont pas stables. En revanche, elles sont similaires à moins de 5% près. Les productions spécifiques de méthane évaluées sur 30 jours.

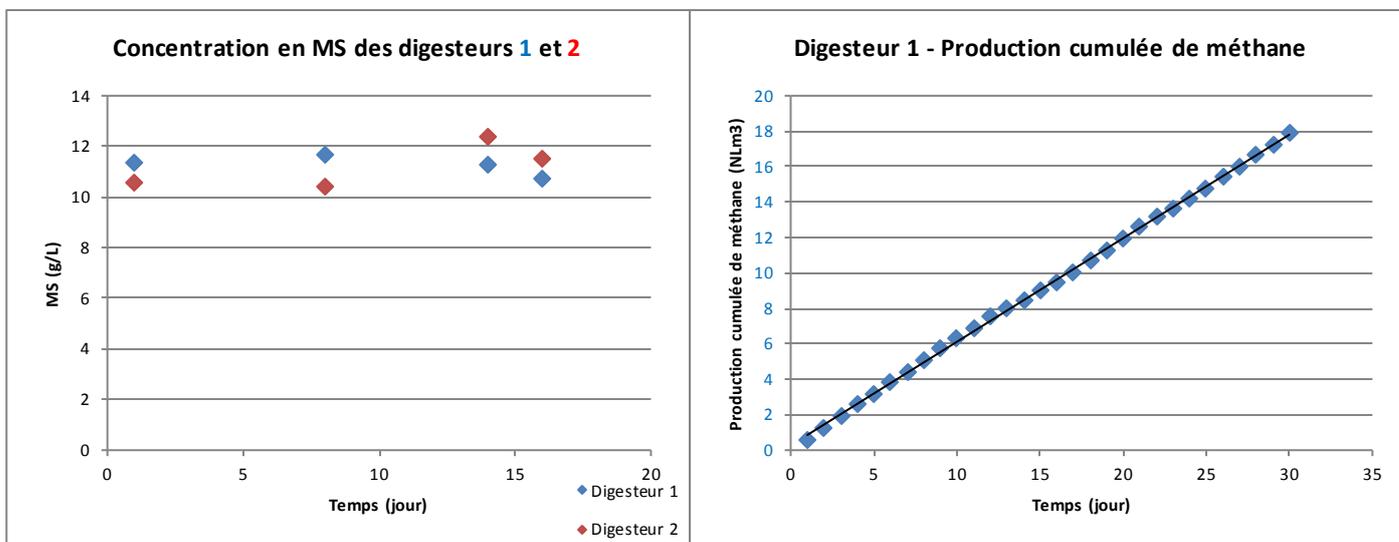


Figure 43: Concentration en MS des digesteurs 1 et 2 pendant la phase de validation du fonctionnement du pilote

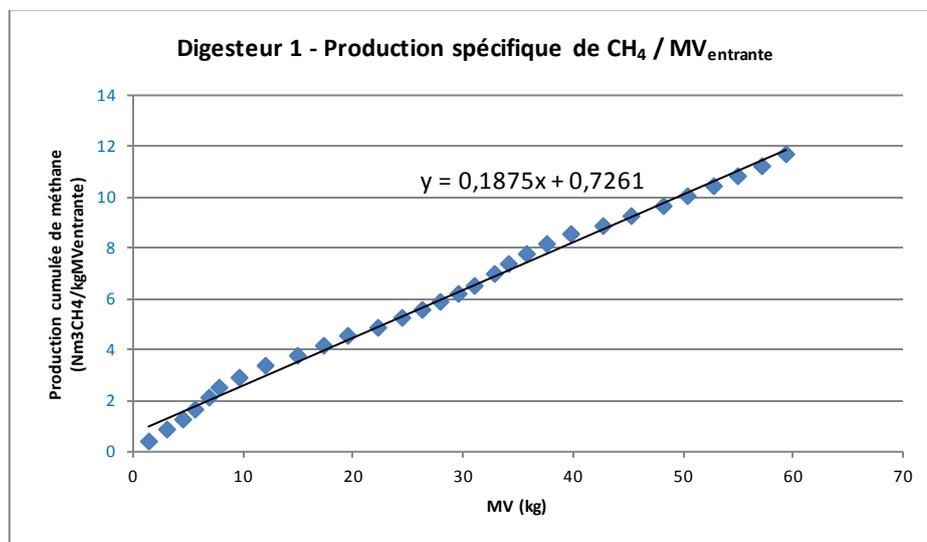


Figure 44: Production spécifique de méthane par masse de MV entrante - Digesteur 1

Comparaison de la digestion des boues mixtes à température ambiante (30°C) et en conditions mésophiles (37°C)

La concentration en MS des boues d'alimentation est rarement à la concentration nominale de 41 gMS/L et par ailleurs, est extrêmement variable. En conséquence la charge l'est aussi car nous ne modifions pas le débit nominal (et donc le temps de séjour) en fonction de la concentration des boues d'alimentation. Nous ne disposons que de trente jours de données exploitables (Cf. Figure 43 et Figure 44). En effet, suite à des avaries techniques sur le pilote pour le comptage du biogaz (automate, mauvaise manipulation, panne électrovanne), il n'a pas été possible d'obtenir des résultats constants dans le temps. Par la suite, la station de Kranji a connu d'importants problèmes sur la filière boues. Comme expliqué en 2.1.2, le silo de stockage des boues déshydratées a explosé en Février 2012 et la station depuis, est dans l'incapacité de stocker les boues déshydratées. Afin de pallier à ce problème, la quasi-totalité des boues primaires est envoyée à la station de Changi, à 50 km de Kranji. Ainsi, les boues d'alimentation des digesteurs sont principalement composées de boues secondaires épaissies. Ayant en plus de cela des problèmes de dosage des polymères pour l'épaississement par centrifugeuse des boues secondaires, les boues arrivant au pilote de digestion ont souvent des concentrations supérieures à 70 gMS/L. De telles concentrations rendent impossible l'alimentation du pilote car les boues trop épaisses bouchent les canalisations et ne passent pas à travers le tamis de 4 mm. Pour toutes ces raisons, l'alimentation du pilote ne peut plus se faire régulièrement et lorsqu'elle est possible, elle est constituée de boues de mauvaise qualité et surtout non représentatives des boues mixtes conventionnelles de station. Après plus de huit mois à essayer d'obtenir des résultats, l'exploitation du pilote de digestion a été arrêtée pour se concentrer sur les réacteurs et expérimentations de laboratoire.

A travers les essais de digestion mésophile sur les boues mixtes à l'échelle de laboratoire (Cf. 3.2.2), nous avons déterminé les performances de cette digestion avec par exemple, une production spécifique de méthane de 229 LCH₄/kgMV_{entrante} avec un OLR de 1,5 kgMV/m³/j et un temps de séjour de 16 jours. Ces performances peuvent être prises en compte pour déterminer l'intérêt de monter la température de 7°C *i.e.* de passer d'une méthanisation des boues à 30°C à 37°C dans le contexte Singapourien. Néanmoins, nous ne pouvons pas conclure sur ce point par manque de données de référence à 30°C.

3.4 Analyse technico-énergétique de la filière globale AB et comparaison avec les STEP conventionnelles en eaux chaudes

Dans les chapitres précédents, nous avons déterminé les conditions opératoires optimales pour la digestion des boues A issues du procédé A/B. Nous avons ainsi pu acquérir les données suivantes :

- Potentiels méthanogènes des boues A et B
- Digestibilité des boues A à différentes températures et charges
- Digestibilité des boues primaires et mixtes conventionnelles en conditions mésophiles

Ces différents résultats nous permettent ainsi de comparer les productions de biogaz issues de la digestion des boues A, primaires et mixtes en conditions mésophiles. Nous sommes donc en capacité d'extrapoler la production de méthane des différentes filières dont ces boues sont issues et d'en dresser un bilan de production d'énergie, une fois la production de boues connue.

A l'occasion du déroulement du projet Energy⁺, une campagne de quantification de la production de boues du pilote A/B en conditions opératoires stabilisées avec nitrification/dénitrification en étape B a été réalisée quotidiennement pendant près de deux semaines. Les résultats de cette campagne sont présentés en 3.4.1.

En parallèle, toujours dans le cadre du projet Energy⁺, un modèle de bilans de masse et d'énergie a été développé afin de comparer différents scénarii testés sur le pilote A/B au cours du projet. Une fois ce modèle établi, sa calibration a pu être établie grâce aux données mesurées pendant tout le projet et surtout pendant la campagne de quantification des boues. L'exploitation de ce modèle en 3.4.2.2 permet ainsi de comparer les filières choisies suivantes :

- « Classique ou Baseline » : scénario imitant la station de Kranji avec décantation primaire, boues activées et clarificateur secondaire pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L ;
- Procédé A/B avec nitrification/dénitrification pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L ;
- Procédé A/B avec shunt des nitrates pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L ;
- Procédé A/B avec nitrification/dénitrification pour une charge en entrée de 500 mgDCO/L.

Le choix de ces scénarii est développé pour chacun d'entre eux en 3.4.2.2. Le scénario avec la déammonification n'est pas étudié en raison de l'absence de données expérimentales.

Cette étude permet ainsi de comparer ces différents scénarii en matière d'efficacité énergétique, de mieux comprendre la destinée du carbone tout au long de la filière eau pour enfin déterminer une des filières possibles pour la station d'épuration autosuffisante ou encore productrice d'énergie.

Digestion directement sur l'effluent

Au cours de nos discussions précédentes, nous avons vu que la digestion des boues permet un apport énergétique conséquent à la station. Elle permet à la fois la stabilisation des boues pour leur valorisation (agricole, énergétique,...) et la production de biogaz. Schwarzenbeck, 2008 estime le taux de conversion de la DCO_{initiale} en biogaz à 25%.

Il semble donc légitime d'envisager la digestion anaérobie directement sur l'effluent (après dégrillage et éventuellement filtration grossière).

Ce type de traitement est utilisé dans les pays chauds n'ayant pas de limites de rejet sur l'azote et le phosphore. La technologie la plus couramment utilisée est le UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket), qui permet d'atteindre des rendements sur la DCO de 60-70% (insuffisant en France par exemple ; Haandel et Lettinga, 1994). Il existe également des travaux sur les bioréacteurs à membrane en anaérobie mais cette technologie ne semble pas assez mature pour le moment et son développement industriel n'a pas réellement commencé. Par ailleurs, la récupération d'énergie n'est que partielle car une fraction du méthane se dissout dans l'effluent, impliquant en plus de la perte d'énergie récupérable, des émissions de méthane dans l'atmosphère, gaz au pouvoir réchauffant vingt-quatre fois supérieur à celui du dioxyde de carbone. Néanmoins, la digestion anaérobie directe est assez répandue dans les pays chauds grâce à une température d'effluent relativement élevée (23-28°C ; Lettinga, 2002), nécessaire à la digestion, mais aussi grâce à la simplicité de ce type de traitement et à la récupération d'énergie.

En climat tempéré, la digestion directe n'est pas intéressante car trop gourmande en énergie pour chauffer les effluents. En effet, la température de l'effluent est trop basse (10-17°C) et de plus, l'effluent est trop dilué pour une digestion optimale ; plus de 40% du méthane produit est directement dissous dans l'effluent. En pratique, seulement 40-45% de l'énergie contenue dans le carbone organique est récupérée (Verstraete *et al.*, 2009).

Il semble donc que la digestion anaérobie directe sur l'effluent n'est pas encore applicable dans les pays à climat tempéré et ne permet pas des rendements aussi élevés sur le carbone qu'une boue activée classique dans les pays chauds. De plus, dans ces régions, si la législation évolue et exige un traitement des nutriments et de meilleurs rendements, cette filière ne sera plus suffisante. En conséquence, cette filière de digestion directe sur l'effluent n'est pas retenue dans les scénarii étudiés pour la station d'épuration auto-suffisante en énergie.

3.4.1 Quantification de la production de boues du pilote AB

La campagne de quantification de la production de boues A et B du pilote A/B est effectuée en régime stabilisé avec les conditions opératoires décrites dans le Tableau 24.

Tableau 24: Conditions opératoires du pilote AB lors de la campagne de quantification de la production de boues.

| $Q_{in} = 48 \text{ m}^3/\text{j}$ | Etape A : Biosorption | Etape B : Nitrification/Dénitrification |
|--|----------------------------------|--|
| Temps de contact | 0,5 h | 5,7 h |
| Age des boues | 12 h | 10-15 jours |
| Taux d'oxygène dissous | 0-0,5 mgO ₂ /L | 0-1 mgO ₂ /L Aération intermittente* |
| Concentration en MS de la liqueur mixte | 1,5 mg/L | Non contrôlée |
| Taux de recyclage des boues | 0,2 Q_{in} | 2,4 Q_{in} |
| | Clarificateur A | Clarificateur B |
| Temps de séjour hydraulique | 1,75 h | 5,3 h |
| Charge surfacique | 1 m/h | 0,33 m/h |

*régie autour du point seuil : $\log \frac{N-NH_4}{N-NO_3} = -0,4$

Le taux d'abattement de la DCO observé sur l'étape A est autour de 60%.

Pendant douze jours consécutifs, les boues A et B sont stockées dans deux réservoirs séparés avec possibilité d'agitation. Ces réservoirs sont vidés toutes les 24 heures. Avant de procéder à leur vidange, la hauteur de boues est mesurée et à l'aide du dimensionnement de ces réservoirs, les volumes de boues A et B produits en 24 heures sont ensuite calculés. Après agitation pendant cinq minutes, la vidange a lieu à l'aide d'une pompe. Au cours de celle-ci, trois échantillons (début, milieu et fin de vidange) de 3 L chacun sont prélevés pour chaque type de boue. Le mélange de ces trois échantillons est alors effectué manuellement pour ensuite procéder à deux échantillonnages par boue pour des analyses en parallèle.

Les analyses menées sont identiques à celles du suivi des réacteurs : MS, MV, DCO_{totale}, DCO_{soluble}, AGV, TAC, N-NH₄⁺. En supplément de celles-ci, des mesures ponctuelles de NGL (azote global) et P_{total} (phosphore total) sont réalisées afin d'établir un bilan de masse sur l'azote et le phosphore.

Sur les données récoltées sur les douze jours de suivi, les deux jours où les productions en MS de boues A sont maximale et minimale sont retirés car les valeurs de production de MV s'éloignent de plus de 25% des moyennes, ceci en raison d'un mauvais fonctionnement du pilote. Restent alors dix jours de données

qui permettent d'établir le Tableau 25 affichant les moyennes et coefficients de variation sur les paramètres mesurés.

Tableau 25 : Moyennes et coefficients de variation des résultats des analyses sur les boues A et B de la campagne de quantification de boues du pilote AB

| | Volume journalier L | MS g/L | MV g/L | MV (%MS) g/L | DCO _{totale} g/L | DCO _{soluble} g/L | DCO/MV | N-NH ₄ ⁺ mg/L | TAC mgCaCO ₃ /L | P _T mg/L | AGV mgHAc/L |
|--------------------------|------------------------|-----------|-----------|-----------------|------------------------------|-------------------------------|--------|--|-------------------------------|------------------------|----------------|
| Boue A | | | | | | | | | | | |
| Moyenne | 1219 | 6,75 | 4,75 | 73,90% | 8,26 | 1,18 | 1,75 | 53 | 557 | 217 | 422 |
| Coefficient de variation | 25,0% | 9,9% | 14,4% | 11,2% | 10,5% | 13,2% | 8,9% | 23,0% | 12,7% | 18,0% | 21,0% |
| Boue B | | | | | | | | | | | |
| Moyenne | 190 | 4,33 | 3,41 | 78,79% | 5,316 | 0,46 | 1,56 | 16,3 | 398 | 200 | 180 |
| Coefficient de variation | 57,9% | 20,1% | 19,6% | 2,8% | 25,5% | 26,2% | 5,8% | 24,3% | 18,8% | 25,7% | 44,6% |

La production de boues A présente une variabilité de 25% en volume, ce qui reste acceptable à l'échelle pilote. Nous notons que la production de boues B est très faible et très variable notamment en volume. Cette importante variabilité s'explique par un âge de boues élevé en étape B (10 à 15 jours) mais aussi et surtout par un volume de production très faible. Les boues A et B sont très peu concentrées en MS, ceci étant dû au fonctionnement des clarificateurs. Le ratio MV/MS de la boue A est faible mais ce résultat est biaisé car la campagne de boues a été effectuée lorsqu'un des deux dessableurs de la station était hors service. Ainsi, une quantité anormale de sable et donc de matières minérales se retrouvent dans la boue A.

Nous calculons alors la production de boues totale et la contribution de chaque type de boues à celle-ci. Ce résultat est présenté dans le Tableau 26.

Tableau 26: Contribution des boues A et B dans la production totale de boues du pilote AB

| | Boue A | Boue B |
|-----------------------------------|--------------|-------------|
| % Production totale de boues (MV) | 90,9% | 9,1% |

Il apparait que les **boues A et B** représentent respectivement **90% et 10% de la production totale de boues (exprimée en MV) du procédé AB**. Pour comparaison, dans une station d'épuration en boues activées conventionnelles, la contribution des boues primaires et secondaires dans la production totale de boues (MV) est généralement de respectivement 65-70% et 35-30% (Moletta, 2008). C'est un résultat qui avait été pressenti et qui avait conduit au choix de travailler principalement sur la digestion des boues A et non sur un mélange de boues A + B, ce qui aurait représenté de nombreuses difficultés techniques et logistiques pour les expérimentations en laboratoire.

Le Tableau 26 prouve donc que **le procédé AB permet effectivement de capter un maximum de matière organique en premier étage de traitement**. En effet, cet étage A produit des boues davantage fermentescibles qu'en étape B et en plus grande quantité que pour la décantation primaire d'une filière de traitement conventionnelle. Tout ceci laisse donc présager une production globale de biogaz supérieure qu'avec une filière de traitement conventionnelle.

A partir de la production quotidienne de MV de chaque type de boue, nous cherchons à calculer la production de méthane théorique en utilisant les données de production spécifique de méthane obtenues précédemment. Nous décidons de nous placer dans les conditions optimales déterminées auparavant pour la digestion des boues A, c'est-à-dire des conditions mésophiles (37°C) à 16 jours de temps de séjour. La production spécifique de méthane établie en 3.2.1.2 des boues A est de 290 LCH₄/kgMV_{entrante}. N'ayant pas opéré de réacteur en semi-continu pour la boue B, nous déterminons cette production pour ce type de boue à partir des résultats des tests BMP effectués. En effet, à 16 jours de test, nous trouvons une production spécifique de méthane pour la boue B de 140 LCH₄/kgMV_{entrante}. La Figure 45 illustre cette extrapolation.

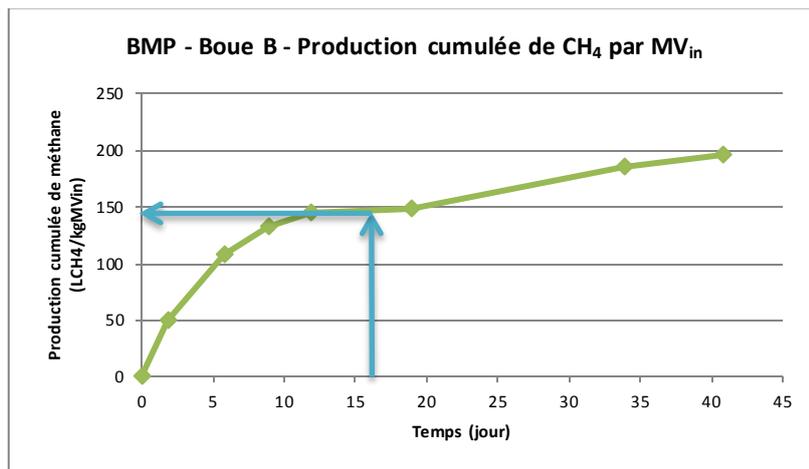


Figure 45: Extrapolation de la production spécifique de méthane de la boue B à 16 jours de digestion

A partir du volume de boues produites et de la production spécifique de méthane correspondante, nous calculons la production de méthane théorique journalière du pilote A/B. Le calcul mené est détaillé en équation 7.

$$V_{CH_4 \text{ journalier}} = MV_{Boue A} * CH_{4, MV \text{ entrante Boue A}} + MV_{Boue B} * CH_{4, MV \text{ entrante Boue B}} \quad (\text{Equation 7})$$

Avec :

- V_{CH₄ journalier} : Volume de méthane produit par jour, en NL
- MV_{Boue A} : Masse de MV de boue A produite par jour, en kgMV
- MV_{Boue B} : Masse de MV de boue B produite par jour, en kgMV

- CH_4 $M_{Ventrante}$ Boue A : Production spécifique de méthane par $M_{Ventrante}$ des boues A, en $NLCH_4/kgM_{Ventrante}$
- CH_4 $M_{Ventrante}$ Boue B : Production spécifique de méthane par $M_{Ventrante}$ des boues B, en $NLCH_4/kgM_{Ventrante}$

Nous obtenons alors les résultats suivants détaillés dans le Tableau 27.

Tableau 27: Production de méthane journalière du pilote AB et contribution de chaque type de boue

| | Production de méthane des boues A et B à 16 jours de TSH et 37°C (Nm ³ CH ₄ /j) | %CH ₄ Boue A / Boue B |
|--------------------------|---|----------------------------------|
| Moyenne | 1,726 | 95,3% / 4,7% |
| Coefficient de variation | 16,0% | 5,1% |

Le Tableau 27 montre que **95% de la production totale théorique de méthane est à attribuer aux boues A.**

En prenant en compte le pouvoir calorifique inférieur du méthane de 9,89 kWh/m³ à 15°C et à la pression atmosphérique, un rendement électrique moteur de 40% (rendement des nouveaux moteurs), nous arrivons à une production d'électricité de **0,142 kWh_{électricité}/m³ eau usée traitée** grâce aux calculs détaillés aux équations 8 (a), (b) et (c).

$$\begin{aligned}
 E &= V_{CH_4} * PCI_{CH_4} * \eta_{moteur} && \text{(a)} \\
 E_{m3} &= E / Q_{in} && \text{(b)} \\
 E_{DCOe} &= E / DCO_{entrante} && \text{(c)}
 \end{aligned}$$

Equations 8

Avec:

- E: Energie électrique produite, en kWh
- V_{CH_4} : Volume de methane produit, en Nm³
- η_{moteur} : rendement du moteur à gaz, sans unité
- E_{m3} : Energie électrique produite par unité d'eau traitée, en kWh/m³ d'eau traitée
- Q_{in} : Débit d'entrée du pilote, en m³/j
- E_{DCOe} : Energie électrique produite par unité de DCO_{entrante}, en kWh/kgDCO_{entrante}
- DCO_{entrante}: Charge entrante en DCO, en mg/L

Lors de la campagne boues, la charge entrante du pilote est de 386 mgDCO/L. La production d'électricité du pilote AB est donc de **0,369 kWh_{électricité}/kgDCO_{entrante}** (Cf. Equation 8 (c)).

A partir des données de production de méthane de la station de Kranji sur un mois et en adoptant les mêmes hypothèses de calcul, la production d'électricité de la station d'épuration de Kranji s'élève à 0,122

kWh_{électricité}/m³_{eau usée traitée} soit encore 0,267 kWh_{électricité}/kgDCO_{entrante} pour une charge entrante proche de 400 mgDCO/L. Ainsi, pour le même effluent traité, le pilote en **procédé AB produit 17% plus de biogaz et d'électricité que la station d'épuration de Kranji en filière conventionnelle de boues activées.**

N.B. : Un certain nombre d'éléments nous conduisent à penser que la production de biogaz de la station de Kranji est surévaluée dans nos calculs. Ainsi, nous avons adopté les mêmes méthodes de suivi pour les trois digesteurs de la station que pour les réacteurs de 5 Litres et ce pendant 1,5 mois. Les bilans de masse de DCO étaient tous excédentaires de 20-26%. Nous avons donc cherché les raisons pouvant expliquer ces excédents. Ne croyant pas en une création de DCO dans les digesteurs (!), seule l'hypothèse d'une surévaluation du volume de biogaz est valable.

La station utilise des débitmètres massiques thermiques. Ces appareils sont fondés sur le principe de la cinétique du transfert de chaleur au sein d'un fluide et comprennent une sonde amont qui mesure la température du fluide et une sonde aval chauffée, dont la température est maintenue à ΔT au-dessus de celle de la sonde amont. La puissance thermique nécessaire pour entretenir cet écart de température est proportionnelle au débit massique. Or les sondes des débitmètres de la station ne sont pas installées idéalement. En effet, les sondes sont insérées à l'horizontale au lieu de -45° et 45° ce qui entraîne une accumulation de gouttelettes d'eau sur les sondes provenant de la condensation du biogaz saturé en eau. Ainsi, la sonde aval chauffée pour maintenir ce ΔT avec la sonde amont doit fournir davantage de chaleur pour compenser la formation de ces gouttelettes. La puissance thermique fournie est donc supérieure, et le débit de biogaz ainsi mesuré également. Ceci explique donc la surévaluation de la production de biogaz de la station. Nous pouvons donc penser que le procédé A/B puisse présenter une économie supérieure à 17% de production d'électricité en plus que la station de Kranji.

3.4.2 Méthodologie pour les bilans de masse et d'énergie d'un système de traitement des eaux usées

Ce modèle est développé par Bernhard Wett de ARAconsult en collaboration avec les équipes du projet Energy+. Il permet d'établir les bilans de masse du carbone et de l'azote ainsi que de l'énergie. Les données en entrée sont résumées dans le Tableau 28.

Tableau 28: Données d'entrée du modèle de bilans de masse et d'énergie du procédé AB

| Débit | | Valeurs toujours utilisées | Unité | Commentaires |
|---|--------------------|----------------------------|-------------|--|
| Débit nominal du pilote | Q_{in} | 48 | m^3/j | Pour travailler à $2m^3/h$ |
| Volume journalier de boues A pour digestion | $V_{boue A}$ | 1,3 | m^3/j | Valeur observée |
| Volume journalier de boues B pour digestion | $V_{boue B}$ | 0,2 | m^3/j | Valeur observée |
| Carbone | | | | |
| Charge entrante en DCO | DCO_{in} | | mg/L | |
| DCO de l'effluent A | $DCO_{eff A}$ | | mg/L | |
| DCO de l'effluent B : effluent final | $DCO_{eff B}$ | | mg/L | |
| Volume du réacteur A | $V_{réacteur A}$ | 1 m^3 | m^3 | |
| OUR de l'étape A | OUR_A | | $mgO_2/L/j$ | Vitesse de consommation d'oxygène |
| MV boue A | $MV_{boue A}$ | | g/L | |
| MV boue B | $MV_{boue B}$ | | g/L | |
| Ratio DCO/MV boue A | $DCO/MV_{boue A}$ | | | |
| Ratio DCO/MV boue B | $DCO/MV_{boue B}$ | | | |
| Azote | | | | |
| Charge entrante en azote total | N_{in} | | mg/L | |
| N_{total} de l'effluent A | $N_{eff A}$ | | mg/L | |
| N_{total} de l'effluent B | $N_{eff B}$ | | mg/L | |
| N- NO_2^- de l'effluent B | $N-NO_2^-_{eff B}$ | | mg/L | |
| N- NO_3^- de l'effluent B | $N-NO_3^-_{eff B}$ | | mg/L | |
| N_{total} des boues B | $N_{boue B}$ | | mg/L | |
| Aération | | | | |
| Altitude | z | 0 m | m | |
| Taux d'oxygène dissous dans le réacteur A | DO_A | | mgO_2/L | |
| Taux d'oxygène dissous dans le réacteur B | DO_B | | mgO_2/L | |
| Température dans le réacteur A | T_A | 30 | °C | Température correspondant à des eaux chaudes |
| Température dans le réacteur B | T_B | 30 | °C | |

| | | | | |
|--|---------------------------|------|-------------------------|---|
| Hauteur d'eau au-dessus des diffuseurs d'air du réacteur A | H_A | 6 | m | |
| Hauteur d'eau au-dessus des diffuseurs d'air du réacteur B | H_B | 6 | m | Valeur choisie afin d'imiter l'échelle industrielle |
| SOTE eau pure | $SOTE_0$ | 19,0 | $gO_2/Nm^3/m$ | Cf. Mémento Degrémont, 2012 |
| Rendement des moteurs des aérateurs | $\eta_{moteur\ aérateur}$ | 75% | | Cf. Mémento Degrémont, 2012 |
| Production d'énergie | | | | |
| Production spécifique de méthane des boues A | $CH4_A$ | 290 | $LCH_4/kgMV_{entrante}$ | Cf. 2.2365. |
| Production spécifique de méthane des boues B | $CH4_B$ | 140 | $LCH_4/kgMV_{entrante}$ | Cf. 2.2365. |
| Rendement électrique du moteur à gaz | $\eta_{moteur\ à\ gaz}$ | 40% | | Cf. Schaubroeck, 2015 |

N.B. : SOTE ($gO_2/Nm^3/m$) signifie *Standard Oxygen Transfer Efficiency* et correspond à la capacité de transfert d'oxygène (gO_2) d'un système d'aération (exprimée par Nm^3 d'air insufflé et par mètre de colonne d'eau dans le bassin). Sa valeur en eau claire est donnée par le constructeur et peut également être mesurée sur site.

Au cours des trois ans d'opération du pilote A/B, les taux d'abattement en DCO et en azote total des étapes A et B ont pu être évalués en fonction des charges respectives entrantes lorsque que le pilote fonctionnait en procédé A/B. Il en a été de même en filière classique (baseline) c'est-à-dire en décantation primaire, boues activées classiques et décantation secondaire. Par ailleurs, les données issues de la campagne boues décrites dans la partie précédente permettent de caler les paramètres $V_{boue\ A}$, $V_{boue\ B}$, $mMV_{boue\ A}$, $mMV_{boue\ B}$, $DCO/MV_{boue\ A}$ $DCO/MV_{boue\ B}$. Les essais menés en digestion sur les boues A et B donnent les valeurs de $CH4_A$, $CH4_B$.

Les quatre scénarii suivants sont étudiés dans la suite de ce chapitre.

- « Classique (Baseline) » : scénario imitant la station de Kranji avec décantation primaire, boues activées et clarificateur secondaire pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L
- Procédé AB avec nitrification/dénitrification pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L
- Procédé AB avec shunt des nitrates pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L
- Procédé AB avec nitrification/dénitrification pour une charge en entrée de 514 mgDCO/L

Ce modèle ayant été calé sur les résultats expérimentaux, nous pouvons ainsi comparer ces quatre scénarii avec les mêmes hypothèses. Certaines de ces hypothèses sont cependant optimistes, spécialement celles en matière de rendement d'aération et d'efficacité électrique des moteurs. Néanmoins, ces hypothèses sont les mêmes pour tous les scénarii ce qui permet d'en faire une comparaison objective.

3.4.2.1 Modèle pour bilans de masse et d'énergie d'un système de traitement des eaux usées – Note de calcul

Bilan hydraulique

Les données d'entrée sont :

- Q_{in} : Débit d'entrée du pilote, réglé à 48 m³/j afin de travailler à 2m³/h
- $Q_{boue A}$: Volume journalier de boues A pour digestion, valeur empirique : 1,3 m³/j
- $Q_{boue B}$: Volume journalier de boues B pour digestion, valeur empirique : 0,2 m³/j

On définit $Q_{effluent final}$: débit de l'effluent de sortie du pilote.

On a alors :

$$Q_{effluent final} = Q_{in} - Q_{boue A} - Q_{boue B}$$

Bilan sur la DCO

Les données d'entrée sont :

- DCO_{in} : Charge entrante en DCO, en mg/L
- $DCO_{eff A}$: DCO de l'effluent de sortie de l'étape A, en mg/L
- $DCO_{eff B}$: DCO de l'effluent de sortie de l'étape B : effluent final, en mg/L
- $V_{réacteur A}$: Volume du réacteur A, en m³
- OUR_A : OUR de l'étape A, en mgO₂/L/j
- $MV_{boue A}$: Concentration en MV de la boue A, en kg/j
- $MV_{boue B}$: Concentration en MV de la boue B, en kg/j
- $DCO/MV_{boue A}$: Ratio DCO/MV boue A, sans dimension
- $DCO/MV_{boue B}$: Ratio DCO/MV boue B, sans dimension

Nous pouvons alors calculer :

- m_{DCOin} : masse de DCO dans l'effluent d'entrée, en kg/j
- m_{CO2-A} : masse de DCO minéralisée en étape A, en kg/j
- $m_{MVboueA}$: masse de MV transférée dans la boue A, en kg/j
- $m_{DCOboueA}$: masse de DCO transférée dans la boue A, en kg/j
- $m_{DCOeff A}$: masse de DCO dans l'effluent de sortie de l'étape A, en kg/j
- m_{CO2-B} : masse de DCO minéralisée en étape B, en kg/j
- $m_{MVboueB}$: masse de MV transférée dans la boue B, en kg/j
- $m_{DCOboueB}$: masse de DCO transférée dans la boue B, en kg/j
- $m_{DCOeff B}$: masse de DCO dans l'effluent de sortie de l'étape B, en kg/j

Pour l'étape A on a :

$$m_{DCO_{in}} = DCO_{in} * Q_{in}$$

$$m_{MV_{boueA}} = MV_{BoueA} * Q_{boueA}$$

$$m_{DCO_{boueA}} = m_{DCO_{boueA}} * DCO / MV_{boueA}$$

$$m_{CO_2-A} = OUR_A * V_{réacteur A} / 1000$$

Nous pouvons alors en déduire le pourcentage de minéralisation pour l'étape A :

$$\%_{minéralisation A} = m_{CO_2-A} / m_{DCO_{in}}$$

Pour l'étape B on a :

$$m_{MV_{boueB}} = MV_{BoueB} * Q_{boueB}$$

$$m_{DCO_{boueB}} = m_{DCO_{boueB}} * DCO / MV_{boueB}$$

$$D'où on déduit m_{CO_2-B} = m_{DCO_{eff A}} - m_{DCO_{boueB}} - m_{DCO_{eff B}}$$

Afin de calculer la répartition de $DCO_{entrante}$, on calcule : $\%X = m_{DCO_X} / m_{DCO_{in}}$

Bilan sur l'azote

Les données d'entrée sont :

- N_{in} : Charge entrante en azote total, en mg/L
- $N_{eff A}$: N_{total} de l'effluent de sortie de l'étape A, en mg/L
- $N_{eff B}$: N_{total} de l'effluent de sortie de l'étape B, en mg/L
- $N-NO_2^-_{eff B}$: $N-NO_2^-$ de l'effluent B, en mg/L
- $N-NO_3^-_{eff B}$: $N-NO_3^-$ de l'effluent B, en mg/L
- $N_{boue B}$: N_{total} des boues B, en mg/L
- N/COD_{boueA} : Ratio N/DCO de la boue A
- N/COD_{boueB} : Ratio N/DCO de la boue B

Ces éléments permettent de calculer les paramètres suivants :

$m_{N_{in}}$: masse de N dans l'effluent d'entrée, en kg/j

$m_{N_{effB}}$: masse de N dans l'effluent de sortie de l'étape B : effluent final, en kg/j

$m_{N_{boue A}}$: masse de N_{total} contenu des boues A, en kg/j

$m_{N_{boue B}}$: masse de N_{total} contenu des boues B, en kg/j

m_{N-N_2} : masse de N minéralisé en étape B, en kg/j

On a alors :

$$m_{N_{in}} = N_{in} * Q_{in}$$

$$m_{N_{effB}} = N_{effB} * (Q_{in} - Q_{boueA} - Q_{boueB})$$

$$m_{N_{boue A}} = m_{DCO_{boueA}} * N / DCO_{boueA}$$

$$m_{N_{boue B}} = m_{DCO_{boueB}} * N / DCO_{boueB}$$

D'où :

$$m_{N-N_2} = m_{N_{in}} - m_{N_{boue A}} - m_{N_{boue B}} - m_{N_{eff B}}$$

Afin de calculer la répartition de N_{in} , on calcule : $\%X = m_{NX}/m_{N_{in}}$

Bilan sur l'aération

Les diffuseurs d'air choisis sont des diffuseurs à disques à membranes. Nous travaillons donc avec des fines bulles.

Les données d'entrée sont :

- z : Altitude, en m
- DO_A : Taux d'oxygène dissous dans le réacteur A, en mg/L
- DO_B : Taux d'oxygène dissous dans le réacteur B, en mg/L
- T_A : Température dans le réacteur A, en K
- T_B : Température dans le réacteur B, en K
- P : Pression atmosphérique, en Pa
- H_A : Hauteur d'eau au-dessus des diffuseurs d'air du réacteur A, en mce
- H_B : Hauteur d'eau au-dessus des diffuseurs d'air du réacteur B, en mce
- α : coefficient alpha qui dépend du type de diffuseurs, définit par le rapport des coefficients de transfert SOTE en boues et en eau claire, sans dimension. Fixé à 0,55 (fines bulles)
- $SOTE_0$: SOTE eau claire. 19 gO₂/Nm³/m (pour un rendement d'oxygénation des diffuseurs de 6,33%, fines bulles)
- $\eta_{moteur aérateur}$: Rendement des moteurs des aérateurs, sans dimension

Les calculs sont similaires pour les étapes A et B. Ainsi, seuls sont détaillés ceux de l'étape A.

La procédure de calcul est la suivante :

$O_{2/h}$: Demande en oxygène horaire, en kgO₂/h

$O_{sat(T)}$: Concentration de saturation en oxygène à la température T , en K

$O_{sat(P)}$: Concentration de saturation en oxygène à la pression partielle P , en Pa

O_2 Liqueur Mixte : Demande en oxygène horaire dans la liqueur mixte, en kgO₂/h

$SOTE_{Liqueur Mixte A}$: Transfert d'oxygène dans la liqueur mixte, gO₂/Nm³/m

$Q_{air A}$: Débit d'air des diffuseurs, en m³/h

$QN_{air A}$: Débit d'air normalisé des diffuseurs, en Nm³/h

$P_{diffuseur}$: Pression sur les diffuseurs (considérés à 20 cm du fond du réacteur), en mce

$E_{aération}$: Puissance nécessaire du surpresseur, en kW

On a :

$$O_{2/h A} = m_{CO_2-A} / 24$$

$$O_{sat(T)} = 2234 / (T_A + 45,93)^{1,314}$$

$$O_{sat(P)} = P/P_0 * O_{sat(T)} * (1 + H_A/20,7)$$

$$O_2 \text{ Liqueur Mixte A} = O_{sat(P)} / (O_{sat(P)} - O_{sat(T)}) * O_{2/h A}$$

$$SOTE_{\text{Liqueur Mixte A}} = SOTE_0 * \alpha$$

$$Q_{air A} = O_2 \text{ Liqueur Mixte A} * 1000 / (SOTE_{\text{Liqueur Mixte A}} * H_A)$$

$$QN_{air A} = Q_{air A} * P/P_0 * T/T_0$$

$$P_{diffuseur} = H_A - 0,2$$

$$E_{aération} = QN_{air A} * P_{diffuseur} (367 * \eta_{moteur \text{ aérateur}})$$

Bilan sur la production d'énergie

Les données d'entrée sont :

- CH_{4A} : Production spécifique de méthane des boues A, en LCH₄/kgMV_{entrante}
- CH_{4B} : Production spécifique de méthane des boues B, en LCH₄/kgMV_{entrante}
- $\eta_{moteur \text{ à gaz}}$: Rendement électrique du moteur à gaz, sans dimension

Ces données permettent d'établir :

- V_{CH₄} : Volume total de production de méthane, en nm³
- E : Energie électrique produite, en kWh/j
- E_{m3} : Energie électrique produite par unité d'eau traitée, en kWh/m³ d'eau traitée
- E_{DCOe} : Energie électrique produite par unité de DCO entrante dans le pilote, en kWh/kgDCO_{entrante}.

$$D'où V_{CH_4} = MV_{boueA} * Q_{boueA} * CH_{4boueA} + MV_{boueB} * Q_{boueB} * CH_{4boueB}$$

$$E = V_{CH_4} * PCI_{CH_4} * \eta_{moteur \text{ à gaz}}$$

$$E_{m3} = E / Q_{in}$$

$$E_{DCOe} = E / m_{DCOin}$$

Degré d'efficacité énergétique : $\eta_{Energie}$

$$\text{Enfin on a } \eta_{Energie} = E / (E_{aération A} + E_{aération B})$$

Le **degré d'efficacité énergétique** correspond au **ratio entre la quantité d'énergie électrique produite** lors de la valorisation du biogaz (envisagée ici par cogénération) et la **consommation électrique liée à l'aération** des bassins biologiques.

Nous estimons que ce critère est le plus adapté pour comparer sur le plan énergétique, les différentes filières étudiées sous forme de scénarii dans la suite.

3.4.2.2 Résultats issus de l'exploitation du modèle

Scénario Classique (Baseline) – DCO_{entrante} = 390 mg/L

Le scénario Baseline a pour but d'imiter fidèlement la filière eau de la station de Kranji. Le réacteur A n'est plus un réacteur mais un simple bassin intermédiaire. Le décanteur A fait office de décanteur primaire. Le réacteur B est une boue activée classique permettant le traitement du carbone et le traitement de l'azote par nitrification/dénitrification. Le décanteur B fait figure de clarificateur secondaire.

Bilan sur la DCO

Les résultats présentés ci-dessous ont été obtenus au cours de trois semaines d'opération stable du pilote AB.

- η_{DCO} – Décanteur primaire = 39,0%
- OUR = 0 mgO₂/L/j (absence d'aération dans le décanteur primaire donc absence de minéralisation du carbone)
- MV_{boue secondaire} = 4,79 g/L
- DCO_{eff B} = 45,1 mg/L
- DO_B = 1,0 mgO₂/L

Ainsi, la DCO transférée dans les boues primaires représente 39% de la DCO entrante. Pour un ratio DCO/MV_{boue primaire} de 1,60, on obtient 4,59 kgMV/j de boue primaire.

Avec les valeurs de MV_{boue secondaire}, de DCO_{eff B} et le ratio DCO/MV de 1,5 nous obtenons donc 9,6% de la DCO_{entrante} transféré en digestion et 38,5% minéralisé en dioxyde de carbone.

Ces calculs nous permettent donc de faire le bilan de masse de la DCO sur la filière.

Bilan sur l'azote

Pour le bilan de masse de l'azote, les données retenues lors des essais sont :

- Charge entrante en azote total : 35,1 mg/L
- η_N - Décanteur primaire : 10,5%
- N_{eff B} = 13,6 mg/L
- N/DCO_{boue secondaire} = 0,058 gN/gDCO

Nous pouvons donc conclure que 10,5% et 6,1% de l'azote entrant sont respectivement transférés vers les boues primaires et les boues secondaires. 45,9% est transformé en azote gazeux dans le bassin d'aération.

Les bilans de masse en azote et en DCO de la filière « baseline » sont ainsi résumés dans la Figure 46.

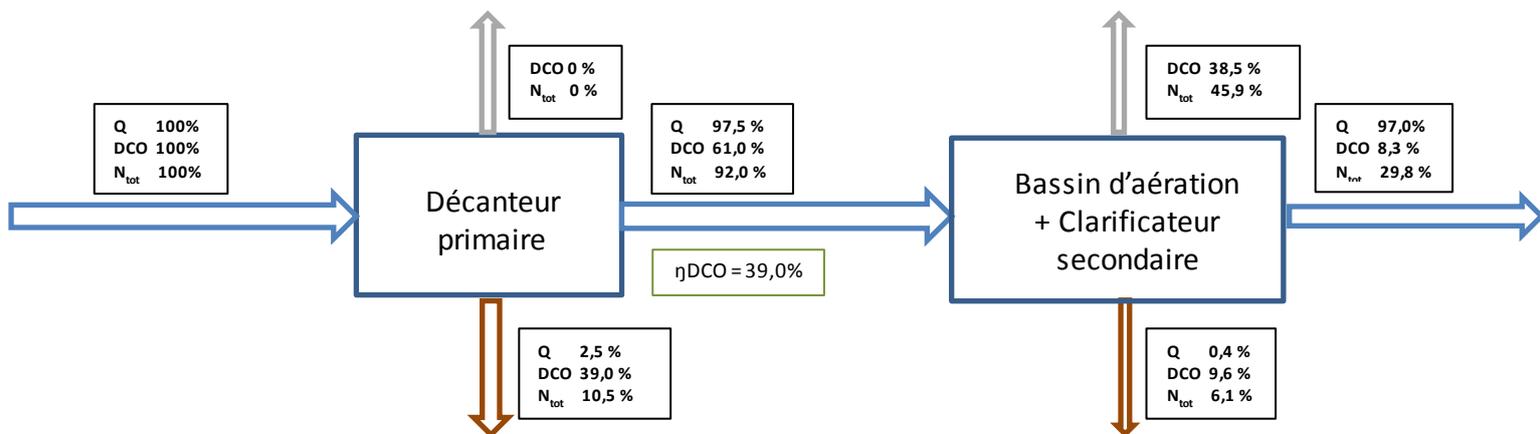


Figure 46 : Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière baseline. $DCO_{entrante} = 390 \text{ mg/L}$

Nous notons que **48,6% de la DCO entrante sont transférés vers les digesteurs**, 38,5% minéralisés et 8,3% se retrouvent dans l'effluent de sortie.

Bilan énergétique

Comme indiqué au paragraphe 3.4.1 la production spécifique de méthane des boues secondaires pour une digestion mésophile avec un temps de séjour de 16 jours est estimée à $145 \text{ LCH}_4/\text{kgMV}_{entrante}$. D'après le 3.2.1.2, cette production est de $301 \text{ LCH}_4/\text{kgMV}_{entrante}$ pour les boues primaires. Nous calculons ensuite la production de boues primaires et secondaires à partir des ratios DCO/MV et de la DCO transférée dans chaque boue. Nous pouvons ainsi déterminer les productions de méthane journalières pour chaque boue. Enfin, en considérant les mêmes hypothèses qu'en 3.4.1, nous arrivons à une **production d'électricité de $0,133 \text{ kWh/m}^3$ d'eau traitée** soit **$0,293 \text{ kWh/kgDCO}_{entrante}$** .

Pour ce qui concerne les demandes énergétiques liées à l'aération, le calcul est détaillé en 3.4.2.1. Nous trouvons une **consommation électrique du système d'aération de $0,075 \text{ kWh/m}^3$ d'eau traitée** soit **$0,192 \text{ kWh/kgDCO}_{entrante}$** . Cette consommation électrique liée à l'aération est beaucoup plus faible que pour la station de Kranji : $0,215 \text{ kWh/m}^3$ d'eau traitée. En effet, dans les calculs en 3.4.2.1, les calculs se basent sur les efficacités de transfert d'oxygène et de moteur électrique les plus performants à l'heure actuelle.

En ne considérant que les consommations énergétiques liées à l'aération, la filière classique présente un degré d'efficacité énergétique de 177,0%

Scénario Procédé AB avec nitrification/dénitrification – $DCO_{entrante} = 390 \text{ mg/L}$

Ce scénario correspond à celui en cours lors de la campagne de quantification de la production de boues du pilote AB.

Bilan sur la DCO

Les données d'entrée utilisées dans le modèle sont issues de l'opération stable du pilote pendant trois mois.

- $\eta_{\text{DCO}} \text{ étape A} = 60,8\%$
- $\text{OUR} = 1517 \text{ mgO}_2/\text{L/j}$
- $\text{DO}_A = 0,2 \text{ mgO}_2/\text{L}$
- $\text{MV}_{\text{boue A}} = 5,08 \text{ g/L}$
- $\text{DCO}_{\text{eff B}} = 45,1 \text{ mg/L}$
- $\text{DO}_B = 1,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$
- $\text{MV}_{\text{boue B}} = 3,33 \text{ g/L}$

A partir de la valeur de vitesse de consommation d'oxygène (OUR), du volume du réacteur A et de la DCO en entrée et en sortie de l'étape A, nous calculons le pourcentage de minéralisation de la DCO en étape A. Nous obtenons une valeur de 8,1% qui paraît sous-estimée car nous obtenions plutôt 11% lors de la campagne boues. A partir de $\text{MV}_{\text{Boue A}}$ et $\text{Q}_{\text{boue A}}$, nous en déduisons que 6,1 kgMV/j sont transférés dans les boues A, ce qui représente 52,7% de la $\text{DCO}_{\text{entrante}}$.

En utilisant les valeurs $\text{MV}_{\text{boue B}}$, $\text{DCO}_{\text{eff B}}$ et le ratio DCO/MV de 1,50, nous avons ainsi 5,4% de la $\text{DCO}_{\text{entrante}}$ transférée dans les boues B et 23,8% minéralisée en étape B

Bilan sur l'azote

Nous émettons l'hypothèse simplificatrice que l'azote utilisé pour la respiration endogène dans le réacteur A est négligeable. En effet, le temps de contact est très court : 30 minutes et le volume de réacteur est faible.

Les données retenues lors des calculs sont :

- Charge entrante en azote total : 35,1 mg/L
- $\eta_{\text{N}} \text{ étape A} : 18,5\%$
- $\text{N}_{\text{eff B}} = 13,6 \text{ mg/L}$
- $\text{N}/\text{DCO}_{\text{boue A}} = 0,032 \text{ gN/gDCO}$
- $\text{N}/\text{DCO}_{\text{boue B}} = 0,057 \text{ gN/gDCO}$

Nous calculons alors que 18,5% et 3,0% de l'azote entrant sont respectivement transférés vers les boues A et les boues B. 45,9% est transformé en azote gazeux dans le bassin d'aération.

Les bilans de masse en azote et en DCO de la filière A/B avec une charge entrante de 390 mgDCO/L sont ainsi résumés dans la Figure 46.

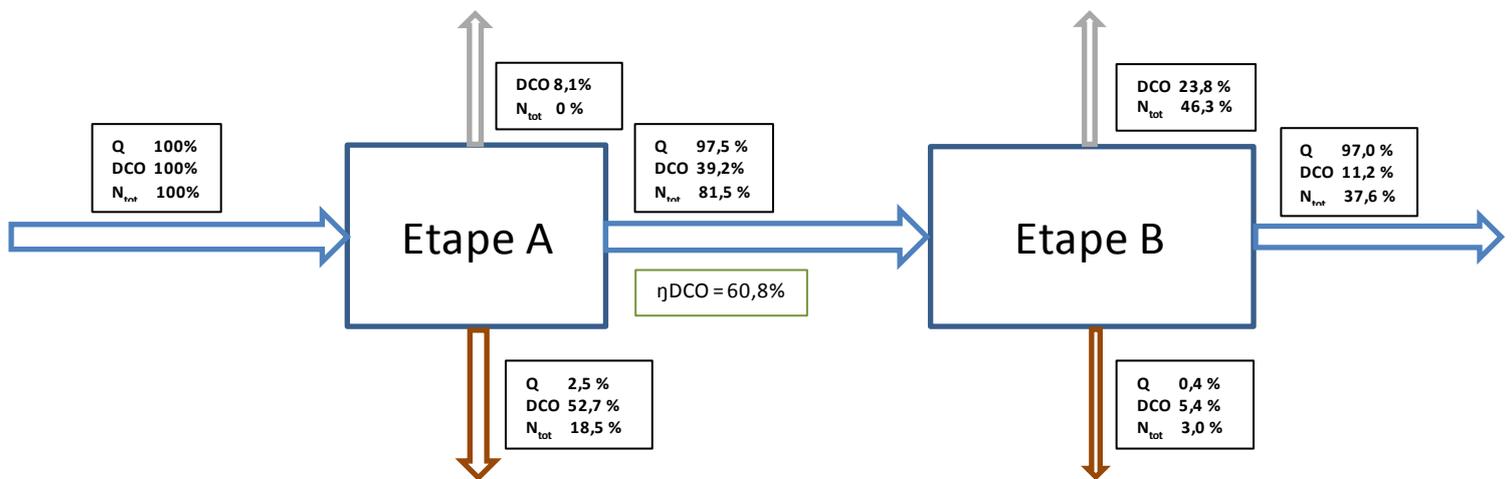


Figure 47: Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière AB avec Nitrification/Dénitrification.
DCO_{entrante} = 390 mg/L

Notons que **58,1% de la DCO entrante est effectivement transféré vers les digesteurs**, 31,9% est minéralisé et 11,2% se retrouve dans l'effluent de sortie.

Bilan énergétique

Pour ce qui concerne la production d'énergie, nous suivons la même méthode que pour la campagne de boues. Nous parvenons à une production d'énergie électrique de 0,154 kWh/m³ d'eau traitée soit 0,398 kWh/kgDCO_{entrante}. Ce résultat est proche (8% supérieur) à celui trouvé lors de la campagne de boues décrite au paragraphe 3.4.1, cet écart est inférieur à 10% et valide ainsi notre méthode. Nous le considérons donc acceptable.

A l'aide des calculs détaillés en 3.4.2.1, nous trouvons une consommation énergétique liée à l'aération de 0,064 kWh/m³ d'eau traitée soit 0,165 kWh/kgDCO_{entrante}.

En ne considérant que les consommations énergétiques liées à l'aération, la filière A/B pour une charge entrante de 390 mgDCO/L présente un degré d'efficacité énergétique de 241,1%.

Scénario Procédé AB avec shunt des nitrates pour une charge en entrée de 390 mgDCO/L

Ce scénario a été obtenu grâce aux conditions opératoires suivantes.

- Temps de séjour hydraulique B1/B2 : 2,3 h / 5,4 h
- Age de boues : 3-5 jours
- Recirculation interne : 2,4 Q_{in}
- Aération intermittente contrôlée par le ratio $\log N-NH_4/N_03$ au seuil de 0,33

Pour une meilleure compréhension du mode opératoire du pilote A/B pour ce scénario, se référer à la Figure 10.

Obtenir le shunt des nitrates réside dans le lessivage des bactéries nitrifiantes et l'accumulation des espèces nitritantes. Diminuer le temps de séjour des boues est une des façons possibles pour parvenir à ce shunt.

Ce scénario présente les mêmes résultats que celui du procédé AB avec nitrification/dénitrification pour la même charge nominale. La qualité de l'effluent est considérée très proche. A défaut d'une quantité satisfaisante de données sur les boues B en régime stabilisé du shunt des nitrates, nous ne pouvons qu'émettre des hypothèses sur la quantité et la qualité de ces boues. Nous ne pouvons donc pas procéder aux bilans de masse exhaustifs du carbone et de l'azote pour ce scénario.

Nous utilisons les hypothèses suivantes :

- La qualité de l'effluent final est quasi-identique en azote globale et en DCO que lors de la nitrification/dénitrification et production de boues similaires, nous pouvons émettre un bilan énergétique de cette filière.
- La demande en oxygène est diminuée d'environ 45% (résultat du projet Energy+) par rapport au scénario baseline. Nous pouvons donc nous attendre à une consommation énergétique liée à l'aération réduite de cette même valeur. Ceci nous amènerait ainsi à une consommation de 0,035 kWh/m³ d'eau traitée soit 0,091 kWh/kgDCO_{entrante}.

Pour une même production énergétique, ces chiffres nous conduiraient à une autosuffisance énergétique par rapport au système d'aération de 350%. N'ayant pas suffisamment de données expérimentales sur ce scénario, nous ne nous permettrons donc pas de conclure sur une valeur de degré d'efficacité. La seule conclusion que nous pouvons porter est cette efficacité serait potentiellement supérieure à celle du procédé AB avec nitrification/dénitrification qui est de 241%.

Une réserve reste à émettre concernant ce scénario concernant le bilan en gaz à effet de serre. Effectivement, la réduction quasi drastique de l'âge de boues amène un stress aux bactéries impliquées dans le cycle de l'azote et l'émission de protoxyde d'azote a pu être multipliée par dix au cours des essais sur le pilote AB. Ainsi, malgré la baisse des émissions de dioxyde de carbone liée à la réduction de la consommation énergétique, celle-ci est largement dépassée par les émissions de protoxyde d'azote étendant son important pouvoir réchauffant (1 kgN₂O = 298 kg CO_{2,eq} et à Singapour 1 kWh = 0,64 kg CO_{2,eq}, source nea.gov.sg).

Scénario procédé AB avec nitrification/dénitrification pour une charge en entrée de 514 mgDCO/L

Bilan DCO et azote

L'effluent en entrée de station de Kranji est relativement peu chargé : 390 mgDCO/L. Le procédé de biosorption est d'autant plus efficace en matière d'abattement du carbone qu'il reçoit une charge importante. Le procédé AB est notamment utilisé pour le traitement des effluents issus des industries agro-alimentaires (communication interne Degrémont). La station de Strass en Autriche en procédé AB, première station auto-suffisante en énergie uniquement grâce au process au monde et, possède elle une charge entrante de 700-720 mgDCO/L (Cf. Schaubroeck, 2015).

Nous nous sommes donc demandés ce que serait les performances de notre procédé AB avec une charge autour de 500 mgDCO/L. Une charge de 514 mgDCO/L a pu être observée sur quelques semaines sur le pilote AB, nous utilisons donc les rendements obtenus à cette charge :

- $\eta_{\text{DCO}} \text{ étape A} = 64,4\%$
- $\text{OUR} = 1950 \text{ mgO}_2/\text{Lj}$
- $\text{DO}_A = 0,2 \text{ mgO}_2/\text{L}$
- $\text{MV}_{\text{boue A}} = 6,95 \text{ g/L}$
- $\text{DCO}_{\text{eff B}} = 45,0 \text{ mg/L}$
- $\text{DO}_B = 1,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$
- $\text{MV}_{\text{boue B}} = 3,97 \text{ g/L}$
- Charge entrante en azote total : 42,5 mg/L
- $\eta_{\text{N}} \text{ étape A} : 18,5\%$
- $\text{N}_{\text{eff B}} = 13,6 \text{ mg/L}$
- $\text{N}/\text{DCO}_{\text{boue A}} = 0,032 \text{ gN/gDCO}$
- $\text{N}/\text{DCO}_{\text{boue B}} = 0,057 \text{ gN/gDCO}$

Le taux d'abattement sur la DCO de l'étape A est ainsi augmenté de 4% par rapport à une charge entrante de 390 mg/L.

D'une manière identique aux bilans de DCO précédents, nous trouvons 58,0% et 4,4% de DCO respectivement transférés dans les boues A et les boues B. 7,9% est minéralisé en étape A et 21,2% l'est en étape B.

Les bilans de masse en azote et en DCO de la filière A/B avec une charge entrante de 514 mg/L sont ainsi résumés dans la Figure 48.

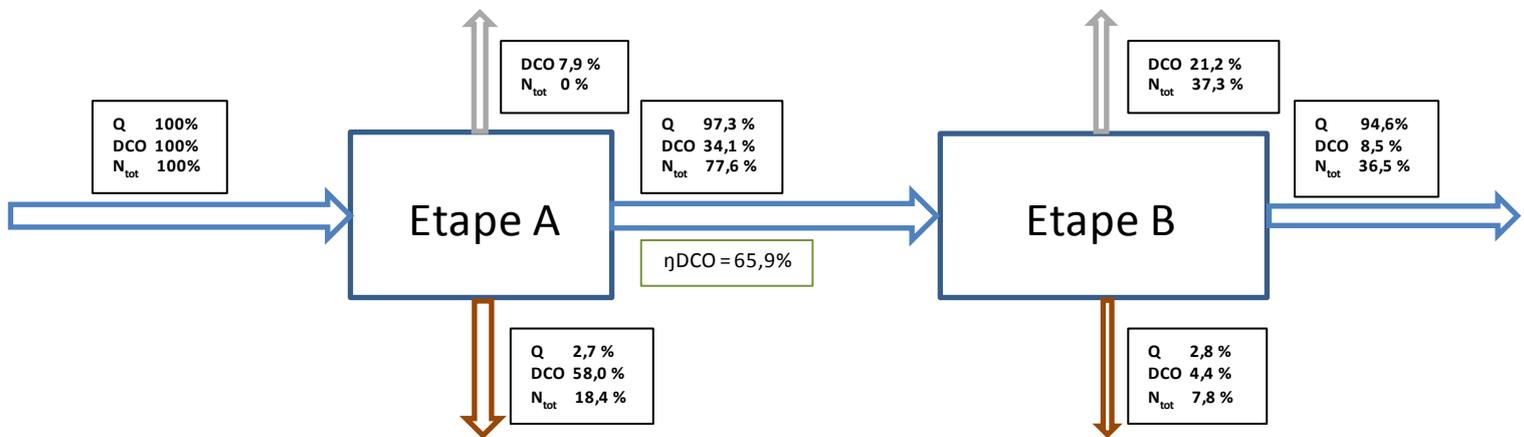


Figure 48: Bilans de masse de la DCO et de l'azote total de la filière A/B avec Nitrification/Dénitrification. DCO_{entrante} = 514 mg/L

Notons que **62,4% de la DCO entrante est effectivement transféré vers les digesteurs**, 29,1% est minéralisé et 8,5% se retrouve dans l'effluent de sortie.

Bilan énergétique

En utilisant toujours les mêmes hypothèses et calculs pour estimer la production d'énergie, nous trouvons une production d'électricité de 0,223 kWh/m³ d'eau traitée soit 0,435 kWh/kgDCO_{entrante}.

A nouveau à l'aide des calculs détaillés en 3.4.2.1, nous trouvons une consommation énergétique liée à l'aération de 0,075 kWh/m³ d'eau traitée soit 0,146 kWh/kgDCO_{entrante}.

En ne considérant que les consommations énergétiques liées à l'aération, la filière A/B avec une charge entrante de 514 mgDCO/L présente un degré d'efficacité énergétique de 298%.

3.4.2.3 Conclusions sur la filière de demain

Le Tableau 29 compare les quatre scénarii étudiés en présentant la part de DCO_{entrante} effectivement transférée en digestion, les consommations électriques ne prenant en compte que les besoins liés à l'aération, les productions électriques qui seraient obtenues à partir du biogaz produit, et enfin les ratios entre ces consommations et ces productions électriques estimées, ratios qualifiés ici degré d'efficacité énergétique.

Tableau 29: Comparaison des bilans énergétiques des différents scénarii étudiés

| Filière | DCO transférée en digestion | Consommation électrique liée à l'aération | Production d'électricité | Degré d'efficacité |
|---|-----------------------------|---|---|--------------------|
| Baseline, DCO _{entrante} = 390 mg/L | 48,6% | 0,075 kWh/m ³ d'eau traitée 0,192 kWh/kgDCO _{entrante} | 0,133 kWh/m ³ d'eau traitée 0,293 kWh/kgDCO _{entrante} | 177% |
| Procédé AB avec N/D DCO _{entrante} = 390 mg/L | 58,1% | 0,064 kWh/m ³ d'eau traitée 0,165 kWh/kgDCO _{entrante} | 0,154 kWh/m ³ d'eau traitée 0,398 kWh/kgDCO _{entrante} | 241% |
| Procédé AB avec Shunt des nitrates, DCO _{entrante} = 390 mg/L | | 0,035 kWh/m ³ d'eau traitée 0,106 kWh/kgDCO _{entrante} | 0,133 kWh/m ³ d'eau traitée 0,293 kWh/kgDCO _{entrante} | 350% |
| Procédé AB avec N/D, DCO _{entrante} = 514 mg/L | 62,4% | 0,075 kWh/m ³ d'eau traitée 0,146 kWh/kgDCO _{entrante} | 0,223 kWh/m ³ d'eau traitée 0,435 kWh/kgDCO _{entrante} | 298% |

Le scénario classique dit baseline présente un taux abattement de la DCO de 39% au sein du décanteur primaire. Ce rendement est relativement élevé pour une décantation statique. L'opérateur de la station de Kranji obtient des valeurs inférieures généralement comprises entre 30-35%.

Comme expliqué en 1.1.2.3, le procédé A/B cherche à capter un maximum de carbone le plus en amont possible dans la filière de traitement afin d'obtenir des boues les plus fermentescibles possibles, et ainsi minimiser la minéralisation du carbone, phénomène qui en empêche sa valorisation énergétique et consomme de l'énergie pour l'aération. D'après le Tableau 29, le procédé A/B permet donc de capter 10% à 15% de carbone en plus que la filière de traitement conventionnelle. Ce gain peut paraître faible pour décider de passer d'une filière conventionnelle au procédé A/B qui est, il est vrai, plus délicat à opérer. Néanmoins, l'intérêt majeur que nous voyons dans ce procédé réside dans le fait que 90% des boues produites le sont en étape A. Ces boues présentent la même biodégradabilité que les boues primaires. Dans une filière de traitement conventionnelle, les boues primaires représentent entre 65% et 70% de la production totale de boues. Le procédé A/B déplace ainsi l'équilibre de production des boues primaires/boues secondaires de 20% à 25%. Le procédé A/B permet donc bien de capter le carbone le plus amont possible de la filière eau *i.e.* en première étape de traitement, mais en plus de cela, sous la forme présentant le plus fort pouvoir méthanogène possible dans une filière de traitement d'eaux résiduaires urbaines. En d'autres termes, **non seulement le procédé A/B permet de capter davantage**

de carbone pour le transférer directement en digestion anaérobie, mais il permet également de produire des boues plus fermentescibles qu'une filière de traitement conventionnelle.

Un autre intérêt de cette filière concerne la faible production de boues 'secondaires', les boues B. Elles ne représentent que 10% de la production totale de boues (en masse de MV) et ne participent qu'à 5% de la production totale de méthane. Compte tenu de ces faibles quantités, nous pouvons donc nous interroger sur l'intérêt de digérer ces boues avec les boues A et pouvons envisager d'avoir une filière de traitement séparée pour les boues B. Les avantages seraient une meilleure maîtrise des digesteurs alimentés uniquement en boues A et une filière de traitement spécifique et plus adaptée pour les boues B.

Enfin, la réduction de la demande énergétique liée à l'aération de la filière A/B est de 15% par rapport à la filière conventionnelle, toutes deux déjà optimisées avec un contrôle de l'aération avec les données en azote ammoniacal et en nitrates afin d'optimiser l'aération liée au traitement du carbone. Par rapport à la station de Kranji qui gère cette aération uniquement avec la donnée d'oxygène dissous, les économies d'énergie ont été évaluées à 55% mais nous ne pouvons certifier ce résultat par manque d'études sur les bassins de la station.

Pour le même effluent d'entrée, **le procédé A/B présente un degré d'efficacité énergétique vis-à-vis de l'aération de 241%**. Ceci représente une **augmentation de 36%** par rapport à une filière de traitement conventionnelle.

Les résultats obtenus sur la filière A/B avec un effluent davantage chargé à 514 mgDCO/L montrent un transfert plus important de la DCO directement vers les digesteurs avec une valeur supérieure à 60%. Nous notons aussi que la consommation par kg de DCO_{entrante} diminue par rapport à un effluent moins chargé à 390 mgDCO/L ce qui montre que le procédé est plus efficace énergétiquement avec un effluent d'entrée chargé. Par ailleurs, la production d'énergie est elle aussi augmentée ce qui nous amène un degré d'efficacité énergétique supérieur que pour un effluent moins chargé. Nous pouvons aussi conclure que **plus l'effluent est chargé en carbone**, plus le procédé de biosorption est efficace et **plus le bilan énergétique de la filière A/B est positif**. En d'autres termes, plus l'effluent à traiter est chargé en carbone, plus la filière A/B est intéressante du point-de-vue énergétique.

N'ayant considéré au préalable que la consommation énergétique liée à l'aération, nous cherchons alors à nous placer à l'échelle de la station. Les autres postes de consommation électrique sont :

- Le pompage de l'effluent
- Le prétraitement de l'effluent
- Le chauffage des digesteurs
- L'épaississement et déshydratation des boues
- Le traitement des odeurs

- Le chauffage/refroidissement des bâtiments administratifs
- Autres

Pour la station d'Ulu Pandan à Singapour, la répartition de ces consommations se fait comme indiqué en Figure 49.

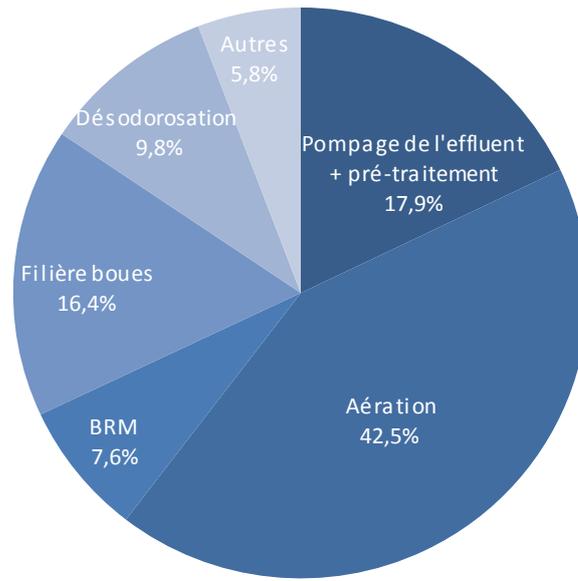


Figure 49: Distribution des besoins en électricité de la station d'Ulu Pandan (Singapour) par poste de consommation (d'après Cao, 2011)

D'après Cao, 2011 et Tarallo, 2015, pour les stations de traitement des eaux municipales équipées de digesteurs, les besoins en aération correspondent généralement à 40-45% de la demande énergétique totale. Selon l'opérateur, les autres postes de consommation d'énergie de la station de Kranji consomment 0,23 kWh/m³ d'eau traitée. Nous pouvons ainsi évaluer le degré d'auto-suffisance de nos scénarii par rapport aux besoins énergétiques de la station entière, les résultats sont résumés dans le Tableau 30.

Tableau 30: Autosuffisance énergétique des quatre scénarii pour la station entière

| Filière | Degré d'auto-suffisance |
|---|-------------------------|
| Baseline, DCO _{entrante} = 390 mg/L | 44% |
| Procédé A/B avec N/D DCO _{entrante} = 390 mg/L | 54% |
| Procédé A/B avec Shunt des nitrates, DCO _{entrante} = 390 mg/L | 58% |
| Procédé A/B avec N/D, DCO _{entrante} = 514 mg/L | 73% |

La filière de référence dite Baseline présente un degré d'auto-suffisance de 44% alors que la station de Kranji arrive à 27%, ce qui est dans la moyenne des stations de cette taille (Nowak, 2011).

Par ailleurs, ces résultats prouvent à nouveau que le procédé A/B est intéressant d'un point-de-vue énergétique lorsque l'effluent présente une charge nominale supérieure à 400 mgDCO/L pour ainsi obtenir une augmentation de plus de 10% dans le degré d'auto-suffisance énergétique.

4. Conclusion et Perspectives

4.1 Conclusion

La documentation sur la méthanisation des boues issues du procédé A/B est très restreinte. Nous nous sommes donc efforcés, au cours de ce travail de thèse, de caractériser ces boues et de déterminer leur comportement en digestion anaérobie. Les études menées montrent que **90% des boues produites par le procédé A/B sont issues de l'étape A** (contre 65-70% pour les boues primaires conventionnelles). Par ailleurs, **95% de la production totale de méthane est à attribuer aux boues A**. Nous nous sommes donc concentrés sur ces boues pour en estimer leur digestibilité. Cette répartition des boues montre que **le procédé A/B permet la capture du carbone la plus en amont possible dans la filière de traitement des eaux usées pour un transfert directement en digestion**, ce qui minimise sa minéralisation et donc maximise sa valorisation sous forme de biogaz.

Afin de mieux appréhender les boues A et B, une comparaison de celles-ci a été effectuée avec des boues davantage connues : les boues primaires, secondaires et mixtes d'une station d'épuration conventionnelle, la station de Kranji à Singapour, la même station où nous avons effectués nos essais. De cette comparaison ressortent les résultats suivants :

- **Les boues A et primaires** sont similaires du point de vue des caractéristiques de la boue fraîche et des cinétiques de production de biogaz ; les **potentiels méthanogènes ont des valeurs respectives de 330 et 290 LCH₄/kgMV_{entrante}**.
- Le même commentaire peut se faire avec les **boues B et les boues secondaires avec des potentiels méthanogènes de 201 et 220 LCH₄/kgMV_{entrante}**.

A la suite de cette comparaison, nous nous sommes donc intéressés à la digestion des boues A en continu, une fois de plus en les comparant avec la méthanisation de boues connues : les boues primaire et mixte. Nous avons donc évalués les productions spécifiques de méthane de ces trois types de boues qui sont respectivement pour les **boues A, primaire et mixte de 290, 301 et 229 LCH₄/kgMV_{entrante}**. Cette nouvelle comparaison montre à nouveau les similarités entre les boues A et primaire. S'intéressant alors à l'aspect cinétique de production de biogaz, nous faisons à nouveau le même constat. Ainsi, **les boues A présentent le même comportement en digestion anaérobie que les boues primaires et leur méthanisation permet de produire 45% plus de méthane que la digestion des boues mixtes conventionnelles**.

Les boues A présentent une très bonne digestibilité en conditions mésophiles (37°). Grâce à des cinétiques de dégradation importantes, **la charge appliquée peut atteindre 2,5 kgMV/m³/j avec un**

temps de séjour de 9,5 jours sans affecter la production spécifique de méthane des boues A à 37°C, avec la possibilité certainement, d'augmenter encore cette charge. Le taux d'abattement en matières volatiles atteint alors 48%. En revanche à 30°C et un temps de séjour de 16 jours, il semble que 1,5 kgMV/m³/j soit la charge limite applicable.

A la suite de la quantification des boues produites par **le procédé A/B, il a été montré que ce dernier produit 17% plus de méthane qu'une filière de traitement des eaux usées classique** comme celle de la station de Kranji.

A l'aide d'un modèle permettant les bilans de masse en DCO et d'énergie de filière de traitement des eaux usées, il apparaît que le procédé A/B permet de rediriger 58% de la DCO_{entrante} dans la station vers les digesteurs, contre seulement 48% pour une filière conventionnelle. Par ailleurs, plus l'effluent d'entrée est chargé en carbone, plus le procédé A/B est intéressant d'un point-de-vue énergétique, portant cette valeur à 62%. **Le procédé A/B permet effectivement une optimisation de la valorisation du carbone présent dans les eaux usées.**

Afin de tendre vers la station d'épuration à énergie positive, il est nécessaire de diminuer les consommations électriques et d'augmenter la production d'énergie. **Le procédé A/B permet de diminuer la consommation liée à l'aération (40-70% de la demande énergétique globale de la station) de 15% par rapport à une filière de traitement conventionnelle déjà optimisée vis-à-vis de l'aération et de produire 17% plus d'énergie.** Ainsi, nous passons d'une auto-suffisance énergétique de 44% pour une station conventionnelle à 54% avec le procédé A/B voire 73% si l'effluent d'entrée est suffisamment chargé (DCO_{entrante} > 500 mg/L).

Le procédé A/B permet donc bien de tendre vers la station auto-suffisante en énergie.

4.2 Perspectives

Ce travail s'est en grande partie concentré sur l'optimisation de la digestion anaérobie des boues A, il semblerait que la production spécifique de méthane par matière organique introduite pour les boues A soit au maximum de 290 LCH₄/kgMV_{entrante}. Ce résultat ne pourra donc pas être amélioré substantiellement au sein même du digesteur. Seul un prétraitement de cette boue pourrait permettre de transformer davantage de matière organique en méthane. Ainsi, si nous souhaitons augmenter la production énergétique du procédé A/B, il faut prendre en considération ce prétraitement des boues. En effet, ce dernier permet de dégrader d'avantage de matière organique au cours de la digestion et il est généralement appliqué aux boues secondaires (Cf. Kim, 2003 ; Gavala, 2003). Etant donné le caractère fortement fermentescible des boues A, nous ne garantissons pas un bilan énergétique positif de l'installation d'une étape de prétraitement, et encore moins en matière de coûts d'opération. Des essais

de déshydratabilité serait intéressant à mener afin de vérifier que les boues digérées A/B ne sont pas plus difficiles à déshydrater que des boues digérées conventionnelles (Cf. Novak, 2006).

Il serait intéressant de faire des essais supplémentaires avec un effluent d'entrée de filière A/B davantage chargé en carbone afin de trouver la limite optimale de charge et ainsi le bilan énergétique le plus positif atteignable. Wett, 2007 explique que la station de Strass en Autriche présente une autosuffisance énergétique de 108% avec une charge en entrée de station de 700 mg/L (Communication personnelle).

Le bilan énergétique du procédé A/B avec nitrification/dénitrification, si nous ne prenons en compte que les besoins liés à l'aération, est amélioré de 36% par rapport à celui d'une filière de traitement conventionnelle. Nous pouvons donc nous demander à quel point ce résultat peut être amélioré. Cette amélioration passe par une augmentation de la production de méthane et/ou la diminution des besoins en aération.

L'autre alternative pour améliorer le bilan énergétique du procédé A/B réside dans la diminution des besoins en aération. Etant donné que nous nous sommes déjà placés dans des conditions favorables et optimisées, l'utilisation d'équipements plus performants ne ferait pas une différence drastique. En revanche, travailler avec une aération intermittente permet de réduire de façon importante la consommation des surpresseurs. Opérer avec une aération intermittente est une première étape clef.

Le procédé A/B pourrait être encore plus intéressant si nous envisageons de le coupler avec les nouvelles voies d'assimilation de l'azote : le shunt de nitrates et la déammonification (Anammox). D'après le Tableau 2 (Stinson, 2013), par rapport à la nitrification/dénitrification, ces filières permettraient respectivement 25% et 63% d'économie d'aération et 50% et 100% d'économie de carbone. Ce dernier point permettrait de valoriser une plus grande partie du carbone entrant dans la station par digestion anaérobie. Ceci signifie que ces filières consomment moins d'énergie et permettent potentiellement d'en produire davantage. Siegrist, 2008 explique que la déammonification au sein de la filière eau est un procédé clef pour atteindre l'auto-suffisance énergétique de la station.

L'effluent de sortie de l'étape A est un effluent qui présente un ratio C/N relativement faible. C'est une des conditions favorables pour le développement des bactéries nitrifiantes mais aussi des bactéries *Anammox*. En ajoutant un procédé de sélection des bactéries souhaitées, le développement du shunt des nitrates ou de la déammonification semble tout à fait possible en étape B. Depuis le milieu des années 2000, ces deux procédés suscitent le plus grand intérêt de la part de la communauté scientifique du traitement des eaux usées. Ils existent déjà sur les effluents concentrés que sont les retours en tête de station. Leur développement industriel sur l'effluent dilué (c'est-à-dire la filière eau) n'est qu'une question d'années. Les essais menés par DHI sur le shunt des nitrates sur l'étape B ont été concluants et mériteraient d'être consolidés sur des périodes de stabilité allant jusqu'à au moins six mois. Il est aussi nécessaire de faire des essais de digestibilité des boues type shunt des nitrates ou Anammox pour s'assurer a minima que ces boues ne soient pas plus difficiles à digérer que des boues secondaires de filières conventionnelles. Néanmoins, si des essais complémentaires sur le shunt des nitrates sont

menés, il est important de prendre en compte les émissions de protoxyde d'azote (Cf. Chandran, 2011). Comme discuté en 3.4.2.2, le shunt des nitrates implique généralement des émissions de ce gaz à effet de serre puissant (Cf. Rkan Sin, 2008)) et ces émissions doivent être prises en compte dans le bilan environnemental de la station. Rodriguez-Garcia, 2011 dresse les bilans environnementaux et économiques de six types de filières de traitement des eaux usées et l'influence de ces émissions tendent presque à compenser les économies d'aération et donc de production d'énergie à partir de ressources fossiles, sur le plan des émissions de gaz à effet de serre. Néanmoins, les émissions de protoxyde d'azote peuvent être davantage limitées lors du shunt des nitrates en procédant à un meilleur contrôle du procédé biologique (Cf. Weissenbacher, 2010).

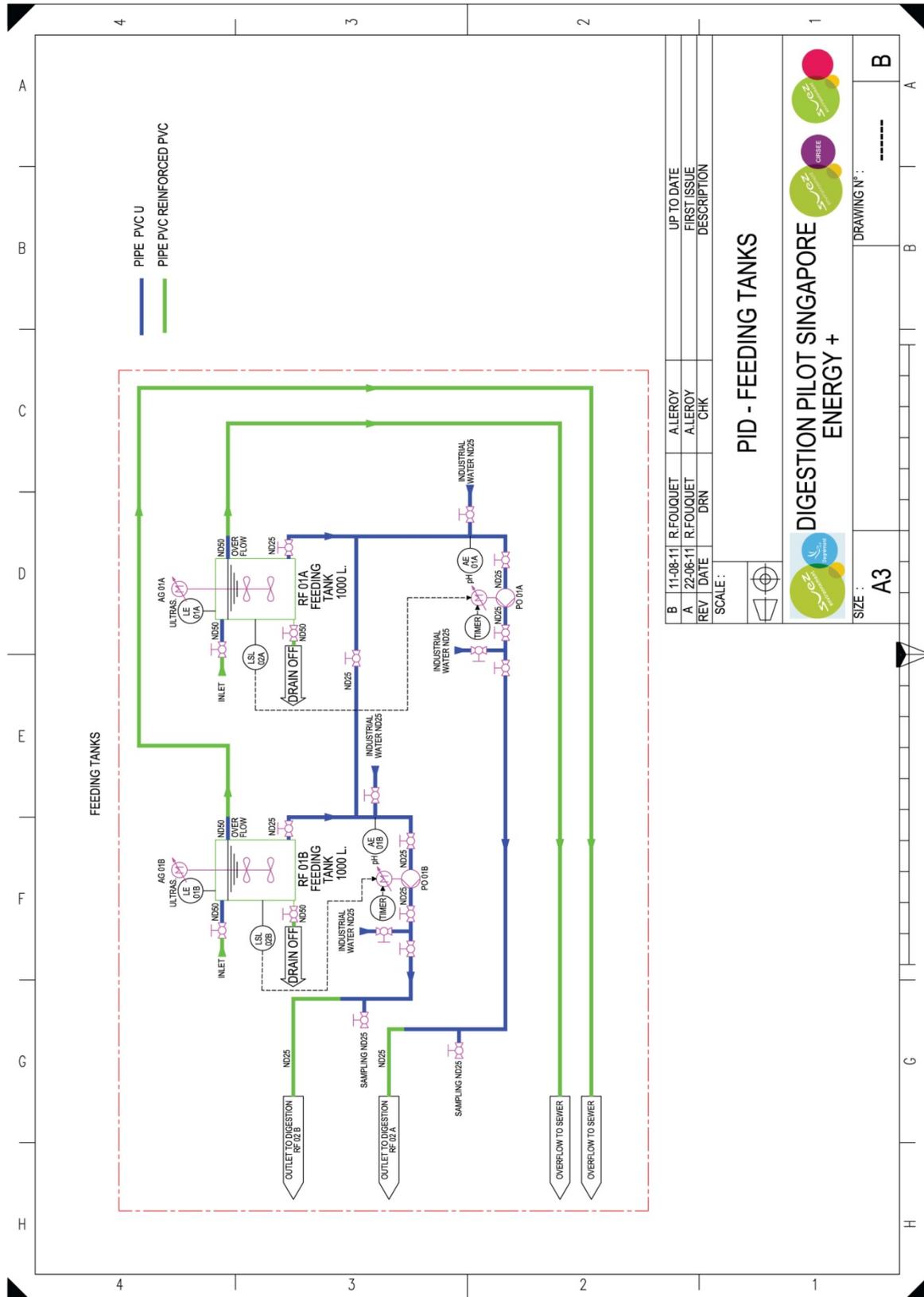
Un des apports extérieurs auxquels les stations ont le plus recours est le déchet organique afin de pratiquer la co-digestion avec les boues (Cf. Mata Alvarez, 2014 ; Belhadj, 2014, Aichinger, 2015). Ce procédé est utilisé lorsque les digesteurs de la station d'épuration sont en sous-capacité. La co-digestion est une des méthodes les plus efficaces pour permettre à la station de produire toute l'électricité nécessaire pour son fonctionnement. La station de Strass en Autriche, fonctionnant en procédé A/B, est passée d'une autosuffisance énergétique de 108% à plus de 160% en implantant la co-digestion (Cf. Wett, 2013 ; Schaubroeck, 2015). Néanmoins, recourir à la co-digestion dépend fortement de la disponibilité géographiquement proche d'un co-substrat. Par ailleurs, ce dernier nécessite une pureté très élevée pour ne pas affecter la digestion et doit, selon sa nature, subir une ségrégation et un prétraitement pouvant parfois être lourds à mettre en place. La co-digestion ne peut donc pas être utilisée sur toutes les stations mais demeure un procédé très intéressant pour augmenter la production énergétique de la station d'épuration.

Corominas, 2013 propose un état de l'art de l'analyse de cycle de vie des systèmes de traitement des eaux usées. A partir de cette méthode, il serait intéressant de faire cet exercice pour les filières que nous avons étudiées afin de proposer, en plus d'un bilan énergétique complet de la station, le point-de-vue analyse de cycle de vie environnemental en incluant bien évidemment les émissions de gaz à effet de serre liées au procédé de traitement mais également à la production d'énergie à partir des ressources fossiles. Le recours à ces outils d'analyses en complément de notre étude faite au cours de ce travail de thèse permettrait de davantage approfondir la comparaison des filières de traitement étudiées et de conclure sur la filière à adopter pour la station d'épuration de demain, valorisant toutes les ressources contenues dans les eaux usées : eau, énergie, nutriments.

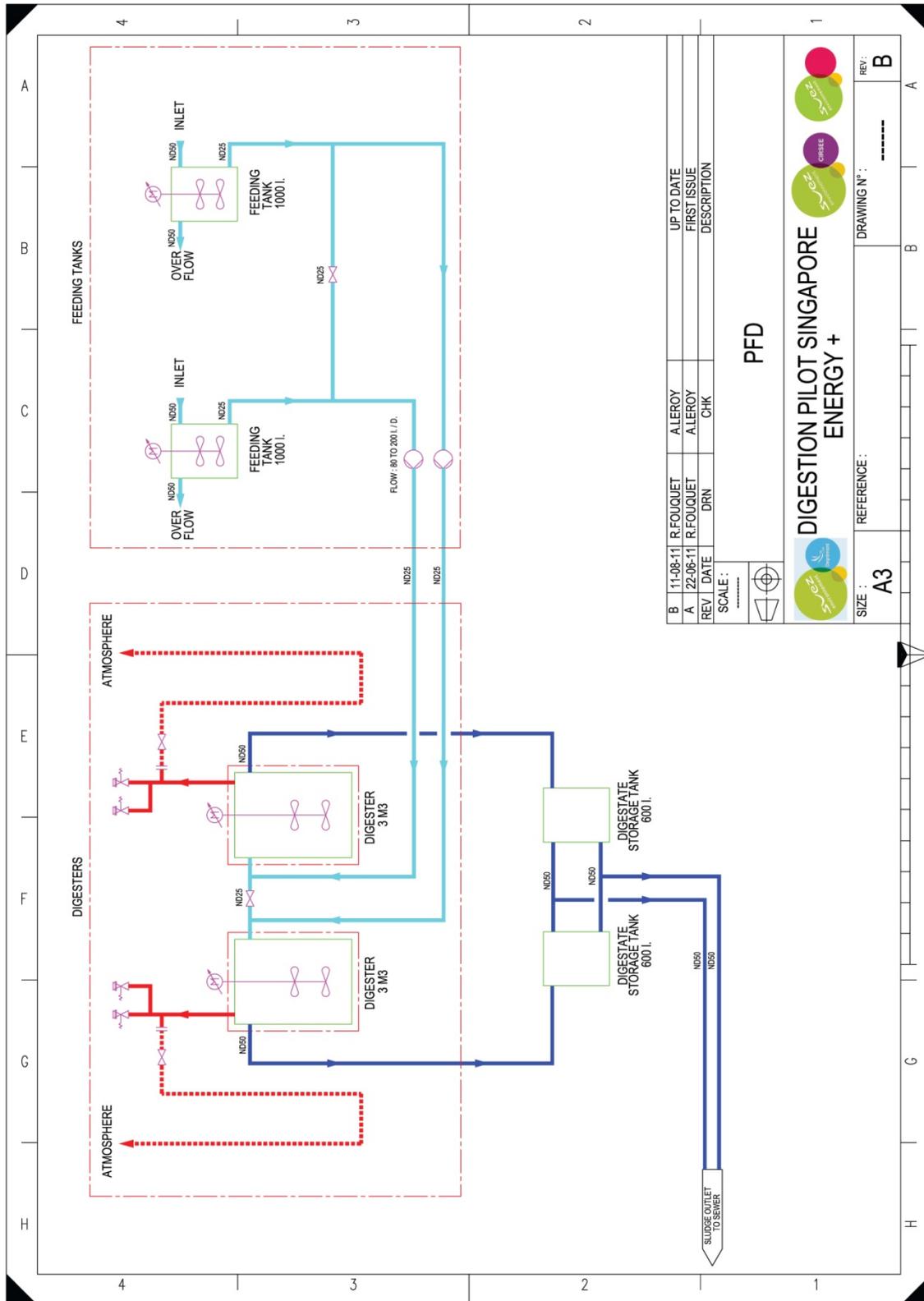
Celle-ci pourrait ainsi suivre la filière suivante : procédé A/B avec déammonification en étape B, une digestion boostée d'un pré-traitement, une récupération du phosphore sous forme précipitée.

ANNEXES

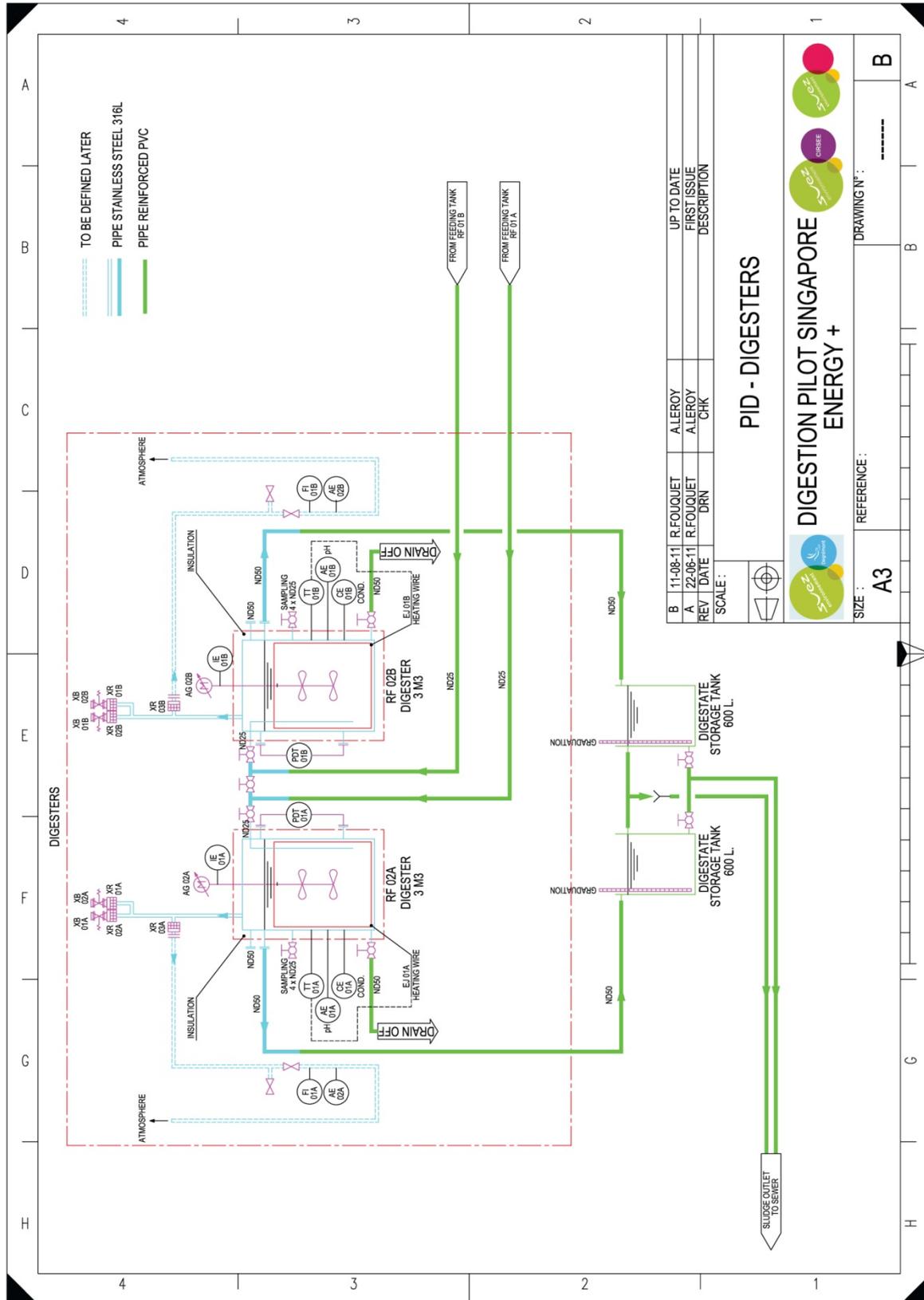
Annexe 1 : Schéma de fonctionnement pilote de digestion



Annexe 2 : PID de la partie alimentation du pilote de digestion



Annexe 3 : PID de la partie digesteur du pilote de digestion



Annexe 4 : Bouclage du bilan DCO du réacteur en boues A à différents OLR

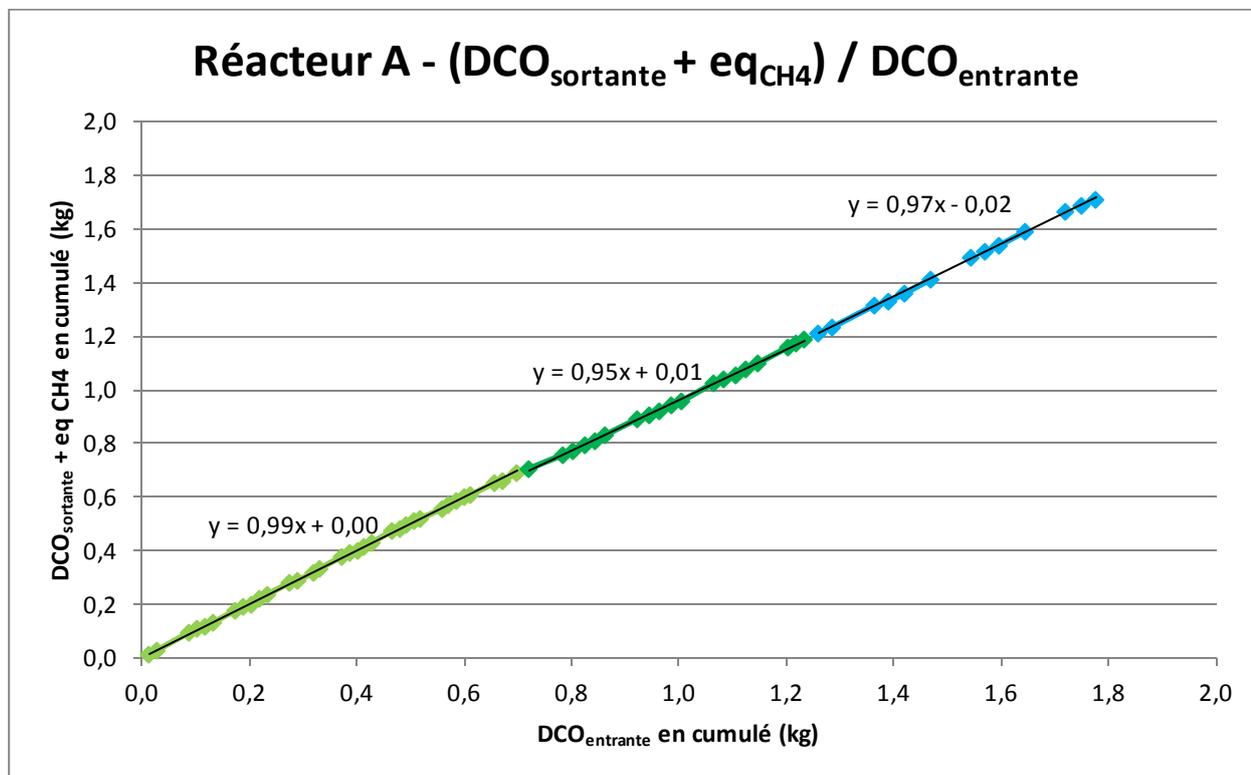


Figure 50 : Réacteur en boues A – $(DCO_{\text{sortante}} + eq_{CH_4}) / DCO_{\text{entrante}}$ à OLR à 1,5 ; 2 ; 2,5 kgMV/m³/j

Annexe 5: First abstract submitted to the Water Convention at the Singapore International Water Week 2016

A/B process: Focus on the anaerobic digestion of Biosorption *i.e.* A sludge and the related energy production

M. Choo-Kun*, **S. Martin Ruel*****, **Wellym******, **M. Andersen******, **N.B.Z. Abidin*******, **D. Conteau*****

*Suez Environnement Pte Ltd, Wastewater Treatment & Recovery Division, Singapore, Singapore

**Suez Environnement – CIRSEE, Wastewater Treatment & Recovery Division, Le Pecq, France

***DHI Water & Environment(s), Singapore, Singapore

****PUB, Singapore, Singapore

Corresponding author:

Marlene Choo-Kun, Project Manager, marlene.choo-kun@suez-env.com, 169730, +6597360404

Type of presentation: oral presentation

Theme and sub-topic the paper is to be submitted for: Theme 2: Effective and efficient wastewater management

SUMMARY

Anaerobic Digestion not only enables to reduce and stabilize the volume of sludge to be disposed but is also the only way to recover energy from wastewater process-wise. The AB process developed by Böhnke *et al.* (1977) with its two stage of activated sludge leads to reduce the energy demand from the aeration on the water line and increase the methane production on the sludge line which are the key elements to reach energy self-sufficiency for wastewater treatment plants. The present work studies the anaerobic digestion of Biosorption *i.e.* A sludge from the first stage of the AB process at 30°C and 37°C and seeks to find the limit in terms of Organic Loading Rates. The experiments on 5-Liters digesters shows that the digestion of A sludge with an SRT of 16 days at 37°C produces 45% more methane per VS fed than at 30°C. Besides, the A sludge presents a good digestability under mesophilic conditions as the limit of capacity is not reached whilst applying an OLR of 2,5 kgVS/m³/d. Additionally to the results on the digestion of A sludge, a calculation of the total sludge and thus energy production of the AB process on a pilot plant of 50 m³/d is carried out. A sludge represents a larger portion (90%) of the mixed AB sludge than the conventional primary sludge (65%) does for the conventional mixed sludge. The AB process does have a higher potential of 17% of more energy production than conventional wastewater treatment systems.

KEYWORDS

AB process, anaerobic digestion, A sludge, Biosorption sludge, energy self-sufficiency, wastewater

INTRODUCTION

The AB (Adsorption-Biosorption) Process for wastewater treatment was developed by Böhnke *et al.* (1977).

This quite well-documented AB process (Wett, 2007) has proven to be a route to reach energy self-sufficiency for wastewater treatment systems. Yet, the anaerobic digestion of the A and B sludge related to this process hardly appears in the literature, even though it represents the only source of energy production of the whole system, process-wise. The present work proposes a detailed study on the anaerobic digestion of A sludge produced by a pilot plant located at Kranji Water Reclamation Plant (WRP), Singapore. The objectives are to find the optima of the key operation parameters for digestion: the temperature and the organic loading rate (OLR), as well as the corresponding overall performances leading to a maximum biogas production. Subsequently, the sludge production of the AB process pilot plant is quantified in order to extrapolate the whole energy production from A and B sludge.

METHODS

Experimental Setup: Digesters

Three double jacketed glass reactors of 5 litres working volume are equipped with a water bath circulator controlling the temperature. They are fed on a daily basis thanks to a peristaltic pump. The A sludge comes from a 50m³/d AB process pilot plant. The digesters were inoculated with the digestate of a 3m³ pilot plant digester under mesophilic conditions fed with Kranji WRP mixed sludge. The different tested operating conditions (with a cross X) are detailed in table 1.

Table 1: Tested operating conditions for anaerobic digestion of A sludge

| | T=30°C | T=37°C |
|----------------------------------|--------|--------|
| OLR = 1,5 kgVS/m ³ /d | X | X |
| OLR = 2 kgVS/m ³ /d | X | X |
| OLR = 2,5 kgVS/m ³ /d | - | X |

The sampled A sludge is thickened in a laboratory centrifuge at 250 g for 4 minutes to reach the chosen concentration of 25 gVS/L.

Follow-up and measurement

The biogas production is monitored continuously with milligas counters (Ritter) and the biogas composition is analyzed twice a week with a 490 Micro Gas Chromatograph (Agilent). Total Solids (TS) content is calculated as the amount of solids remaining after oven-drying the samples at 105°C during 24 h and Volatile Solids (VS) content is calculated as the loss of weight after igniting the oven-dried residue at 550°C for 2 h. Total COD and soluble COD concentrations, Volatile Fatty Acids (VFAs), Total Alkalinity (TA), Total Ammonia Nitrogen (TAN) are measured with kits (Hach Lange). All these parameters are analyzed from both feed and digested sludge three times a week. Biochemical Methane Potential tests were run to characterize the bioreactivity of A and B sludge.

Sludge production quantification

The A and B sludge produced by the AB pilot plant are collected and quantified daily and thus for fourteen days. Similar analyses to the follow-up of the digesters are executed on both sludges.

RESULTS AND DISCUSSION

Optimum of temperature

At OLR=1,5 kgVS/m³/d, three temperatures: 30°C, 37°C and 55°C were tested for the anaerobic digestion of A sludge. During the four months of running, the 55°C reactor never managed to reach a steady state operation, indeed the level of acidification was significantly high (VFA > 2 g/L) showing that the methanogenic bacterias did not fully develop. The digesters at 30°C and 37°C ran for four Sludge Retention Time (SRT, 16 days) and showed the overall performances presented in the table 2.

Table 2: Overall performances of the anaerobic digestion of A sludge at 30°C and 37°C with OLR=1.5 kgVS/m³/D, SRT=16 days

| | Digestion at 30°C | Digestion at 37°C |
|------------------------------|-------------------|-------------------|
| VS Removal | 43,6% | 48,5% |
| COD Removal | 37,9% | 42,8% |
| L biogas / kg VSin | 230 | 470 |
| L CH ₄ / kg VSin | 200 | 290 |
| L CH ₄ / kg CODin | 103 | 150 |

The reactor at 37°C produces 45% more methane per VS fed than the reactor at 30°C which is only due to slower kinetics of reaction as the biology kinetics are highly influenced by the temperature.

Optimum of OLR

An OLR of 2 kgVS/m³/d was tested on the digester at 30°C. It appeared that this loading is the actual limit of the system at 30°C. Indeed the kinetics (biogas volume / time) showed that no plateau was reached just before the new feeding.

At 37°C, OLRs of 2 and 2.5 kgVS/m³/d were tested. In figure 1, it can be observed that the methane production performance remained the same (10% variation) as at OLR =1,5 kgVS/m³/d in both cases. This showed a good digestibility of A sludge, with the potential to increase OLR beyond 2.5 kgVS/m³/d.

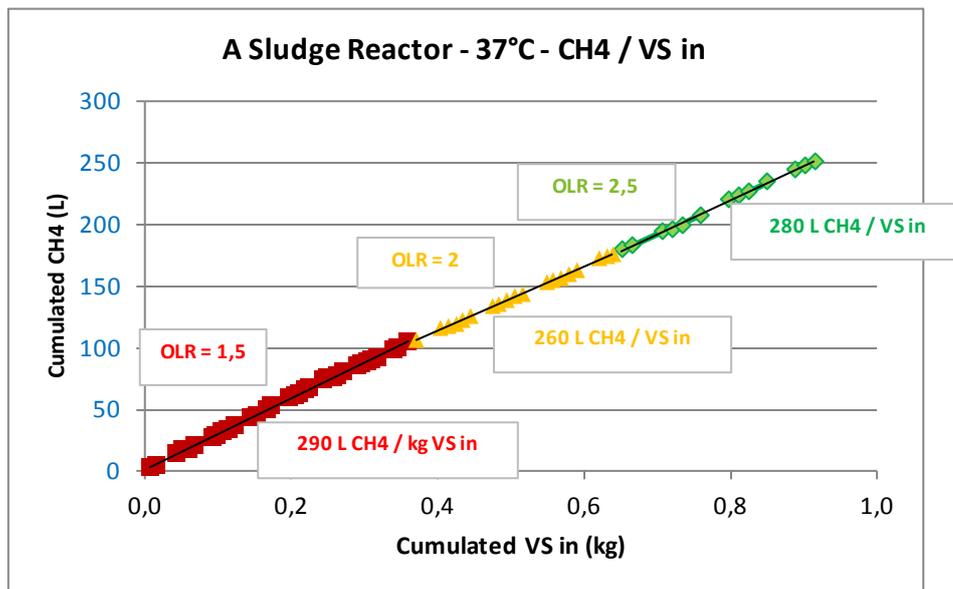


Figure 1: Specific methane production over VS introduced of A sludge digestion at OLR= 1.5; 2; 2.5 kgV/m³/d

Sludge and energy quantification

Based on the sludge quantification campaign ran on the 50 m³/d AB process pilot plant, the A sludge contributes to 90% of the total production of Volatile solids and 95% of the total methane production (Cf. table 3).

Table 3: Sludge production from the AB pilot plant at COD_{inlet}=390 mg/L

| | Daily VS Production | Mesophilic Digestion: Methane production | Calculated Methane Production | A or B sludge contribution to AB sludge in VS | A or B sludge contribution to total methane |
|-----------------|---------------------|--|-------------------------------|---|---|
| | kg/d | NL CH ₄ /kg VS _{in} | Nm ³ /d | | |
| A Sludge | 5,66 ± 0,99 | 290 | 1,64 ± 0,27 | 91% | 95% |
| B Sludge | 0,60 ± 0,40 | 140* | 0,084 ± 0,05 | 9% | 5% |

*Data extrapolated from a Biochemical Methane Potential Test in duplicates (extrapolating from the data at 16 days potential SRT)

Using the Inferior Calorific Power of the methane gas and a motor efficiency for biogas conversion to electricity of 40%, the potential production of electricity produced from the AB pilot plant is 0,142 kWh/m³WW or 0.369 kWh/kgCOD_{in} with a concentration of 390 mgCOD/L for the plant influent.

While comparing with the measured data from Kranji WRP and with the same assumptions for calculations, it appears that the AB process produces 17% more energy than a conventional activated sludge process.

CONCLUSIONS

- At a sixteen day-SRT, the digestion of A sludge at 37°C produces 45% more energy than at 30°C, all other things remaining equal.
- The A sludge is easily degraded under mesophilic anaerobic digestion. Due to the high kinetics observed, an OLR of 2.5 kgVS/m³/d could be applied at an SRT of 16 days, with the potential to increase it further. Under these conditions a specific methane production of 290 L_{STP}CH₄/kgVS_{in} and a VS removal rate of 48% can be reached.
- The AB process enables the early entrapment of carbon through the A-stage as the ratio between A and B sludge in terms of VS production is respectively 90%/10% out of the total sludge production (65%/35% for conventional primary and secondary sludge).
- 95% of the total biogas production of the AB sludge comes from the A sludge.
- The optimized AB process produces 17% more energy than a conventional activated sludge process with taking the reference of Kranji Water Reclamation Plant.

REFERENCES

1. Böhnke B. 1977. Das Adsorptions-Belebungsverfahren. *Korrespondenz Abwasser*, 24/2, 33-39
2. Moletta, Biomethanisation, 2011
3. Wett, B., Buchauer, K., Fimml, C (2007) Energy self-sufficiency as a feasible concept for wastewater treatment systems. IWA, Leading Edge Technology Conference, Singapore, 2007.

Annexe 6 : Second abstract submitted to the Water Convention at the Singapore International Water Week, 2016

Mass and energy balances on an AB process pilot plant in a warm climate

Wellym*, **M. Choo-Kun****, **B. Wett*****, **G.H. Kristensen******, **A.L. Jensen******, **S. Vesuvanathan*******, **M.Andersen******

*DHI Water & Environment(s), Singapore

**Suez Environnement, Wastewater treatment & Recovery division, Singapore

***ARAconsult, Innsbruck, Austria

****DHI, Aarhus, Denmark

****PUB, Singapore

Corresponding author:

Wellym, Senior Engineer, wel@dhi.com.sg, 1 Cleantech Loop #03-05, Singapore 637141, +65 67776330.

Marlene Choo-Kun, Project Manager, marlene.choo-kun@suez-env.com, 70 Anson road, #11-01,

Singapore 079905, +65 97360404

Type of presentation: Oral presentation

Theme and sub-topic the paper is to be submitted for: Theme 2: Effective and Efficient Wastewater Management, Non-membrane-based processes

SUMMARY

The AB process consists of a short-SRT system for carbon removal (A-stage) and an extended-SRT system for predominantly nitrogen removal (B-stage). An AB process pilot plant with a capacity of 50 m³/d has been operated for three years under warm climate conditions at Kranji Water Reclamation Plant (WRP), Singapore. After an optimization period, the Carbon and Nitrogen mass balances were established. With a Chemical Oxygen Demand (COD) removal rate of 63% in the A-stage through biosorption, and a mineralisation of 6-7% in this same stage, about 60% of the inlet COD is transferred to the digesters; as for the total Nitrogen (TN), this transfer represents up to 22% of the inlet TN. In the B-stage applying NH₄- and NO_x-based aeration control the nitrogen removal was enhanced. The energy balance of the whole system including anaerobic digestion was calculated in order to prove its energy self-sufficiency.

KEYWORDS

AB Process, Biological Nutrient Removal, Energy Self Sufficiency, Mass Balance, Simultaneous Nitrification Denitrification, Wastewater

INTRODUCTION

Energy self-sufficiency for municipal wastewater treatment plant (WWTP) has been achieved in a few plants around the world [1]. In this study, energy-positive wastewater treatment system in a warm climate is demonstrated on a 50 m³/d pilot plant which comprises two stages of activated sludge. Based on the AB process [2], the first stage of activated sludge (A-stage) hosts a highly efficient bio-sorption process for early entrapment of the carbon to be directly transferred to the digesters. The second stage (B-stage) achieves Nitrification-Denitrification with or without nitrite shunt meeting the discharge target for total ammonia of 5 mg/L with a minimal oxygen demand, while trying to minimize greenhouse gases emissions (e.g. Nitrous Oxide gas). The anaerobic digestion process of the AB sludge produced by the AB process pilot plant AB sludge was compared to the digestion of conventional mixed sludge of the same WWTP.

MATERIALS AND METHODS

The AB process pilot plant

The figure 1 presents the process scheme of the AB pilot plant.

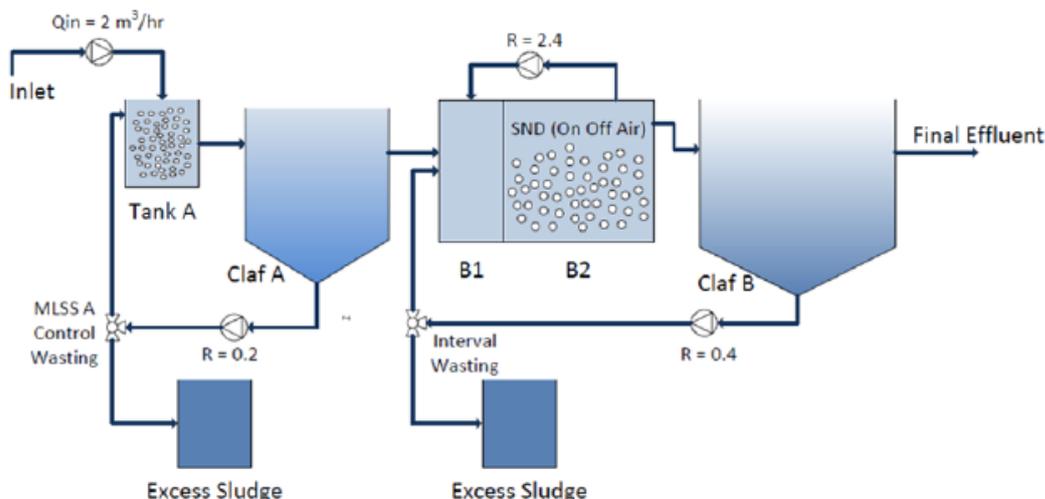


Figure 1. The AB pilot process drawing

Both stages comprise an aeration tank and a clarifier. In the A-stage, the aerated reactor (Tank A) provides a Hydraulic Retention Time of 0.5 h and a Mixed Liquor Suspended Solid concentration control set to 1.5 gMLSS/L due to wasting controlled by an on-line MLSS sensor. The recycling rate for the A sludge is of 0.2 of the inlet flowrate. The B-stage is separated into a pre-anoxic and an aerobic compartment where SRT is maintained at between 8 to 10 days. Internal recycling from tanks B2 and B1 as well as from clarifier B to tank B1 are set to the respective rates of 2.4 and 0.4 of the inlet flowrate. Aeration of reactor B2 runs with an intermittent aeration controlled of log ratio between Ammonia and NO_x, PID control. A- and B- sludge are collected separately.

Sampling and measurements

24-hour composite samples are taken in the influent and effluent of the B-stage to measure the monitoring parameters. Daily samplings are needed to review the overall performances of the A-Stage and the B-Stage. The following parameters are measured on these samples with Hach-Lange kits: Chemical Oxygen Demand (Total COD, Colloidal COD, Soluble COD), Total Suspended Solids (TSS), Ammonia (NH₄-N), Nitrate (NO₃-N), Nitrite (NO₂-N), Total Nitrogen (TN), Soluble Orthophosphate (PO₄-P), Total Phosphorus (TP), and Alkalinity (ALK).

Various process parameters were measured and monitored online through Data Management System (DIMS.Core powered by DHI, [5]) via PLC. pH, ORP, Temperature, Dissolved Oxygen, and Total Suspended Solids were measured from aeration tanks. Turbidity was monitored from the effluent of A-Stage and B-Stage separately. Aeration is assessed by variable area air flow meter to measure air flow rate (N m³/hr).

Anaerobic digestion experiments set-up

Three double jacketed glass five liter reactors were equipped with a water bath circulator controlling the temperature at 37°C in order to perform anaerobic digestion of three types of sludge in mesophilic conditions: A sludge produced by the A-stage of the AB process pilot plant, primary sludge and mixed sludge from the conventional WWTP of Kranji. All digesters have been operated at the same conditions at: an organic loading rate of 1.5 kg VS/m³/d with an SRT of 16 days.

The biogas production has been monitored continuously with milligas counters and the biogas composition has been analyzed with a Micro Gas Chromatograph.

AB process mass balance model

A model for the mass balances of COD and Total Nitrogen is developed. The data used as inputs represent the average of composite sample measurements done during steady state operations.

Total COD concentration of influent is simulated at 500 mg/L with a solubility index of 0.21. Daily mineralization is quantified as the difference between COD contained in A-sludge to COD removed by A-Stage.

Alternatively the value of COD mineralization used has been calculated based on average data of Oxygen Uptake Rate (OUR) measurements previously executed in the laboratory.

For the B-Stage, the incoming load is calculated with the effluent A load. The COD wasted in the sludge line is based on composite sludge collected.

In the A-Stage, total Nitrogen balance is set based on sludge wasting. The nitrogen lost due to nitrification and denitrification is assumed to be insignificant due to short SRT in the A-Stage. In the B-stage, the nitrogen oxidized into nitrogen gas is calculated with influent, effluent, and sludge nitrogen concentrations. Ratio N/COD on both sludges are established.

RESULTS AND DISCUSSION

The COD mineralization in the A-stage varies greatly from day to day while operating the pilot plant. After three weeks of operation, it is found that the average degree of mineralization is about 6.4 %. This value is close to the one established by averaging daily OUR batch tests results: 6.4 to 6.6 %. In the model developed, mineralization is set at 6.3 % in A-Stage and COD removal at 60%. Both data are averages while running the pilot plant is steady state operation. It results that 56.7 % of inlet COD is actually transferred to the digesters. The COD collected in the B sludge is as low as 4.8 % which could be due to low heterotrophic activities. The TN incorporated in the A-sludge is 18.5 % of the inlet TN, which is higher than for primary settler operations, 10.5 %. Increasing the COD removal in the A-Stage increases the TN removed. F/M ratio that goes to B-Stage is about 0.5 mgCOD/gSS day. Internal recycling of B2 (N) to B1 (DN) was introduced to improve effluent quality by improved flocculated sludge. In B-Stage, AUR batch test shows good nitrification rate at average 7.8 mg-N/gSS hr with nitrite production rate at average low, 0.4 mg-N/gSS hr and nitrate production rate at average 7.1 mg-N/gSS hr.

The total COD concentration of final effluent quality is down to 47 mg/L, with a high soluble fraction of 28 mg/L. TSS concentration is about 8 mg/L in the pilot operation. The majority of the nitrogen in the final effluent, 8.5 mg -N/L is in the form of nitrates. Ammonia is down to below 3.0 mg-N/L. The figure 2 presents the mass balances of the COD and the Total Nitrogen as percentage of the influent loads (100%).

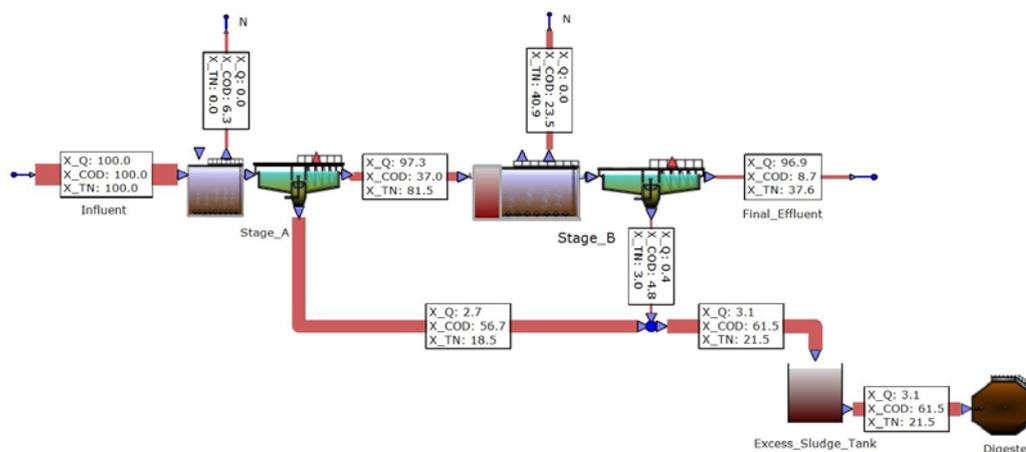


Figure 1.1 Flow, COD and TN balance in the AB process without nitrite short-cut. Values are in % of the concentration of the pilot plant inlet.

Based on the performances obtained with the anaerobic digestion laboratory reactors for the A-sludge, the temperature of 37°C for digestion is retained. With the COD/VS ratio of A and B sludge and their specific methane production rate, the total amount of biogas to be produced is calculated. With a gas engine efficiency of 40%, the energy production is 0.210 kWh/m³WW treated which leads to a degree of self-sufficiency of about 300% while only considering the aeration energy demand. The other needs of the plant such as the pumps, the sludge line, etc need to be taken into account to determine the overall energy self-sufficiency.

The development and implementation of an advanced control strategy resulted in increasing the biogas production, reducing the energy consumption related to aeration and thus reaching energy self-sufficiency for the whole wastewater treatment system.

CONCLUSIONS

- In the A-stage, the COD mineralisation is about 6-7% of the inlet COD concentration.
- About 77% of the inlet COD is transferred to the digesters.
- Singapore standards of discharge in terms of COD, N-NH₄⁺, TSS, etc are met with the AB process pilot plant.
- With an influent COD concentration of 500 mg/L, the AB process pilot plant produces 0.210 kWh/m³WWtreated.

REFERENCES

1. Wett, B., Buchauer, K., Fimml, C (2007) Energy self-sufficiency as a feasible concept for wastewater treatment systems. IWA, Leading Edge Technology Conference, Singapore, 2007.
2. Böhnke, B. (1977) Das Aborptions-Belegungs-Verfahren. Korrespondenz Abwasser 24/77, p33-42.
3. Miller, M.W., Bunce, R., Regmi, P., Hingley, D.M., Kinnear, D., Murthy, S., Wett, B., and Bott, C.B. (2012) *A/B process pilot optimized for nitrite shunt: high rate carbon removal followed by BNR with ammonia-based cyclic aeration control*. WEFTEC 2012.
4. Peng, Z. and Qi, Z. (2007) *Simultaneous nitrification and denitrification in activated sludge system under low oxygen concentration*. Front. Environ. Sci. Engin. China 1(1). 49-52.
5. <http://dims.core.dhigroup.com/>
6. Lynggaard-Jensen, A. Eisum, N.H., Rasmussen, I., Steen-Pedersen, J. (2003) *In-situ nutrient sensors for real-time control of biological nutrient removal*. Proceedings WEFTEC 2003, Los Angeles, California, October 13-15.
7. Lynggaard-Jensen, A., Andreasen, P., Husum, F., Moeller, F., Landgren, L., Thomsen, P.K., Pedersen, P.O. (2009) *Cost-benefit of process optimization on wastewater treatment plants*. IWA Specialist Group on Instrumentation, Control, and Automation, Newsletter April 2009, 16-19.

Annexe 7: Abstract for the World Congress on Anaerobic Digestion, Chile, 2015

Comparison of the Anaerobic Digestion of Biosorption *i.e.* A Sludge, Conventional Primary Sludge and Conventional Mixed Sludge

M. Choo-Kun^a, D. Conteau^b, S. Martin Ruel^b, P. Camacho^b, R. Gourdon^c And P. Buffière^c,

(a) Suez Environnement Pte Ltd, 70 Anson road, #01-10, Singapore 079905, Singapore

(E-mail: marlene.choo-kun@suez-env.com)

(b) Suez Environnement - CIRSEE, 38 rue du Président Wilson, 78230 Le Pecq, France

(E-mail: delphine.conteau@suez-env.com)

(c) Université de Lyon, INSA-Lyon, LGCIE-DEEP, 9 Rue de la Physique, F-69621 Villeurbanne Cedex, France (E-mail: pierre.buffiere@insa-lyon.fr)

Abstract

Anaerobic Digestion not only enables to reduce and stabilize the volume of sludge to be disposed but also is the only way to recover energy from wastewater process-wise. The AB process developed by Böhnke *et al.* (1977) with its two stage of activated sludge leads to reduce the energy demand from the aeration on the water line and increase the methane production on the sludge line which are the key elements to reach energy self-sufficiency for wastewater treatment plants. The present work studies the anaerobic digestion of Biosorption *i.e.* A sludge from the first stage of the AB process and compares it to the digestion of conventional primary and mixed sludge. The operation of 5-Litres digesters for 100 days shows that A sludge and conventional primary sludge are equivalent in terms of sludge characterisation and behaviour through the anaerobic digestion process. They both produce about 27% more methane per VS_{éd} than the conventional mixed sludge. Considering that A sludge represents a larger portion (85%) of the mixed AB sludge than the primary sludge (65%) does for conventional mixed sludge, the AB process does have a higher potential of energy production than conventional wastewater treatment systems.

Keywords

Anaerobic Digestion, Biosorption sludge, A sludge, Primary sludge, Mixed sludge, Energy self-sufficiency

INTRODUCTION

The AB (Adsorption-Biosorption) Process for wastewater treatment was developed by Böhnke *et al.* (1977). It consists in a two-stage activated sludge: A and B stages, each composed of a bioreactor and a clarifier. The A stage hosts a highly efficient biosorption process for early entrapment of the organic matter, which can be directly transferred to the digesters, maximizing the recovery of the biodegradable carbon contained in the wastewater. Around the world, a few wastewater treatment plants use this process and show a much more efficient energy balance, sometimes even positive, than conventional plants also equipped with digesters. The present study compares the anaerobic digestion process of Biosorption *i.e.* A sludge with conventional primary sludge and conventional mixed sludge, within semi-continuous 5-Liter reactors under mesophilic conditions (37°C).

MATERIALS AND METHODS

Experimental Setup

Three double jacketed glass reactors of 5 Litres working volume are equipped with a water bath circulator controlling the temperature at 37°C. They are fed on a daily basis thanks to a peristaltic pump. The conventional primary and mixed sludge are sampled from the conventional Water Reclamation Plant of Kranji in Singapore. The A sludge comes from a 50m³/d AB process pilot plant on the same WWTP and treating the same raw wastewater. The digesters were inoculated with the digestate of a 3m³ pilot plant digester at mesophilic conditions fed with Kranji WRP mixed sludge.

The operating conditions are the same for the three reactors with a Sludge Retention Time of 16 days and an Organic Loading Rate of 1.5 kgVS/m³/d. The three different feed sludge are thickened through centrifugation to meet the common OLR.

Follow-up and measurement

The biogas production is monitored continuously with milligas counters (Ritter) and the biogas composition is analysed twice a week with a 490 Micro Gas Chromatograph (Agilent). Total Solids (TS) content is calculated as the amount of solids remaining after oven-drying the samples at 105°C during 24 h and Volatile Solids (VS) content is calculated as the loss of weight after igniting the oven-dried residue at 550°C for 5 h. Total COD and soluble COD concentrations, Volatile Fatty Acids (VFAs), Total Alkalinity (TA), Total Ammonia Nitrogen (TAN) are measured with kits (Hach). All these parameters are analysed from both feed and digested sludge three times a week. Biochemical Methane Potential tests were run to characterise the bioreactivity of the three substrates.



Figure 1: Reactor set-up.

RESULTS AND DISCUSSION

Characterisation of the three feed sludge

The table 1 presents a characterisation of the A sludge from the 50m³/d AB process pilot plant, the conventional primary and the mixed sludge from Kranji Water Reclamation Plant.

Table1: Characterisation of the A sludge, Primary sludge and Mixed sludge.

| | TS | VM | VM | Total COD | VFA | Alkalinity | N-NH4 | Methane potential |
|----------------|------|------|-------|-----------|----------|------------|-------|-------------------------------------|
| | g/L | g/L | % TS | g/L | mgHOAc/L | mgCaCO3/L | mg/L | $L_{STP} CH_4 / kg VS_{introduced}$ |
| A sludge | 30,4 | 24,8 | 81,6% | 48,3 | 847 | 784 | 145,6 | 335 |
| Primary sludge | 30,7 | 24,8 | 80,8% | 50,5 | 1012 | 686 | 172 | 290 |
| Mixed sludge | 32,1 | 24,3 | 75,7% | 47,9 | 1725 | 1210 | 474 | |

The A sludge and Primary sludge appear to be quite equivalent in terms of behaviour during anaerobic digestion. The Biochemical Methane Potential tests show about the same potential for this two sludge, with a slightly lower potential for the primary, which can be attributed to operational issues of the plant during the sampling (longer SRT of the primary clarifier affecting significantly the quality of the sludge as the clarifier temperature reaches 30°C). The Methane Potential of A sludge is 335 $L_{STP} CH_4 / kg VS_{introduced}$. The kinetics of the A sludge BMP test is slightly higher than the primary sludge test.

Start-up and steady state operation

The acclimation period lasted for 3 SRTs with a first phase of 1 SRT at half Loading Rate. The methane production steadily increased without any peaks of VFA (VFA<500mg/L, VFA/Alkalinity<0.15) nor Soluble COD (<2g/L). At 2.5 SRTs, the steady state operation was reached for all the reactors with a constant methane production, VS and COD_{total} content.

The following results were obtained during the steady state operation.

Removal rates and specific methane production

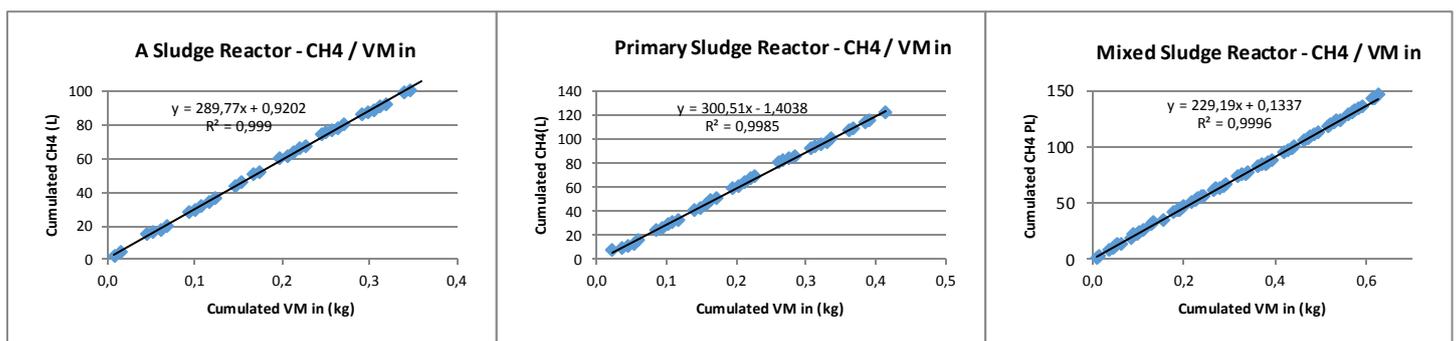


Figure 2: Cumulated methane production over VS fed for the three reactors.

The primary sludge reactor and the A sludge reactor present equivalent overall performances, both in terms of removal rates and specific methane production. The specific methane production reaches 290 $L_{STP} CH_4 / kg VS_{in}$ for the A sludge digester, and 300 $L_{STP} CH_4 / kg$ for the primary sludge digester.

The VS, COD removal rates and the specific methane production of the anaerobic digestion of A sludge are respectively 33%, 32% and 27% higher than for mixed sludge.

All the results are summarized in the table 2.

Table 2: Overall performances of the three reactors

| | A Sludge Reactor | Primary Sludge Reactor | Mixed Sludge Reactor |
|--------------------------------------|------------------|------------------------|----------------------|
| VS Removal | 48,5% | 45,3% | 36,4% |
| TS Removal | 43,0% | 40,6% | 30,6% |
| COD Removal | 42,8% | 47,2% | 32,5% |
| L biogas / kg VS _{in} | 470 | 494 | 380 |
| L CH ₄ / kg VS in | 290 | 301 | 229 |
| L CH ₄ / kg COD in | 150 | 156 | 112 |
| L CH ₄ / kg COD destroyed | 345 | 343 | 336 |

Overall AB process system

The mixed sludge produced by the AB process contents 85% of A sludge and 15% of B sludge. A conventional activated sludge wastewater treatment line produces a mixed sludge composed of 65% primary sludge and 35% of secondary sludge. It is also believed and to be proven on future experiments that the AB process produces more sludge than the conventional system. Adding to these facts that the AB sludge has a higher methane production than conventional mixed sludge, the whole AB process should enable to produce more methane, and thus energy per m³ of wastewater treated, than a conventional wastewater treatment system.

CONCLUSION

- The comparison of the anaerobic digestion of Biosorption *i.e.* A sludge, conventional primary sludge and conventional mixed sludge was studied with semi-continuous 5-Litres digesters at mesophilic conditions (37°C).
- The anaerobic digestion of A sludge is quite equivalent to the anaerobic digestion of conventional primary sludge, with equivalent or slightly better removal rates and kinetics (290 NL CH₄/VS_{in}).
- Future work will aim at demonstrating that anaerobic digesters treating sludge from an AB process produce more energy than the digesters associated with a conventional activated sludge process.

REFERENCES

- Böhnke, B., Schulze-Rettmer, M.R., Zuckut, S.W. 1998 « Cost-effective reduction of high-strength waste water by adsorption-based activated sludge technology. *Water Engineering Management* 145, 31-34.
- Böhnke B. 1977. Das Adsorptions-Belebungsverfahren. *Korrespondenz Abwasser*, 24/2, 33-39

Annexe 8 : Abstract for the World Congress on Anaerobic Digestion, Santiago de Compostella, 2013

Kinetics of primary sludge digestion at various temperatures

P. Buffière**, M. Choo-Kun*, M. De Backer**, D. Conteau*, P. Camacho*, P. Dauthuille*, R. Gourdon**

* SUEZ Environnement, CIRSEE, 38, rue du Président Wilson, 78230 Le Pecq – France.

** University of Lyon, INSA-Lyon, Laboratory for Civil and Environmental Engineering, 9 rue de la Physique, F-69621 Villeurbanne Cedex, France. (pierre.buffiere@insa-lyon.fr).

Abstract

Anaerobic digestion is now commonly used for sludge treatment. Most industrial digesters operate under mesophilic (37°C) or thermophilic (55°C) conditions. These two regimes are considered as optimal for methane production. In this work, continuous sludge digestion has been operated at lab-scale at 5 different temperatures comprised between 28° and 55°C. The reactors were first inoculated with anaerobic mesophilic sludge and were acclimatized to their new temperature during 4 weeks at a low loading rate. Then, they were fed with the same (primary) sludge during 9 weeks. The 1st results revealed that the methane production rate is increasing with temperature. In our experiments, the maximal methane production rate is obtained at 49°C. At 55°C, the methane production was slightly lower. At 55°, volatile fatty acids (especially propionate) were formed at relatively large amounts (> 1500 mg/L).

Keywords

Anaerobic digestion; primary sludge; temperature; kinetics; methane production rate

INTRODUCTION

The common temperatures used for sludge digestion are 37° (mesophilic regime) and 55° (thermophilic regime). These 2 temperatures are recognized for being optimal for anaerobic digestion in general. Many authors have investigated these 2 temperatures and it is now well established that thermophilic digestion is faster than mesophilic (Cecchi *et al.*, 1993; Kabouris *et al.*, 2009 among others). There have been only few authors that have investigated the kinetics of methane production as a function of temperature below, above and between the mesophilic and thermophilic regime. Van Lier *et al.* (1996) showed that VFA degradation rate increased according to Arrhenius law from 37° up to 65°C. It has also been shown that hydrolysis rate is higher at high temperature (Veeken and Hamelers, 1999; Yu and Fang, 2003; Mahmoud *et al.*, 2004). On the other hand, there are many reported data on loss of efficiency / lack of stability / lower uptake rate when the reactor is moved from 37° to higher (or lower) temperatures (Kasali and Senior, 1989; Donoso-Bravo *et al.*, 2009).

There are many questions, especially in hot climates, about the necessity of warming sludge digesters (or not). Temperature has become a design parameter for sludge digestion, and there is a need for data below 37°C and between 37° and 55°C. In order to better understand the influence of temperature under different regime, we have decided to investigate on a wide temperature range (from 28° to 55°C) the anaerobic digestion of primary sludge.

MATERIALS AND METHODS

Experimental setup

The experimental setup is composed of 5 PDMA reactors (total volume 6.9 L, working volume 5.6 L). In each reactor the temperature is controlled by water circulation in a water jacket. They

are fed with peristaltic pumps on a daily basis. The inoculum is a mesophilic sludge from an industrial sludge digester located in Villeurbanne - La Feysine near Lyon (France) WWTP.

After inoculation, the reactors were acclimatized during 2 weeks at their new temperature (28, 37, 42, 49 and 55°C) and then fed at half-capacity during two more weeks. After this acclimatization period, they were fed at their nominal capacity during 9 weeks. The operating conditions are listed in Table 1. The feed is primary sludge coming from the same WWTP. Since primary sludge cannot be stored even at low temperature, fresh sludge where used once or twice a week. The drawback is that sludge quality was not constant (TS content ranged from 30 to 40 g/L) due to abundant rainy events in the region of Lyon during the period (April – August 2012), leading thus to lower concentrations at the end of the experiments. The nominal conditions were obtained from the industrial practice for the mesophilic and thermophilic regimes (20 days HRT at 37°C and 10 days HRT at 55°C). At other temperatures, a linear model was fitted to determine the appropriate HRT.

Follow-up and measurements

Biogas production was monitored continuously with an AMPTS (Bioprocess Control) device. The biogas composition (CH₄, CO₂, H₂S) was determined daily with a GA2000 (Geotech). Total Chemical Oxygen Demand (COD), soluble COD, Total and Volatile Solids were measured 3 times per week in the inlet and outlet of the reactors. Volatile Fatty Acids (VFA) were analysed 3 times per week at the outlet of each reactor by gas chromatography.

Table 1. Nominal operating conditions applied to the reactors during 9 weeks of continuous operation.

| | HRT | Inlet sludge | | |
|------|--------|--------------|----------|-----------------|
| | (days) | (gTS/L) | (gVS/L) | Total COD (g/L) |
| 28°C | 40 | | | Week 1-7 |
| 37°C | 20 | 37.9±1.8 | 27.9±1.1 | 40.7±3.5 |
| 42°C | 15.7 | | | Week 8-9 |
| 49°C | 12 | 28.8±0.2 | 21.4±1.5 | 25.9±1.2 |
| 55°C | 10 | | | |

RESULTS AND DISCUSSION

Start-up and nominal operation

In the following, all results are presented on a weekly average and on a COD (chemical oxygen demand) basis. The time evolution of the 5 reactors is presented on Figure 1 (loading rate, methane production rate and VFA concentration). During the 2 first weeks, the reactors were fed at low loading rate and then at their nominal conditions. In all 5 reactors, the methane production followed well the incoming load, indicating that the anaerobic sludge is acclimatized to the new temperature. Despite the variations in the incoming sludge concentration, a stable biogas production is established (apart from the 2 last weeks for some reactors). It is interesting to note that the level of VFA accumulation increases with temperature. The amount of VFA remains quite insignificant at 28 and 37°C (below 150 mgCOD/L). At 42°C, the total VFA reaches 2500 mgCOD/L during the first days, and is reduced during the next weeks down to a low value (250 mgCOD/L). This behaviour is more pronounced at 49° (longer accumulation time, stabilized values around 500 mgCOD/L). At 55°C, the level of VFA remains elevated all through the

experiment with a total value around 4000 mgCOD/L.

Table 2. Typical VFA concentrations during start-up and stabilized periods at 42, 49 and 55°C.

| | 42° | | 49°C | | 55°C |
|-------------------|----------|------------|----------|------------|------|
| | Start-up | stabilized | Start-up | stabilized | avge |
| Acetate (mg/L) | 200 | 100 | 300 | 200 | 300 |
| Propionate (mg/L) | 900 | 50 | 1200 | 185 | 1800 |

During the VFA accumulation period at 42°C and 49°C, propionate was predominating over acetate (see values Table 2). When the reactors were stabilized, the level of propionate decreased. At 55°C, propionate was the most abundant acid present in the medium all through the experiment. This shows that the 55°C reactor is not stabilized at the end of the test. Much probably, the applied load was too elevated and / or the reactor was not yet adapted.

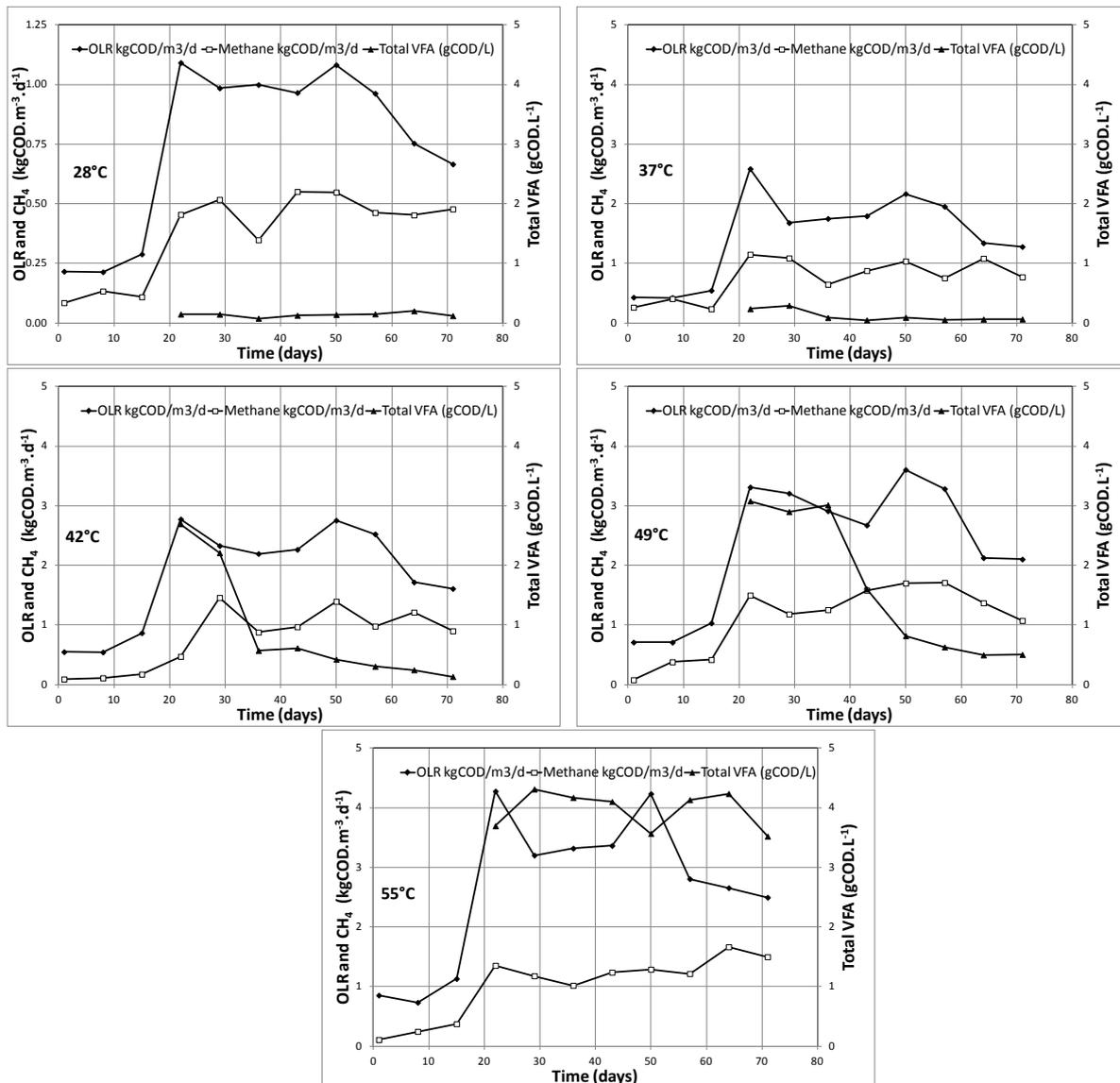


Figure 1. Evolution of organic loading rate, methane production rate, and total VFA concentration with

time (all data are expressed on a COD basis: 1g CH₄-COD equivalent to 350 mLCH₄ STP).

Overall performance and kinetics of methane production

The better removal efficiency is obtained at 37°C. The values are very similar from 28° to 49°C for all parameters (TS, VS or total COD, see Table 3) and are common for this kind of sludge. The methane production rate increases with temperature between 28° and 49°C. The average and the maximal methane production rate both follow a similar trend. A slight decrease of the methane production rate is observed at 55°C. This result is in line with the lower removal efficiencies observed at this temperature, and with the VFA accumulation as mentioned above. With our experiments, it is difficult to know if the measured methane production rate is relevant of the maximal rate at a given temperature. For instance, at 28 and 37°C, the reactors are obviously substrate limited and could probably reach higher methane production rates. On the opposite, the 55°C reactor is apparently overloaded and the observed methane rate could be hindered by some inhibition effects. Nevertheless, our results rather suggest that the methane production rate follows Arrhenius law, and that there are no local optimal regimes at 37°C and 55°C. Further investigations will be done at various loading rates.

It is known that a given microorganism has an optimal growth temperature. Nevertheless, anaerobic digestion is a mixed population medium with hundreds of different organisms. A rapid change of the temperature on a well adapted reactor may lead to transitory negative effects, as observed by many authors. But after some time, other microorganisms takeover and a novel adapted bacterial consortium can be established. Some problems may also occur at high temperature due to a shift in the methane production pathway: the acetoclastic pathway is no longer the dominant mode and methane is rather produced by hydrogenotrophy (Wilson *et al.*, 2008). This could lead to a longer adaptation time required to reach stable operations under thermophilic conditions, as observed in the present work.

Table 3. Summary of steady-state data: removal efficiencies and methane production rates.

| | Removal efficiency | | | CH ₄ rate (kgCOD.m ³ .d ⁻¹) | |
|------|--------------------|--------|------------------------|---|------|
| | TS (%) | VS (%) | COD _{tot} (%) | Average (SD) | max |
| 28°C | 35.4% | 40.5% | 39% | 0.48 (0.07) | 0.55 |
| 37°C | 37.0% | 42.6% | 36% | 0.92 (0.19) | 1.15 |
| 42°C | 31.6% | 37.5% | 33% | 1.11 (0.24) | 1.46 |
| 49°C | 30.9% | 37.9% | 31% | 1.42 (0.21) | 1.71 |
| 55°C | 26.6% | 32.4% | 25% | 1.30 (0.20) | 1.66 |

CONCLUSION

- The effect of temperature on the anaerobic digestion of primary sludge was investigated at 5 different temperatures from 28° to 55°C.
- The removal efficiencies were similar at 28°, 37°, 42° and 49°C. Transitory formation of VFA was observed at 42 and 49°C. During these periods, propionate was the most abundant acid present.
- At 55°C, the removal efficiency was quite lower, and VFA concentrations remained high with important amounts of propionate (1800 mg/L).
- The methane production rate increased regularly with temperature between 28°C and

49°C; at 55°C however, it was quite lower than at 49°C, probably due to overloading conditions.

REFERENCES

- Cecchi, F., Pavan, P., Musacco, A., Mata-Alvarez, J. and Vallini, G. (1993) Digesting the organic fraction of MSW: moving from mesophilic (37°C) to thermophilic (55°C) conditions. *Waste Management and Research* **11**, 403-414.
- Donoso-Bravo, A., Retamal, C., Carballa, M., Ruiz-Filippi, G. and Chamy, R. (2009) Influence of temperature on the hydrolysis, acidogenesis, and methanogenesis in mesophilic anaerobic digestion: parameter identification and modeling application. *Water Science and Technology* **60**(1), 9-17.
- Kabouris, J.C., Tezel, U., Pavlostathis, S.G., Engelmann, M., Dulaney, J., Gillette, R.A. and Todd, A.C. (2009) Methane recovery from the anaerobic codigestion of municipal sludge and FOG. *Bioresource Technology* **100**, 3701-3705.
- Kasali, G.B. and Senior, E. (1989) Effects of temperature and moisture on the anaerobic digestion of refuse. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* **44**, 31-41.
- Mahmoud, N., Zeeman, G., Gijzen, H.J. and Lettinga, G. (2004) Anaerobic stabilisation and conversion of biopolymers in primary sludge - effect of temperature and sludge retention time. *Water Research* **38**, 983-991.
- Van Lier, J.B., Sanz Martin, J.L., Lettinga, G. and (1996) Effect of temperature on the anaerobic thermophilic conversion of volatile fatty acids by dispersed and granular sludge. *Water Research* **30**(1), 199-207.
- Veeken, A. and Hamelers, B. (1999) Effect of temperature on hydrolysis rate of selected biowaste components. *Bioresource Technology* **69**, 249-254.
- Wilson, C.A., Murthy, S.M., Fang, Y. and Novak, J.T. (2008) The effect of temperature on the performance and stability of thermophilic anaerobic digestion. *Water Science and Technology* **57**(2), 297-304.

Bibliographie

- Ahring, B.K., A.A. Ibrahim, et Z. Mladenovska. « Effect of temperature increase from 55 to 65 C on performance and microbial population dynamics of an anaerobic reactor treating cattle manure ». *Water Research* 35, n° 10 (2001): 2446-52.
- Aichinger, Peter, Tanush Wadhawan, Martin Kuprian, Matthew Higgins, Christian Ebner, Christian Fimml, Sudhir Murthy, et Bernhard Wett. « Synergistic co-digestion of solid-organic-waste and municipal-sewage-sludge: 1 plus 1 equals more than 2 in terms of biogas production and solids reduction ». *Water research*, 2015.
- Anthonisen, A. C., R. C. Loehr, T. B. S. Prakasam, et E. G. Srinath. « Inhibition of nitrification by ammonia and nitrous acid ». *Journal (Water Pollution Control Federation)*, 1976, 835-52.
- Appels, L., J. Baeyens, J. Degève, et R. Dewil. « Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge ». *Progress in Energy and Combustion Science* 34, n° 6 (2008): 755-81.
- Batstone, Damien J., J. Keller, Irini Angelidaki, S. V. Kalyuzhnyi, S. G. Pavlostathis, A. Rozzi, W. T. M. Sanders, H. Siegrist, et V. A. Vavilin. « The IWA Anaerobic Digestion Model No 1(ADM 1) ». *Water Science & Technology* 45, n° 10 (2002): 65-73..
- Belhadj, Siham, Yassine Joute, Hassan El Bari, Antonio Serrano, Aida Gil, José Á Siles, Arturo F. Chica, et M. Ángeles Martín. « Evaluation of the Anaerobic Co-Digestion of Sewage Sludge and Tomato Waste at Mesophilic Temperature ». *Applied Biochemistry and Biotechnology*, s. d., 1-13. doi:10.1007/s12010-014-0790-9.
- Berg, U., et C. Schaum. « Recovery of Phosphorus from Sewage Sludge and Sludge Ashes- Applications in Germany and Northern Europe ». In *Proceedings of the 1th National Sludge Symposium*, 23-25, 2005.
- Boehnke, Botho, B. Diering, et Stefan W. Zuckut. « An answer to problematic wastewater ». *Public Works* 128, n° 9 (1997): 62-65.
- Bouallagui, H., O. Haouari, Y. Touhami, R. Ben Cheikh, L. Marouani, et M. Hamdi. « Effect of temperature on the performance of an anaerobic tubular reactor treating fruit and vegetable waste ». *Process Biochemistry* 39, n° 12 (2004): 2143-48.
- Buffière P., Bayard R., Germain P. (2009). Freins au développement de la filière biogaz. Etude RECORD 07-04 18/1A, 134p.
- Buswell AM. 1930. Production of fuel gas by anaerobic fermentation. *Industrial and Engineering Chemistry* 22: 1168-1178., s. d.
- Cao, Ye Shi. *Mass Flow and Energy Efficiency of Municipal Wastewater Treatment Plants*. IWA Publishing, 2011.
- Carlsson, My, Anders Lagerkvist, et Fernando Morgan-Sagastume. « The effects of substrate pre-treatment on anaerobic digestion systems: A review ». *Waste Management* 32, n° 9 (septembre 2012): 1634-50. doi:10.1016/j.wasman.2012.04.016.

- Carrère, H., C. Dumas, A. Battimelli, D. J. Batstone, J. P. Delgenès, J. P. Steyer, et I. Ferrer. « Pretreatment methods to improve sludge anaerobic degradability: A review ». *Journal of Hazardous Materials* 183, n° 1-3 (15 novembre 2010): 1-15. doi:10.1016/j.jhazmat.2010.06.129.
- Chandran, Kartik, Lisa Y. Stein, Martin G. Klotz, et Mark CM van Loosdrecht. « Nitrous oxide production by lithotrophic ammonia-oxidizing bacteria and implications for engineered nitrogen-removal systems ». *Biochemical Society Transactions* 39, n° 6 (2011): 1832.
- Cordell, Dana, Jan-Olof Drangert, et Stuart White. « The story of phosphorus: Global food security and food for thought ». *Global Environmental Change* 19, n° 2 (mai 2009): 292-305. doi:16/j.gloenvcha.2008.10.009.
- Corominas, Ll., J. Foley, J. S. Guest, A. Hospido, H. F. Larsen, S. Morera, et A. Shaw. « Life cycle assessment applied to wastewater treatment: State of the art ». *Water Research* 47, n° 15 (1 octobre 2013): 5480-92. doi:10.1016/j.watres.2013.06.049.
- Couturier, C., S. Berger, et I. Meiffren. « La digestion anaérobie des boues urbaines: État des lieux, état de l'art ». *Toulouse, Solagro/Agence de l'eau Adour Garonne* 36 (2001).
- El-Mashad, H.M., G. Zeeman, W.K.P. Van Loon, G. Bot, et G. Lettinga. « Effect of temperature and temperature fluctuation on thermophilic anaerobic digestion of cattle manure ». *Bioresource technology* 95, n° 2 (2004): 191-201.
- Gavala, H.N., U. Yenal, I.V. Skiadas, P. Westermann, et B.K. Ahring. « Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of primary and secondary sludge. Effect of pre-treatment at elevated temperature ». *Water Research* 37, n° 19 (2003): 4561-72.
- Guest, Jeremy S., Steven J. Skerlos, James L. Barnard, M. Bruce Beck, Glen T. Daigger, Helene Hilger, Steven J. Jackson, et al. « A New Planning and Design Paradigm to Achieve Sustainable Resource Recovery from Wastewater ». *Environmental Science & Technology* 43, n° 16 (15 août 2009)
- Haandel, A. C. van, et G. Lettinga. « Anaerobic Sewage Treatment: A Practical Guide for Regions with a Hot Climate. », 1994, x + 226 pp.
- Jetten, M. S. M., I. Cirpus, B. Kartal, LAMP van Niftrik, K. T. Van De Pas-Schoonen, O. Sliemers, S. Haaijer, et al. « 1994–2004: 10 years of research on the anaerobic oxidation of ammonium ». *Biochemical Society Transactions* 33, n° Pt 1 (2005): 119-23.
- Joss, Adriano, David Salzgeber, Jack Eugster, Roger König, Karin Rottermann, Sabine Burger, Peter Fabijan, Susanne Leumann, Joachim Mohn, et Hansruedi Siegrist. « Full-scale nitrogen removal from digester liquid with partial nitrification and anammox in one SBR ». *Environmental Science & Technology* 43, n° 14 (2009): 5301-6.
- Kartal, B., J. G. Kuenen, et M. C. M. van Loosdrecht. « Sewage Treatment with Anammox ». *Science* 328, n° 5979 (5 juillet 2010): 702-3. doi:10.1126/science.1185941.
- Kim, Jeongsik, Chulhwan Park, Tak-Hyun Kim, Myunggu Lee, Sangyong Kim, Seung-Wook Kim, et Jinwon Lee. « Effects of various pretreatments for enhanced anaerobic digestion with waste activated sludge ». *Journal of Bioscience and Bioengineering* 95, n° 3 (2003): 271-75. doi:10.1016/S1389-1723(03)80028-2.
- Kim, Moonil, Young-Ho Ahn, et R. E Speece. « Comparative process stability and efficiency of anaerobic digestion; mesophilic vs. thermophilic ». *Water Research* 36, n° 17 (octobre 2002): 4369-85.

- Kvarnström, Elisabeth, et Ebba af Petersens. *Open planning of sanitation systems*. Stockholm Environment Institute, 2004.
- Larsen, T.A., et M. Maurer. « Source Separation and Decentralization ». In *Treatise on Water Science*, 203-29. Oxford: Elsevier, 2011.
- Lettinga, G., J. Field, J. van Lier, G. Zeeman, et L.W. Huishoff Pol. « Advanced anaerobic wastewater treatment in the near future ». *Water Science and Technology* 35, no. 10 (1997): 5-12.
- Lin, C. Y., T. Noike, K. Sato, et J. Matsumoto. « Temperature Characteristics of the Methanogenesis Process in Anaerobic Digestion », 18 février 2011. <http://www.iwaponline.com/wst/01901/wst019010299.htm>.
- Mahmoud, Nidal, Grietje Zeeman, Huub Gijzen, et Gatze Lettinga. « Anaerobic stabilisation and conversion of biopolymers in primary sludge—effect of temperature and sludge retention time ». *Water Research* 38, n° 4 (février 2004): 983-91. doi:10.1016/j.watres.2003.10.016.
- Mata-Alvarez, J., J. Dosta, M. S. Romero-Güiza, X. Fonoll, M. Peces, et S. Astals. « A critical review on anaerobic co-digestion achievements between 2010 and 2013 ». *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 36 (août 2014): 412-27. doi:10.1016/j.rser.2014.04.039.
- McCarty, Perry L., Jaeho Bae, et Jeonghwan Kim. « Domestic wastewater treatment as a net energy producer—can this be achieved? ». *Environmental science & technology* 45, n° 17 (2011): 7100-7106.
- Metcalf and Eddy (2004). *Wastewater Engineering, treatment and reuse*. 4th Edition. Mc Graw Hills ed.
- Miron, Yehuda, Grietje Zeeman, Jules B van Lier, et Gatze Lettinga. « The role of sludge retention time in the hydrolysis and acidification of lipids, carbohydrates and proteins during digestion of primary sludge in CSTR systems ». *Water Research* 34, n° 5 (avril 2000): 1705-13. doi:10.1016/S0043-1354(99)00280-8.
- Novak, John T. « Dewatering of sewage sludge ». *Drying Technology* 24, n° 10 (2006): 1257-62.
- Nowak, O., S. Keil, et C. Fimml. « Examples of energy self-sufficient municipal nutrient removal plants ». *Water Science & Technology* 64, n° 1 (2011): 1-6.
- Otterpohl, R., U. Braun, et M. Oldenburg. « Innovative technologies for decentralised water-, wastewater and biowaste management in urban and peri-urban areas ». *Water Science & Technology* 48, n° 11 (2004): 23-32.
- Parkin, Gene F., et William F. Owen. « Fundamentals of anaerobic digestion of wastewater sludges ». *Journal of Environmental Engineering* 112, n° 5 (1986): 867-920.
- Pfeffer, J.T. « Temperature effects on anaerobic fermentation of domestic refuse ». *Biotechnology and Bioengineering* 16, n° 6 (1974): 771-87.
- Raposo, F., V. Fernández-Cegrí, M. A. De la Rubia, R. Borja, F. Béline, C. Cavinato, G. Demirer, et al. « Biochemical methane potential (BMP) of solid organic substrates: evaluation of anaerobic
- Rkan Sin, Gu, David Kaelin, Marlies J. Kampschreur, Imre Takacs, Bernhard Wett, Krist V. Gernaey, Leiv Rieger, Hansruedi Siegrist, et Mark CM van Loosdrecht. « Modelling nitrite in wastewater treatment systems: a discussion of different modelling concepts », 2008. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 86, n° 8 (2011): 1088-98.
- Rodriguez-Garcia, G., N. Frison, J. R. Vázquez-Padín, A. Hospido, J. M. Garrido, F. Fatone, D. Bolzonella, M. T. Moreira, et G. Feijoo. « Life cycle assessment of nutrient removal technologies for the treatment of

- anaerobic digestion supernatant and its integration in a wastewater treatment plant ». *Science of The Total Environment* 490 (15 août 2014): 871-79. doi:10.1016/j.scitotenv.2014.05.077.
- Rodriguez-Garcia, G., M. Molinos-Senante, A. Hospido, F. Hernández-Sancho, M. T. Moreira, et G. Feijoo. « Environmental and economic profile of six typologies of wastewater treatment plants ». *water research* 45, n° 18 (2011): 5997-6010.
- Rosenwinkel, K.-H., et Axel Cornelius. « Deammonification in the moving-bed process for the treatment of wastewater with high ammonia content ». *Chemical engineering & technology* 28, no 1 (2005): 49-52.
- Schaubroeck, Thomas, Haydée De Clippeleir, Norbert Weissenbacher, Jo Dewulf, Pascal Boeckx, Siegfried E. Vlaeminck, et Bernhard Wett. « Environmental sustainability of an energy self-sufficient sewage treatment plant: Improvements through DEMON and co-digestion ». *Water research* 74 (2015): 166-79.
- Siegrist, Hansruedi, David Salzgeber, Jack Eugster, et Adriano Joss. « Anammox brings WWTP closer to energy autarky due to increased biogas production and reduced aeration energy for N-removal », 2008. <http://www.iwaponline.com/wst/05703/wst057030383.htm>.
- Stinson, Beverley, Sudhir Murthy, Charles Bott, Bernhard Wett, Ahmed Al-Omari, Gregory Bowden, Yalda Mokhyerie, et Haydee De Clippeleir. « Roadmap Toward Energy Neutrality & Chemical Optimization at Enhanced Nutrient Removal Facilities ». *Proceedings of the Water Environment Federation* 2013, n° 4 (2013): 702-31.
- Strous, Marc, J. Gijs Kuenen, et Mike SM Jetten. « Key physiology of anaerobic ammonium oxidation ». *Applied and environmental microbiology* 65, n° 7 (1999): 3248-50.
- Strous, Mare, J. J. Heijnen, J. G. Kuenen, et M. S. M. Jetten. « The sequencing batch reactor as a powerful tool for the study of slowly growing anaerobic ammonium-oxidizing microorganisms ». *Applied microbiology and biotechnology* 50, n° 5 (1998): 589-96.
- Van Lier, Jules B., Jeroen Hulsbeek, Alfons J. M. Stams, et Gatze Lettinga. « Temperature susceptibility of thermophilic methanogenic sludge: Implications for reactor start-up and operation ». *Bioresource Technology* 43, n° 3 (1993): 227-35. doi:10.1016/0960-8524(93)90035-A.
- Van Lier, Jules B., Jose Luis Sanz Martin, et Gatze Lettinga. « Effect of temperature on the anaerobic thermophilic conversion of volatile fatty acids by dispersed and granular sludge ». *Water Research* 30, n° 1 (janvier 1996): 199-207. doi:10.1016/0043-1354(95)00107-V.
- Van Haandel, Adrianus C., Gatze Lettinga, et others. *Anaerobic sewage treatment: a practical guide for regions with a hot climate*. John Wiley & Sons, 1994
- Verstraete, Willy, Pieter Van de Caveye, et Vasileios Diamantis. « Maximum use of resources present in domestic "used water" ». *Bioresource technology* 100, n° 23 (2009): 5537-45.
- Weissenbacher, Norbert, Imre Takacs, Sudhir Murthy, Maria Fuerhacker, et Bernhard Wett. « Gaseous nitrogen and carbon emissions from a full-scale deammonification plant ». *Water environment research* 82, n° 2 (2010): 169-75.
- Wett, B. « Development and implementation of a robust deammonification process ». *Water Science and Technology* 56, n° 7 (2007): 81-88.

- Wett, B., K. Buchauer, et C. Fimml. « Energy self-sufficiency as a feasible concept for wastewater treatment systems ». In *IWA Leading Edge Technology Conference*, 21-24. Singapore: Asian Water, 2007.
- Wett, B., A. Omari, S. M. Podmirseg, M. Han, O. Akintayo, M. Gómez-Brandón, S. Murthy, et al. « Going for mainstream deammonification from bench-to full-scale for maximized resource efficiency », 2013.
- Wilsenach, J.A., C.A.H. Schuurbiers, et M.C.M. van Loosdrecht. « Phosphate and potassium recovery from source separated urine through struvite precipitation ». *Water Research* 41, n° 2 (janvier 2007): 458-66. doi:10.1016/j.watres.2006.10.014.
- Wilson, C. A., S. M. Murthy, Y. Fang, et J. T. Novak. « The effect of temperature on the performance and stability of thermophilic anaerobic digestion ». *Water science and technology* 57, n° 2 (2008): 297.
- Zinder, SH, T. Anguish, et SC Cardwell. « Effects of Temperature on Methanogenesis in a Thermophilic (58°C) Anaerobic Digester ». *Applied and environmental microbiology* 47, n° 4 (1984): 808.
- .