



# Comportement du procédé R3F en nitrification : suivi, modélisation dynamique et limites du procédé

Ugo Barry

## ► To cite this version:

Ugo Barry. Comportement du procédé R3F en nitrification : suivi, modélisation dynamique et limites du procédé. Ecologie, Environnement. AgroParisTech, 2013. Français. NNT : 2013AGPT0024 . pastel-00925421

**HAL Id: pastel-00925421**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00925421>**

Submitted on 8 Jan 2014

**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.



## Doctorat ParisTech

### THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par  
**L'Institut des Sciences et Industries  
du Vivant et de l'Environnement  
(AgroParisTech)**

**Spécialité : Sciences de l'Environnement**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Ugo BARRY**

12 mars 2013

## Comportement du procédé R3F en nitrification : suivi, modélisation dynamique et limites du procédé

Directeur de thèse : **Paul LESSARD**

Co-encadrement de la thèse : **Alain HÉDUIT** (co-directeur),  
**Jean-Pierre CANLER** (encadrant), **Jean-Marc CHOUBERT** (encadrant)

### Jury :

|                                                                                                                                                                               |                                  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| <b>Christophe DAGOT</b> , Professeur, Eau et Environnement, École Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Limoges (Limoges, France)                                              | Rapporteur                       |
| <b>Étienne PAUL</b> , Professeur, Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (Toulouse, France) | Rapporteur                       |
| <b>Alain BERMOND</b> , Professeur, UFR Chimie Analytique, AgroParisTech (Paris, France)                                                                                       | Examineur                        |
| <b>Jean-Pierre CANLER</b> , Ingénieur de Recherche, Milieux Aquatiques Écologie et Pollutions, Irstea (Lyon, France)                                                          | Examineur                        |
| <b>Olivier PÉTRIMAU</b> , Ingénieur, Vinci-Environnement (Paris, France)                                                                                                      | Examineur                        |
| <b>Paul LESSARD</b> , Professeur, Département de génie civil et de génie des eaux, Université Laval (Québec, Canada)                                                          | Directeur de thèse, Examineur    |
| <b>Alain HÉDUIT</b> , Directeur de Recherche, Hydrosystèmes et bioprocédés, Irstea (Antony, France)                                                                           | Co-directeur de thèse, Examineur |

**Irstea**

**Milieux Aquatiques Écologie et Pollutions**

Irstea - 5 rue de la Doua - 69626 Villeurbanne





**Doctorat ParisTech**

## **T H È S E**

**pour obtenir le grade de docteur délivré par  
L'Institut des Sciences et Industries  
du Vivant et de l'Environnement  
(AgroParisTech)**

**Spécialité : Sciences de l'Environnement**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Ugo BARRY**

12 mars 2013

# **Comportement du procédé R3F en nitrification : suivi, modélisation dynamique et limites du procédé**

Directeur de thèse : **Alain HÉDUIT**  
Co-encadrement de la thèse : **Paul LESSARD**

### **Jury :**

|                                                                                                                                                                               |                                  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| <b>Christophe DAGOT</b> , Professeur, Eau et Environnement, École Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Limoges (Limoges, France)                                              | Rapporteur                       |
| <b>Étienne PAUL</b> , Professeur, Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (Toulouse, France) | Rapporteur                       |
| <b>Alain BERMOND</b> , Professeur, UFR Chimie Analytique, AgroParisTech (Paris, France)                                                                                       | Examineur                        |
| <b>Jean-Pierre CANLER</b> , Ingénieur de Recherche, Milieux Aquatiques Écologie et Pollutions, Irstea (Lyon, France)                                                          | Examineur                        |
| <b>Olivier PÉTRIMAU</b> , Ingénieur, Vinci-Environnement (Paris, France)                                                                                                      | Examineur                        |
| <b>Paul LESSARD</b> , Professeur, Département de génie civil et de génie des eaux, Université Laval (Québec, Canada)                                                          | Directeur de thèse, Examineur    |
| <b>Alain HÉDUIT</b> , Directeur de Recherche, Hydrosystèmes et bioprocédés, Irstea (Antony, France)                                                                           | Co-directeur de thèse, Examineur |



## Valorisation scientifique

**Publication acceptée** dans une revue scientifique avec jury :

Barry U., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., Robin L., Lessard P. (2012). A calibration protocol of a one-dimensional Moving Bed BioReactor (MBBR) dynamic model for nitrogen removal. Water Science and Technology 65(7), 1172-1178.

**Communication orale** avec résumé à un colloque international avec acte dont le texte a été sélectionné par un comité de lecture :

Barry U., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., Robin L., Lessard P. (2011). A calibration protocol of a one-dimensional Moving Bed BioReactor (MBBR) dynamic model for nitrogen removal. Proceedings 8th IWA symposium on systems analysis and integrated assessment. June 20-22, 2011, San Sebastian, Spain.

**Communication orale** avec résumé à un colloque national avec acte dont le texte a été sélectionné par un comité de lecture :

Barry U., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., Robin L., Lessard P. (2011). Évaluation d'un procédé à lit mobile en nitrification. 34<sup>ème</sup> symposium sur les eaux usées. Réseau Environnement. 26-27 septembre 2011. Québec city, Canada.



# **REMERCIEMENTS**



## Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'unité de recherche Milieux Aquatiques Écologie et Pollutions (MAEP) de l'Irstea de Lyon (France) en collaboration avec l'Université Laval (Québec, Canada) et Vinci-Environnement (France). Je tiens donc à remercier ces trois organismes de m'avoir ouvert leurs locaux et de m'avoir offert leur soutien humain, matériel et financier, tout au long de ces trois années de thèse.

Cette thèse n'aurait pu aboutir sans l'aide de nombreuses personnes. Ainsi, je souhaite exprimer ma gratitude pour leur contribution.

Tout d'abord, je souhaite remercier mon directeur de thèse et directeur de programme à l'Université Laval de m'avoir accueilli lors de mon séjour à l'université Laval. Son implication, malgré les kilomètres, a été très appréciée. Je souhaite également remercier mon co-directeur de thèse et directeur de recherche à l'Irstea d'Antony, Alain Héduit, pour m'avoir accepté comme doctorant, et pour avoir renouvelé sa confiance en moi tout au long de cette thèse. De Vinci-Environnement, je remercie Fabrice Balmer, Olivier Pétrimaux, Lucie Robin, et Christophe Puiseux pour m'avoir fait confiance et pour avoir mis à ma disposition un fabuleux outil d'expérimentation.

À l'Irstea de Lyon, je tiens tout d'abord à exprimer ma gratitude à toute l'équipe épuration. Mes premiers remerciements vont à mes encadrants : Jean-Pierre Canler, et Jean-Marc Choubert, ingénieurs de recherche. Jean-Pierre Canler m'a apporté son expertise sur le procédé R3F et a répondu à mes nombreuses interrogations. Son investissement et son soutien lors de moments de découragement m'ont été d'une aide précieuse. Jean-Marc Choubert m'a apporté sa connaissance de la modélisation. Je le remercie tout particulièrement pour tout le temps consacré à la lecture de ce manuscrit. Ces remarques pertinentes m'ont permis, j'espère, d'améliorer son contenu.

En plus de mes encadrants, je voudrais remercier toutes les personnes qui m'ont aidé pour le suivi du pilote. Sans leurs compétences, cette thèse n'aurait pu aboutir. Je pense à Jean-Marc Perret, assistant ingénieur, et notamment à son aide lors de la dernière campagne de mesure. Mes pensées vont également à Clément Crétollier, Jean-Luc Beckert, Didier Coupet, et Olivier Garcia, techniciens de l'équipe, sans qui le suivi du pilote n'aurait pas été aussi simple et poussé. J'ai aussi une pensée pour Soufyane Zeghoudi, stagiaire, qui m'a soulagé du pilote

## Remerciements

pendant toute la durée de son stage. J'ai été étonné par son implication dans le projet et eu plaisir à l'encadrer.

Je tiens aussi à exprimer ma reconnaissance aux membres du laboratoire d'analyses des eaux, et particulièrement à Dominique Gorini, Loïc Richard, et Paul LePimpec, chef du laboratoire d'analyses. Sans la qualité de leurs analyses, tout le travail d'évaluation du procédé n'aurait pu se faire.

Je remercie aussi toutes les autres personnes de l'équipe épuration qui ont fait de ces trois années une expérience inoubliable : Alain, un autre Alain, Alex, Ania, Catherine, Claire, Julie, Julien, Luis, Maxime, Najatte, Nicolas, Pascal, Stéphanie, Vivien avec qui j'ai passé de très bons moments.

Un remerciement aussi à tous mes amis de Clermont, Lyon, Strasbourg, ..., les citer serait trop long mais j'espère qu'ils se reconnaîtront. Une pensée particulière à Élise, une amie qui nous a quitté bien trop tôt.

Et pour finir, the last but not least, je finirai en remerciant du fond du cœur mes parents. Ils m'ont soutenu et encouragé avec mon frère pour la réalisation de cette thèse. Plus largement, je les remercie pour avoir fait de moi ce que je suis.

# RÉSUMÉ



Le procédé à biofilm R3F / MBBR est une technologie récente en France qui vient s'ajouter à la gamme des procédés biologiques de traitement de la matière organique et azotée des eaux usées. Sa valeur ajoutée repose sur sa compacité grâce au développement d'une quantité importante de biomasse bactérienne dans un ouvrage à emprise au sol faible. Ainsi, le procédé R3F / MBBR s'avère être une solution intéressante pour le traitement de l'azote dans un contexte de contrainte foncière importante.

Le principe de la technologie est l'emploi de biomédias, supports plastiques de quelques centimètres, sur lesquels un biofilm bactérien se développe. Ces biomédias sont mis en suspension dans le réacteur par insufflation d'air ou par brassage mécanique.

Aujourd'hui, la modélisation est devenue un outil précieux d'aide au dimensionnement. S'il existe beaucoup de modèles de biofilm aujourd'hui, peu de travaux de recherche ont abouti à l'élaboration d'un modèle dynamique R3F / MBBR à destination de l'ingénierie et capable de simuler le procédé en conditions réelles.

Ainsi, l'objectif principal de cette thèse est la construction d'un modèle dynamique utilisable en ingénierie. La validation d'un tel modèle avec des données de terrain n'ayant pas encore été faite, ce point constituera une originalité. Pour ce faire, le fonctionnement d'une unité pilote R3F alimentée par des eaux résiduaires urbaines a été étudié. Le suivi du pilote pendant près de 2 ans en régime pseudo-permanent a d'abord permis d'évaluer les performances de 3 biomédias, travail là encore jamais réalisé. Ensuite, le régime dynamique, par l'application d'à-coups de charge hydraulique à une charge surfacique appliquée donnée, a été étudié. Une campagne de mesure intensive pendant une période de 4 jours en régime dynamique a servi de base pour le calage du modèle. Une période de 30 jours en régime pseudo-permanent a servi de base pour la validation du modèle.

Ce travail de modélisation a abouti à l'élaboration d'un protocole de calage qui informe des paramètres à mesurer, et à modifier pour obtenir un modèle dynamique du procédé R3F / MBBR capable de simuler son fonctionnement en conditions réelles. Des protocoles de mesure ont également été élaborés pour estimer la valeur des paramètres à mesurer. Des simulations prédictives réalisées avec le modèle nouvellement calé ont ensuite permis d'évaluer le procédé dans de nouvelles conditions de fonctionnement.

## Résumé

Une étude critique du modèle a abouti à la détermination de faiblesses qui limitent la qualité des simulations. Pour ces faiblesses, des propositions d'amélioration ont été apportées.

**MOTS CLÉS :** biofilm, étude de sensibilité, modélisation dynamique, nitrification, procédé MBBR / R3F, protocole de calage.

# **ABSTRACT**



The R3F / MBBR biofilm process is a relatively recent technology in France able to treat organic and nitrogen matters from domestic wastewaters. Its advantage is its compactness due to the development of a significant quantity of bacterial biomass in a tank with low surface area. Thus, the R3F / MBBR process is a relevant solution for nitrogen treatment in a difficult property context.

The principle of this technology is the plastic carriers of few centimeters use, on which a bacterial biofilm grows. These carriers freely move in the tank thanks to a air flow rate or a mixing.

Nowadays, modeling has become a relevant tool for design. Lots of biofilm models exist but few research works have led to the carrying out of a R3F / MBBR dynamic model for engineering and able to simulate the process in real conditions.

Thus, the principal objective of this thesis is the achievement of a R3F / MBBR dynamic model useful in engineering. The validation of such a model with experimental measurements has never been carried out and will represent an original point. The operating of a R3F pilot-scale wastewater plant fed with domestic wastewater has been studied. The follow-up of the pilot-scale unit, during almost 2 years, has first allowed evaluating the performances of 3 carriers in steady state, a work that has never been achieved. Then, the dynamic state has been studied in applying peak-loads but conserving the daily loading. During 4 days, an intensive measurement campaign in dynamic state has been used to calibrate the model. Another 30 days in steady state has been used to validate the model.

This modeling work has led to a calibration protocol which informs about the parameters to measure, and to adjust in order to obtain a R3F / MBBR dynamical model able to simulate its operating in real conditions. Some measurement protocols have also been created to estimate the value of parameters to measure. Some predictive simulations carried out with the calibrated model have then allowed assessing the process in new operating conditions.

A critical study of the model has led to the identification of some weaknesses which limit the quality of simulations. Thus, propositions to enhance the model have been brought.

**KEYWORDS :** biofilm, calibration protocol, dynamical modeling, nitrification, R3F / MBBR process, sensitivity analysis

# TABLE DES MATIÈRES

|                                                                          |       |
|--------------------------------------------------------------------------|-------|
| TABLE DES MATIÈRES .....                                                 | XIII  |
| LISTE DES TABLEAUX .....                                                 | XVII  |
| LISTE DES FIGURES .....                                                  | XIX   |
| LISTE DES ABBRÉVIATIONS .....                                            | XXIII |
| INTRODUCTION.....                                                        | 1     |
| CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE .....                              | 7     |
| I.1. LE PROCÉDÉ MBBR.....                                                | 9     |
| I.1.1. Présentation générale du procédé .....                            | 9     |
| I.1.1.1. Historique et principe .....                                    | 9     |
| I.1.1.2. Les différents types de biomédias.....                          | 9     |
| I.1.2. Configuration du procédé.....                                     | 12    |
| I.1.2.1. Le MBBR en traitement du carbone .....                          | 12    |
| I.1.2.2. Le MBBR en nitrification .....                                  | 13    |
| I.1.2.3. Le MBBR en dénitrification.....                                 | 14    |
| I.1.2.4. Le MBBR en traitement anaérobie pour effluents concentrés ..... | 16    |
| I.1.2.5. Le MBBR en traitement d'effluents industriels .....             | 16    |
| I.1.3. Dimensionnement et résultats d'exploitation.....                  | 17    |
| I.1.3.1. En traitement du carbone.....                                   | 17    |
| I.1.3.2. En nitrification .....                                          | 19    |
| I.1.3.3. En dénitrification .....                                        | 21    |
| I.1.3.4. Besoins en oxygène.....                                         | 22    |
| I.1.3.5. La production de boue.....                                      | 23    |
| I.1.4. Principe de l'élimination de l'azote ammoniacal .....             | 23    |
| I.1.4.1. La nitrification .....                                          | 23    |
| I.1.4.2. L'assimilation .....                                            | 24    |
| I.1.5. Paramètres influençant la vitesse de nitrification.....           | 25    |
| I.1.5.1. La température .....                                            | 25    |
| I.1.5.2. La charge en matière organique.....                             | 26    |
| I.1.5.3. La concentration en oxygène .....                               | 27    |
| I.1.5.4. La concentration en azote ammoniacal .....                      | 28    |
| I.1.5.5. Le pH.....                                                      | 29    |
| I.1.5.6. L'alcalinité.....                                               | 30    |
| I.1.5.7. La taille et la forme des biomédias .....                       | 30    |
| I.1.5.8. Le temps de séjour hydraulique .....                            | 31    |
| I.1.6. Avantages et désavantages pressentis du procédé.....              | 31    |

|                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------|----|
| I.2. LES MODÈLES DE BIOFILM .....                                        | 33 |
| I.2.1. Historique .....                                                  | 33 |
| I.2.2. Les différents niveaux de description .....                       | 35 |
| I.2.2.1. Les approches temporelles .....                                 | 35 |
| I.2.2.2. Les approches spatiales .....                                   | 36 |
| I.2.3. Principes pour la modélisation d'un système de biofilm .....      | 38 |
| I.2.3.1. Les grandes étapes .....                                        | 38 |
| I.2.3.2. Les mécanismes de transformation .....                          | 39 |
| I.2.3.3. Les mécanismes de transport et de transfert .....               | 41 |
| I.2.4. Synthèse des modèles de biofilm .....                             | 45 |
| I.2.5. Les modèles MBBR .....                                            | 48 |
| I.2.6. Choix du modèle .....                                             | 50 |
| I.3. LE MODÈLE MBBR / R3F DE GPS-X .....                                 | 53 |
| I.3.1. Le module physique .....                                          | 53 |
| I.3.2. Le module biocinétique .....                                      | 54 |
| I.3.3. Le module de biofilm .....                                        | 54 |
| I.3.3.1. Comportement des composés solubles dans le biofilm .....        | 55 |
| I.3.3.2. Comportement des composés particuliers dans le biofilm .....    | 56 |
| I.3.3.3. L'épaisseur du biofilm .....                                    | 57 |
| I.3.4. Les hypothèses du modèle .....                                    | 57 |
| I.4. CONCLUSION .....                                                    | 61 |
| I.5. OBJECTIFS DE LA THÈSE .....                                         | 63 |
| I.5.1. Évaluation de 3 biomédias nouveaux .....                          | 63 |
| I.5.2. Élaboration d'un modèle calé et validé .....                      | 63 |
| I.5.3. Limites du modèle et voies d'amélioration .....                   | 63 |
| CHAPITRE II : MATÉRIEL ET MÉTHODES .....                                 | 65 |
| II.1. L'ÉTUDE EXPÉRIMENTALE .....                                        | 67 |
| II.1.1. Le site de Fontaines/Saône .....                                 | 67 |
| II.1.2. Le pilote .....                                                  | 67 |
| II.1.2.1. Description du pilote et de son équipement .....               | 67 |
| II.1.2.2. Description des 3 biomédias étudiés .....                      | 68 |
| II.1.2.3. Caractéristiques de l'eau usée brute appliquée au pilote ..... | 69 |
| II.1.3. Le suivi long terme du pilote .....                              | 70 |
| II.1.3.1. La charge étudiée .....                                        | 70 |
| II.1.3.2. L'échantillonnage .....                                        | 71 |
| II.1.3.3. Estimation des performances du procédé .....                   | 72 |
| II.1.3.4. Mesure du transfert d'oxygène .....                            | 73 |
| II.1.3.5. Caractérisation de la fluidisation .....                       | 75 |
| II.1.3.6. Le traçage hydraulique .....                                   | 75 |
| II.2. LA MODÉLISATION .....                                              | 77 |
| II.2.1. Détermination des paramètres et variables en vue du calage ..... | 77 |
| II.2.1.1. Fractionnement des eaux résiduaires urbaines .....             | 77 |
| II.2.1.2. Constitution d'un jeu de paramètres initial .....              | 78 |
| II.2.1.3. Mesures complémentaires .....                                  | 83 |
| II.2.2. Étude de sensibilité .....                                       | 85 |

|                                                                                                                       |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| II.2.3. Conditions expérimentales testées .....                                                                       | 87  |
| II.2.3.1. Charges étudiées .....                                                                                      | 87  |
| II.2.3.2. Échantillonnage lors de la campagne .....                                                                   | 89  |
| II.2.3.3. Instrumentation du pilote lors de la campagne.....                                                          | 89  |
| II.2.4. Évaluation de la qualité de la simulation.....                                                                | 90  |
| II.3. CONCLUSION.....                                                                                                 | 93  |
| CHAPITRE III : PERFORMANCES DU PILOTE.....                                                                            | 95  |
| III.1. LA FLUIDISATION DES BIOMEDIAS .....                                                                            | 97  |
| III.2. LE COMPORTEMENT HYDRAULIQUE.....                                                                               | 99  |
| III.3. LE TRANSFERT D'OXYGENE .....                                                                                   | 101 |
| III.4. PERFORMANCES EPURATOIRES PAR REACTEUR.....                                                                     | 103 |
| III.4.1. Performances du réacteur C.....                                                                              | 103 |
| III.4.1.1. En fonction de la charge en DCO <sub>totale</sub> - BMX2 .....                                             | 103 |
| III.4.1.2. En fonction de la charge en DCO <sub>filtrée</sub> - BMX2 .....                                            | 105 |
| III.4.1.3. En fonction de la DCO <sub>totale</sub> - BMX1.....                                                        | 107 |
| III.4.1.4. En fonction de la DCO <sub>filtrée</sub> - BMX1 .....                                                      | 109 |
| III.4.2. Performances du réacteur N .....                                                                             | 111 |
| III.4.2.1. Cas du BMJ40 .....                                                                                         | 111 |
| III.4.2.2. Cas du BMX1.....                                                                                           | 115 |
| III.4.2.3. Performances du BMX1 pendant la campagne.....                                                              | 118 |
| III.5. VITESSES MAXIMALES DE NITRIFICATION .....                                                                      | 121 |
| III.5.1. Influence de la température .....                                                                            | 122 |
| III.5.2. Influence de la charge en N-NH <sub>4</sub> .....                                                            | 123 |
| III.6. CONCLUSIONS PARTIELLES.....                                                                                    | 125 |
| III.6.1. La fluidisation .....                                                                                        | 125 |
| III.6.2. L'hydrodynamique.....                                                                                        | 125 |
| III.6.3. Le transfert d'oxygène .....                                                                                 | 126 |
| III.6.4. Les performances épuratoires .....                                                                           | 127 |
| III.6.5. La diffusion.....                                                                                            | 128 |
| CHAPITRE IV : MODÉLISATION.....                                                                                       | 131 |
| IV.1. CALAGE DU MODELE MBBR / R3F DE GPS-X.....                                                                       | 133 |
| IV.1.1. Fractionnement de la matière organique de l'eau résiduaire urbaine en classe de biodégradabilité (C, N) ..... | 133 |
| IV.1.2. Valeur du jeu de paramètres actualisé .....                                                                   | 137 |
| IV.1.3. Classification des paramètres de calage.....                                                                  | 139 |
| IV.1.4. Étude de sensibilité .....                                                                                    | 141 |
| IV.1.5. Détermination des conditions initiales.....                                                                   | 144 |
| IV.1.6. Protocole de calage et proposition d'un jeu de paramètre calé .....                                           | 145 |
| IV.1.7. Application du protocole de calage .....                                                                      | 148 |
| IV.1.7.1. Réacteur C .....                                                                                            | 149 |
| IV.1.7.2. Réacteur N .....                                                                                            | 155 |
| IV.2. VALIDATION DU MODÈLE MBBR / R3F DE GPS-X.....                                                                   | 161 |

|                                                                                                              |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| IV.2.1. Résultats de simulation avec le jeu de paramètres tiré de la 1 <sup>ère</sup> série de données ..... | 161 |
| IV.2.2. Résultats de simulation après ajustement sur la 2 <sup>nd</sup> e série de données .....             | 163 |
| IV.3. CONCLUSIONS PARTIELLES .....                                                                           | 165 |
| IV.4. ANALYSE CRITIQUE DU PROTOCOLE .....                                                                    | 167 |
| IV.4.1. Connaissance du fractionnement de l'eau résiduaire urbaine en classe de biodégradabilité .....       | 167 |
| IV.4.2. Estimation de la biomasse autotrophe dans l'influent du réacteur N .....                             | 170 |
| IV.4.3. Estimation des variables $NPR_{max}$ , et $M_{biofilm}$ .....                                        | 171 |
| IV.4.3.1. Estimation de la vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ ) .....                           | 171 |
| IV.4.3.2. Estimation de la masse de biofilm ( $M_{biofilm}$ ) .....                                          | 172 |
| IV.5. SIMULATIONS PREDICTIVES .....                                                                          | 173 |
| IV.5.1. Simulation d'une alimentation par une eau décantée primaire .....                                    | 173 |
| IV.5.1.1. Résultats de simulation dans le réacteur C .....                                                   | 174 |
| IV.5.1.2. Résultats de simulation dans le réacteur N .....                                                   | 175 |
| IV.5.2. Simulation d'un à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6 .....                                  | 176 |
| IV.5.2.1. Résultats de simulation dans le réacteur C .....                                                   | 176 |
| IV.5.2.2. Résultats de simulation dans le réacteur N .....                                                   | 177 |
| IV.5.3. Simulation d'un fonctionnement à débit d'air plus faible .....                                       | 178 |
| IV.5.3.1. Résultats de simulation dans le réacteur C .....                                                   | 179 |
| IV.5.3.2. Résultats de simulation dans le réacteur N .....                                                   | 180 |
| IV.6. PERSPECTIVES .....                                                                                     | 179 |
| IV.6.1. Modélisation de l'épaisseur de la couche liquide limite .....                                        | 179 |
| IV.6.2. Modélisation de l'épaisseur du biofilm .....                                                         | 179 |
| IV.6.3. Modélisation de la diffusion .....                                                                   | 180 |
| IV.6.4. Formulation de la $NPR_{max}$ dans GPS-X .....                                                       | 180 |
| CONCLUSION .....                                                                                             | 183 |
| RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....                                                                            | 191 |
| ANNEXES .....                                                                                                | 201 |

# LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                                  |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 1 : Caractéristiques de différents biomédias _____                                                                       | 11  |
| Tableau 2 : Valeurs de dimensionnement en traitement du carbone _____                                                            | 17  |
| Tableau 3 : Résultats des performances de 2 stations norvégiennes en traitement du carbone _____                                 | 18  |
| Tableau 4 : Valeurs de dimensionnement en traitement de l'azote ammoniacal _____                                                 | 19  |
| Tableau 5 : Performances d'un pilote MBBR en nitrification _____                                                                 | 20  |
| Tableau 6 : Valeurs de dimensionnement en dénitrification _____                                                                  | 21  |
| Tableau 7 : Performances de la station de Lillehammer en mode post-dénitrification sans pré-coagulation _____                    | 22  |
| Tableau 8 : Performances de la station de Lillehammer en mode combinaison post / pré-dénitrification _____                       | 22  |
| Tableau 9 : Tableau comparatif des modèles de biofilm _____                                                                      | 46  |
| Tableau 10 : Caractéristiques des biomédias étudiés pendant le suivi du pilote _____                                             | 69  |
| Tableau 11 : Moyennes annuelles des concentrations des eaux résiduaires urbaines du pilote _____                                 | 69  |
| Tableau 12 : Valeurs de dimensionnement de Vinci-Environnement à 10°C _____                                                      | 70  |
| Tableau 13 : Paramètres mesurés en entrée et en sortie des réacteurs C et N _____                                                | 72  |
| Tableau 14 : Charges journalières et surcharges appliquées pendant la campagne _____                                             | 88  |
| Tableau 15 : Échantillonnage réalisé pendant la campagne _____                                                                   | 89  |
| Tableau 16 : Instruments installés lors de la campagne de collecte de données _____                                              | 89  |
| Tableau 17 : Résultats des tests de fluidisation par type de biomédias _____                                                     | 97  |
| Tableau 18 : Conditions de réalisation des traçages au sel _____                                                                 | 99  |
| Tableau 19 : Temps de séjour hydraulique et masse de sel récupérée pour chacun des tests de traçage au sel _____                 | 99  |
| Tableau 20 : Résultat du test de transfert d'oxygène en eau claire dans le réacteur C _____                                      | 101 |
| Tableau 21 : Résultat du test de transfert d'oxygène en boue dans les réacteurs C et N _____                                     | 102 |
| Tableau 22 : Réévaluation des charges de dimensionnement des biomédias en traitement du carbone _____                            | 111 |
| Tableau 23 : Vitesses de nitrification en batch, en réacteur, et conditions opératoires _____                                    | 121 |
| Tableau 24 : Fractions en pourcentage de la $DCO_{totale}$ et du NTK pendant la campagne. Comparaison avec 2 autres études _____ | 136 |
| Tableau 25 : Classification des paramètres selon leur mode de détermination _____                                                | 139 |

|                                                                                                                                                           |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 26 : Étude de sensibilité aux paramètres du réacteur C                                                                                            | 142 |
| Tableau 27 : Étude de sensibilité aux paramètres du réacteur N                                                                                            | 144 |
| Tableau 28 : Valeurs des paramètres de par défaut et actualisées                                                                                          | 149 |
| Tableau 29 : Valeurs des paramètres du réacteur C après application du protocole de calage et jeu de paramètres par défaut en vue du calage du réacteur N | 155 |
| Tableau 30 : Charges et concentrations en entrée du réacteur N pendant la 2 <sup>nd</sup> e campagne                                                      | 161 |
| Tableau 31 : Jeu de paramètres retenu pour la campagne 2                                                                                                  | 164 |
| Tableau 32 : Valeurs des critères d'évaluation des résultats de simulation avant et après validation                                                      | 164 |
| Tableau 33 : Valeurs des critères d'évaluation des résultats de simulation avant et après calage                                                          | 165 |
| Tableau 34 : Jeu de paramètres retenu pour la campagne 1                                                                                                  | 166 |
| Tableau 35 : Flux appliqués aux réacteurs C et N pour 2 fréquences d'échantillonnage                                                                      | 168 |
| Tableau 36 : Critères SD et RSD selon les 2 fréquences d'échantillonnage de l'eau usée brute                                                              | 169 |
| Tableau 37 : Valeurs des écarts absolus maximaux des simulations 2, 3 vs 1                                                                                | 170 |
| Tableau 38 : Jeu de paramètres calé                                                                                                                       | 187 |
| Tableau 39 : Photos, noms du constructeur et densité d'une partie des biomédias cités dans le manuscrit                                                   | 205 |
| Tableau 40 : Coefficients stoechiométriques et cinétiques du modèle Mantis                                                                                | 211 |
| Tableau 41 : Matrice de Petersen du modèle Mantis                                                                                                         | 212 |
| Tableau 42 : Conductivité en fonction de la concentration en sel                                                                                          | 221 |

# LISTE DES FIGURES

|                                                                                                                                                                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1 : Les différentes configurations en traitement du carbone                                                                                                                                                                                      | 12 |
| Figure 2 : Les différentes configurations du MBBR en nitrification                                                                                                                                                                                      | 14 |
| Figure 3 : Les différentes configurations du MBBR en traitement de l'azote nitrique                                                                                                                                                                     | 15 |
| Figure 4 : Synopsis de l'unité pilote MBBR / SCR                                                                                                                                                                                                        | 18 |
| Figure 5 : Performances du point de vue de la $DBO_5$ du pilote MBBR soumis à (a) une charge surfacique de $16,4 \text{ g} DBO_5 / \text{m}^2 \text{ interne.j}$ et à (b) une charge surfacique de $27,6 \text{ g} DBO_5 / \text{m}^2 \text{ interne.}$ | 19 |
| Figure 6 : Charges appliquée (applied) et éliminée (removed) pour le cas d'un MBBR et d'une boue activée                                                                                                                                                | 21 |
| Figure 7 : Effet de la température sur l'activité de <i>Nitrosomonas</i> (a) et <i>Nitrobacter</i> (b)                                                                                                                                                  | 26 |
| Figure 8 : Influence de la matière organique ( $\text{g } DBO_7 / \text{m}^2 \text{ interne.j}$ ) et de l'oxygène dissous sur la vitesse de nitrification. Cas du biomédia K1                                                                           | 27 |
| Figure 9 : Influence de la concentration en oxygène sur la vitesse de nitrification en condition limitante en oxygène à $15^\circ\text{C}$                                                                                                              | 28 |
| Figure 10 : Rapport de la vitesse de nitrification sur la concentration du paramètre limitant (oxygène ou ammonium) suivant le ratio $O_2 / N-NH_4^+$                                                                                                   | 29 |
| Figure 11 : Influence de l'alcalinité sur la vitesse de nitrification                                                                                                                                                                                   | 30 |
| Figure 12 : Classification des processus par niveau de rapidité                                                                                                                                                                                         | 36 |
| Figure 13 : Exemple d'une distribution spatiale de la biomasse obtenue par une simulation en 3 dimensions                                                                                                                                               | 38 |
| Figure 14 : Schématisation du gradient de concentration observé pour l'azote ammoniacal à l'interface liquide / biofilm                                                                                                                                 | 42 |
| Figure 15 : Schématisation des principaux mécanismes dans un système de biofilm                                                                                                                                                                         | 45 |
| Figure 16 : Concentrations simulées et mesurées de la $DCO_{filtrée}$ (gauche), des MeS (milieu), et du $N-NH_4^+$ (droite) en sortie du réacteur aérobie                                                                                               | 49 |
| Figure 17 : Valeurs simulées de $S_{nh}$ (à gauche) et $S_{no}$ (à droite) dans le 1 <sup>er</sup> réacteur                                                                                                                                             | 50 |
| Figure 18 : Représentation hydraulique et spatiale du modèle MBBR                                                                                                                                                                                       | 53 |
| Figure 19 : Schéma du pilote R3F                                                                                                                                                                                                                        | 68 |

|                                                                                                                                                                                         |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 20 : Courbe de débit appliquée au pilote. Exemple du débit journalier de $10 \text{ m}^3/\text{j}$                                                                               | 71  |
| Figure 21 : Vitesse de nitrification mesurée et simulée avec différents couples ( $\mu_{A,\max}$ , $b_A$ )                                                                              | 81  |
| Figure 22 : Suivi du $\text{N-NH}_4$ , $\text{N-NO}_x$ ( $\text{N-NO}_3 + \text{N-NO}_2$ ) en vue de la mesure de la vitesse maximale de nitrification dans le réacteur N - Cas du BMX1 | 85  |
| Figure 23 : Courbes de débit en régime pseudo - permanent (noir) et dynamique (rouge)                                                                                                   | 88  |
| Figure 24 : Concentration de l'oxygène simulée et mesurée                                                                                                                               | 91  |
| Figure 25 : Photos des tests visuels lors de la caractérisation de la fluidisation des biomédias. Cas du BMX2 (photo gauche) et du BMJ40 (photo droite)                                 | 98  |
| Figure 26 : Performances du BMX2 en traitement de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ - Approche 1                                                                                          | 103 |
| Figure 27 : Vitesse de traitement de la DCO en fonction de la charge en DCO appliquée                                                                                                   | 105 |
| Figure 28 : Performances du BMX2 en traitement de la $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ - Approche 2                                                                                         | 106 |
| Figure 29 : Hypothèse du développement de la biomasse de face (à gauche) et de côté (à droite)                                                                                          | 107 |
| Figure 30 : Performances du BMX1 en traitement de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ - Approche 1                                                                                          | 108 |
| Figure 31 : Performances du BMX1 en traitement de la $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ - Approche 2                                                                                         | 110 |
| Figure 32 : Performances du BMJ40 en nitrification                                                                                                                                      | 112 |
| Figure 33 : Élimination de l'azote ammoniacal en fonction de la charge appliquée                                                                                                        | 113 |
| Figure 34 : Vitesses de nitrification en batch et en réacteur en fonction de la charge appliquée les 15 jours précédents le test                                                        | 114 |
| Figure 35 : Performances du BMX1 en nitrification                                                                                                                                       | 116 |
| Figure 36 : Influence de la charge carbonée sur la nitrification - Cas du BMX1                                                                                                          | 117 |
| Figure 37 : Charges en $\text{N-NH}_4$ appliquée et éliminée sur le réacteur N - Cas du BMX1, 60%                                                                                       | 118 |
| Figure 38 : Vitesses de nitrification en batch et dans le réacteur C en fonction de la température                                                                                      | 122 |
| Figure 39 : Rendement du traitement de la DCO et du $\text{N-NH}_4$ en fonction du taux de remplissage                                                                                  | 128 |
| Figure 40 : Densité du biofilm en fonction de son épaisseur                                                                                                                             | 129 |
| Figure 41 : Représentation graphique de $S_I$ et $\%X_S$ en fonction de la DCO totale mesurée en entrée                                                                                 | 133 |
| Figure 42 : Mesure de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ (gauche) et courbe de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ déduite alimentant le modèle (droite)                                       | 135 |
| Figure 43 : Exemple de la simulation du traçage hydraulique au sel du réacteur C                                                                                                        | 138 |
| Figure 44 : Étape d'initialisation                                                                                                                                                      | 145 |
| Figure 45 : Protocole proposé pour le calage du modèle                                                                                                                                  | 146 |
| Figure 46 : $M_{\text{biofilm}}$ et $L_f$ mesurées et simulées dans le réacteur C avant et après calage                                                                                 | 150 |

|                                                                                                                                                                                                                                    |     |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figure 47 : $DCO_{filtrée}$ mesurée et simulée dans le réacteur C avant et après calage                                                                                                                                            | 151 |
| Figure 48 : $Snh$ , $Sno$ , $So$ , et $NPR_{max}$ mesurés et simulés dans le réacteur C avant et après calage                                                                                                                      | 153 |
| Figure 49 : Concentrations des formes azotées mesurées et simulées (gauche) et de la $NPR_{max}$ (droite) dans le réacteur C après calage                                                                                          | 154 |
| Figure 50 : $M_{biofilm}$ et $L_f$ mesurées et simulées dans le réacteur N avant et après calage                                                                                                                                   | 155 |
| Figure 51 : $Snh$ , $Sno$ , $So$ et $NPR_{max}$ mesurés et simulés dans le réacteur N avant et après calage                                                                                                                        | 156 |
| Figure 52 : Concentrations en biomasse autotrophe simulées dans les couches du biofilm du réacteur N avant (gauche) et après modification de $k_{exch}$ (droite)                                                                   | 157 |
| Figure 53 : Effet de la modification de $k_{exch}$ sur $Snh$ , $Sno$ , et $NPR_{max}$ dans le réacteur C                                                                                                                           | 158 |
| Figure 54 : Effet de la modification de $k_{exch}$ du réacteur C sur les concentrations en biomasse autotrophe (haut) et en oxygène (bas) dans le biofilm                                                                          | 159 |
| Figure 55 : Variables mesurées et simulées ( $L_f$ , $M_{biofilm}$ , $DCO$ , $DCO_{filtrée}$ , $Snh$ , $Sno$ ) dans le réacteur C (haut) et N (bas) avec les paramètres calés de la campagne 1                                     | 162 |
| Figure 56 : Variables mesurées et simulées ( $L_f$ , $M_{biofilm}$ , $DCO$ , $DCO_{filtrée}$ , $Snh$ , $Sno$ ) dans le réacteur C (haut) et N (bas) après calage                                                                   | 163 |
| Figure 57 : Évolution des variables $DCO_{filtrée}$ , $Snh$ et $Sno$ simulés dans le réacteur C (haut) et dans le réacteur N (bas) pour 2 fréquences d'échantillonnage de l'eau usée brute                                         | 168 |
| Figure 58 : Flux simulés appliqués et éliminés de $DCO$ (gauche), $DCO_{filtrée}$ (milieu gauche), $N-NH_4^+$ (milieu droit) et $N-NOx$ (droite) sur les réacteurs C (haut) et N (bas) sans et avec décanteur primaire             | 174 |
| Figure 59 : Flux simulés appliqués et éliminés de $DCO$ (gauche), $DCO_{filtrée}$ (milieu gauche), $N-NH_4^+$ (milieu droit), et $N-NOx$ (droite) sur le réacteur C (haut) et N (bas) sans et avec à-coup de charge                | 176 |
| Figure 60 : Concentrations simulées en $DCO$ , $DCO_{filtrée}$ (gauche) et $N-NH_4^+$ , $N-NOx$ (droite) en sortie du réacteur N sans et avec à-coup de charge                                                                     | 178 |
| Figure 61 : Flux simulés appliqués et éliminés de $DCO$ (gauche), $DCO_{filtrée}$ (milieu gauche), $N-NH_4^+$ (milieu droit), et $N-NOx$ (droite) sur les réacteurs C et N sans et avec réduction du débit d'air sur le réacteur C | 179 |
| Figure 62 : Simulation de $L_f$ et $M_{biofilm}$ avec $L_{f,max} = 250 \mu m$ (à gauche), et $L_{f,max} = 120 \mu m$ (à droite)                                                                                                    | 179 |



# LISTE DES ABBRÉVIATIONS

## SIGLES SIGNIFICATION

|      |                                                              |
|------|--------------------------------------------------------------|
| AS   | Boue Activée (Activated Sludge)                              |
| ASM  | Famille des modèles de boue activée (Activated Sludge Model) |
| CEE  | Communauté Économique Européenne                             |
| EH   | Équivalent Habitant                                          |
| ERU  | Eaux Résiduaire Urbaines                                     |
| IWA  | International water association                              |
| MBBR | Moving Bed BioReactor                                        |
| R3F  | Réacteur à Flore Fixe Fluidisée                              |

## NOTATION SIGNIFICATION et UNITÉ

|              |                                                                          |             |
|--------------|--------------------------------------------------------------------------|-------------|
| $b_A$        | Taux de mortalité autotrophe                                             | $(j^{-1})$  |
| $b_H$        | Taux de mortalité hétérotrophe                                           | $(j^{-1})$  |
| $C_{S/X}$    | Concentration du composé soluble / particulaire                          | $(mg/L)$    |
| $C_5H_7NO_2$ | Formule chimique de la biomasse vivante                                  |             |
| $DBO_5$      | Demande biologique en oxygène sous 5 jours                               | $(mgO_2/L)$ |
| $DBO_7$      | Demande biologique en oxygène sous 7 jours                               | $(mgO_2/L)$ |
| $DCO$        | Demande chimique en oxygène                                              | $(mgDCO/L)$ |
| $DJO$        | Demande journalière en oxygène                                           | $(kgO_2/j)$ |
| $DN$         | Dénitrification                                                          |             |
| $d_p$        | Longueur caractéristique                                                 | $(m)$       |
| $D_{w, S/X}$ | Coefficient de diffusion dans l'eau<br>du composé soluble / particulaire | $(cm^2/s)$  |
| $FeCl_3$     | Chlorure ferrique                                                        |             |
| $f_d$        | Coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm                 | $(-)$       |
| HRT          | Temps de séjour hydraulique                                              | $(h)$       |

|                                   |                                                                             |                       |
|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| $h_{\text{eau}}$                  | Hauteur de l'eau au-dessus des diffuseurs                                   | (m)                   |
| $k_{\text{exch}}$                 | Coefficient d'échange interne                                               | (m/h)                 |
| $k_{\text{La}}(')$                | Vitesse d'oxygénation en eau claire (en boue)                               | (h <sup>-1</sup> )    |
| $K_{\text{OH}}$                   | Coefficient de demi-saturation de l'oxygène                                 | (mgO <sub>2</sub> /L) |
| $K_{\text{SH}}$                   | Coefficient de demi-saturation du substrat soluble facilement biodégradable | (mgDCO/L)             |
| $L_f$                             | Épaisseur du biofilm                                                        | (μm)                  |
| $L_{f,\text{max}}$                | Épaisseur maximale du biofilm                                               | (μm)                  |
| $L_L$                             | Épaisseur de la couche liquide limite                                       | (μm)                  |
| $M_{\text{biofilm}}$              | Masse sèche du biofilm                                                      | (gMeS)                |
| MO                                | Matière organique                                                           |                       |
| MS                                | Contenu en matière sèche du biofilm                                         | (%)                   |
| NaOH                              | Hydroxyde de sodium ou chaux                                                |                       |
| $Q_{\text{air}}$                  | Débit d'air                                                                 | (m <sup>3</sup> /j)   |
| pH                                | Potentiel hydrogène                                                         | (-)                   |
| MeS                               | Concentration des matières en suspension                                    | (mg/L)                |
| MVS                               | Concentration des matières volatiles                                        | (mg/L)                |
| NH <sub>3</sub>                   | Ammoniac                                                                    |                       |
| NTK                               | Azote kjeldhal                                                              |                       |
| NPR                               | Vitesse de nitrification (Nitrate production rate)                          | (gN/j)                |
| N-NH <sub>4</sub>                 | Concentration de l'azote ammoniacal                                         | (mgN/L)               |
| N-NO <sub>2</sub>                 | Concentration de l'azote nitreux                                            | (mgN/L)               |
| N-NO <sub>3</sub>                 | Concentration de l'azote nitrique                                           | (mgN/L)               |
| N-NO <sub>x</sub>                 | Concentration de l'azote nitrique et nitreux                                | (mgN/L)               |
| R                                 | Rendement                                                                   | (%)                   |
| $R_{\text{att}} / r_{\text{att}}$ | Vitesse / coefficient d'attachement                                         |                       |
| $R_{\text{dét}} / r_{\text{dét}}$ | Vitesse / coefficient de détachement                                        |                       |
| $R_{\text{diffuseur}}$            | Rendement des diffuseurs par mètre                                          | (%/m)                 |
| Re                                | Nombre de Reynolds                                                          | (-)                   |
| $r_i$                             | Vitesse de transformation du composé i                                      | (g/j)                 |
| RSD                               | Erreur moyenne absolue relative (Relativ standard deviation)                |                       |
| $S_c$                             | Nombre de Shmidt                                                            | (-)                   |
| SD                                | Erreur moyenne absolue (Standard deviation)                                 |                       |
| $S_I$                             | Concentration du substrat soluble inerte                                    | (mgDCO/L)             |

|             |                                                                       |                                                                 |
|-------------|-----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| $S_h$       | Nombre adimensionnel de Sherwood                                      | (-)                                                             |
| $S_{nd}$    | Concentration de l'azote organique soluble                            | (mgN/L)                                                         |
| $S_{nh}$    | Concentration de l'azote ammoniacal                                   | (mgN/L)                                                         |
| $S_{no}$    | Concentration de l'azote nitrique et nitreux                          | (mgN/L)                                                         |
| $S_o$       | Concentration de l'oxygène dissous                                    | (mgO <sub>2</sub> /L)                                           |
| $S_s$       | Concentration du substrat soluble facilement biodégradable            | (mgDCO/L)                                                       |
| $S_{eff}$   | Surface spécifique effective                                          | (m <sup>2</sup> interne / m <sup>3</sup> biomédia bien ordonné) |
| $S_{spé}$   | Surface spécifique                                                    | (m <sup>2</sup> interne)                                        |
| $S_{utile}$ | Surface effective utile                                               | (m <sup>2</sup> interne / m <sup>3</sup> biomédia en vrac)      |
| $X_{BA}$    | Concentration de la biomasse autotrophe                               | (mgDCO/L)                                                       |
| $X_{BH}$    | Concentration de la biomasse hétérotrophe                             | (mgDCO/L)                                                       |
| $X$         | Composé particulaire                                                  |                                                                 |
| $X_I$       | Concentration du composé particulaire inerte                          | (mgDCO/L)                                                       |
| $X_{liq}$   | Concentration d'un composé particulaire dans le volume liquide        | (mg/L)                                                          |
| $X_{nd}$    | Concentration de l'azote organique particulaire                       | (mgN/L)                                                         |
| $X_s$       | Concentration du composé particulaire biodégradable                   | (mgDCO/L)                                                       |
| $X_{surf}$  | Concentration d'un composé particulaire à la surface du biofilm       | (mg/L)                                                          |
| $X_U$       | Concentration du composé particulaire non biodégradable issu du décès | (mgDCO/L)                                                       |
| $Y_A$       | Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe                        | (gDCO/gN)                                                       |
| $Y_H$       | Rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe                      | (gDCO/gDCO)                                                     |
| $z_B$       | Épaisseur d'une couche du biofilm                                     | (μm)                                                            |
| 1, 2, 3D    | Une, Deux, Trois dimension(s)                                         |                                                                 |

## **SYMBOLE      SIGNIFICATION et UNITÉ**

|               |                                                              |                    |
|---------------|--------------------------------------------------------------|--------------------|
| $\alpha$      | Coefficient de réduction de la vitesse d'oxygénation en boue | (-)                |
| $\theta$      | Coefficient intrinsèque de température (Arrhénius)           | (-)                |
| $\theta_a$    | Coefficient apparent de température                          | (-)                |
| $\mu_{A,max}$ | Taux maximum de croissance autotrophe                        | (j <sup>-1</sup> ) |

|                   |                                                                     |                      |
|-------------------|---------------------------------------------------------------------|----------------------|
| $\mu_{H,max}$     | Taux maximum de croissance hétérotrophe                             | (j <sup>-1</sup> )   |
| $\tilde{n}_D$     | Densité du biofilm sec                                              | (g/L)                |
| $\tilde{n}_i$     | Expression mathématique du processus de transformation du composé i |                      |
| $\tilde{n}_{O_2}$ | Masse volumique de l'oxygène                                        | (gO <sub>2</sub> /L) |
| $\tilde{n}_w$     | Densité du biofilm mouillé                                          | (g/L)                |
| $\tilde{o}_{ij}$  | Coefficient stœchiométrique du composé i pour le processus j        | (-)                  |

# **INTRODUCTION**



La directive n° 91/271/CEE du 21 mai 1991 relative au traitement des eaux résiduaires urbaines (directive ERU) a pour objet la protection de l'environnement contre une détérioration due aux rejets des eaux résiduaires précitées. Ainsi, les états membres doivent veiller à ce que toutes les agglomérations soient équipées de systèmes de collecte et de traitement des eaux résiduaires urbaines:

- § Au plus tard, le 31 décembre 2000 pour celles dont l'équivalent habitant est supérieur à 15000 EH et
- § Au plus tard, le 31 décembre 2005 pour celles dont l'équivalent habitant se situe entre 2000 EH et 15000 EH

Cette directive a été traduite en droit français par la loi n°92-3 du 3 janvier 1992 sur l'eau, le décret n°94-469 du 3 juin 1994 relatif à la collecte et au traitement des eaux usées et l'arrêté du 22 juin 2007 relatif à la collecte, au transport et au traitement des eaux usées des agglomérations d'assainissement.

Un bilan 2008 de l'assainissement en France (2010) estime à 268 sur un total de 18 830, le nombre de stations de traitement des eaux résiduaires urbaines d'une capacité nominale de plus de 2000 EH, non conformes en termes de traitement des matières organiques et/ou des nutriments (phosphore et/ou azote) selon les échéances initiales imposées par la directive ERU.

Coincées entre la nécessité de multiplier les ouvrages de traitement des eaux usées pour répondre aux exigences de la directive ERU et la contrainte foncière qui s'exerce sur elles, les agglomérations sont tentées de se tourner vers des procédés performants et compacts à la fois.

Le procédé MBBR représente ainsi une solution. Le procédé est né de la collaboration entre une université et une industrie norvégiennes à la fin des années 80. Il repose sur le développement d'une biomasse bactérienne épuratrice qui se développe sous forme d'un biofilm sur des supports mobiles, appelés biomédias. En France, le procédé est vendu sous le nom de R3F (Réacteur à Flore Fixe Fluidisée) par Vinci-Environnement depuis 2005 et emploie des biomédias différents. Aujourd'hui, bien qu'aucune règle de dimensionnement

pour ces nouveaux biomédias n'a été testée, une vingtaine d'installations existe en France (6500 à 120000 EH), principalement en milieu montagneux où la contrainte foncière est forte.

Malgré la simplicité apparente du procédé, l'analyse et la compréhension de son fonctionnement sont difficiles en raison des interactions entre la phase liquide et le biofilm (Mannina *et al.*, 2007), de la caractérisation du biofilm qu'il est nécessaire de mener, et de la concomitance des processus aérobie et anoxie qui se déroulent au sein du biofilm. Il apparaît donc important que les connaissances sur la compréhension des performances épuratoires du procédé doivent être améliorées, notamment pour répondre aux questions techniques relatives à son dimensionnement.

Dans cette optique, des outils récents tels celui de la modélisation peuvent permettre un approfondissement de la compréhension des processus ayant lieu dans ce procédé. Depuis leur élaboration dans les années 70, les modèles de biofilm tendent à se complexifier, avec des représentations en 3 dimensions, et une prise en compte d'un nombre croissant d'espèces bactériennes (Boltz *et al.*, 2010). Dans un contexte d'aide au dimensionnement et à l'exploitation, de tels modèles ont été abandonnés par l'ingénierie et les modèles à 1 dimension connaissent un regain d'intérêt. Ils impliquent un nombre limité de paramètres et requièrent un nombre abordable de données expérimentales à acquérir, sans pénaliser la représentativité des résultats de simulation. Concernant les modèles MBBR / R3F, seul quelques modèles existent (GPS-X, 2006; Mannina *et al.*, 2007; Plattes *et al.*, 2006), et surtout s'ils sont calés, ils ne sont pas validés sur une seconde série de données.

Plusieurs lacunes ont été soulignées précédemment, que ce soit au niveau de la compréhension des processus, du dimensionnement du procédé ou de sa modélisation. Ainsi, cette thèse tentera d'approfondir les connaissances sur le procédé R3F en nitrification, d'évaluer les performances de 3 nouveaux biomédias encore jamais étudiés, et d'élaborer un modèle dynamique robuste.

Pour répondre à cet objectif global, la démarche sera de suivre une unité pilote mise à disposition par Vinci-Environnement dans des conditions définies au préalable et maintenues dans le temps. En parallèle, un modèle à une dimension dynamique sera choisi, calé et validé avec des données expérimentales récoltées sur site et en laboratoire.

Cette démarche est détaillée en 4 chapitres dans ce manuscrit. Le premier chapitre sera consacré à une revue bibliographique portant sur le principe de fonctionnement et les différentes configurations d'utilisation du procédé, avant de se focaliser sur la nitrification et les facteurs influençant. La revue bibliographique sera également consacrée à un état de l'art des modèles de biofilm pour aboutir sur le choix du modèle Mantis de GPS-X. Ce modèle sera décrit de façon exhaustive. Enfin, les objectifs de la thèse seront énumérés.

Le second chapitre sera orienté vers la description de l'unité pilote R3F et des protocoles expérimentaux mis en place pour évaluer et modéliser le procédé. Ainsi, 2 charges surfaciques en traitement du carbone et en nitrification seront appliquées au pilote et étudiées. Un suivi pendant 2 années, avec des échantillons bihebdomadaires en entrée et en sortie permettront l'évaluation du procédé R3F. Concernant la modélisation, des régimes pseudo-permanent et dynamique seront appliqués au pilote afin de caler et valider le modèle dynamique choisi.

Le troisième chapitre sera consacré aux résultats obtenus pendant le suivi en performance du pilote. En plus, des résultats issus des bilans journaliers entrée / sortie, l'étude de la fluidisation des biomédias, de la caractérisation hydrodynamique, du transfert d'oxygène et des vitesses maximales de nitrification seront présentées.

Le quatrième chapitre sera consacré à la détermination d'un jeu de paramètres calés grâce à une collecte de données expérimentales in-situ et en laboratoire et à l'application d'un protocole de calage élaboré. L'élaboration d'un tel protocole constituera une originalité supplémentaire de cette thèse en raison de l'absence dans la bibliographie de protocole adapté au calage de cette technologie (Boltz *et al.*, 2011). Une étape de validation sera réalisée avec les données d'une autre période que celle employée pour le calage. La définition des limites du modèle, une réflexion critique et la formulation de voies d'amélioration constitueront la dernière partie de ce chapitre.



# **CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**



## **I.1. LE PROCÉDÉ MBBR**

---

### **I.1.1. Présentation générale du procédé**

#### **I.1.1.1. Historique et principe**

En Norvège, l'histoire de l'assainissement est récente puisqu'elle a débuté dans les années 70 avec la création du ministère de l'environnement et de l'agence nationale de contrôle de la pollution. Le premier objectif fut d'éviter l'eutrophisation des cours d'eau par le traitement du phosphore (Ødegaard *et al.*, 1999). Les procédés à biofilm, type disque biologique, combinant un traitement chimique devinrent majoritaires. Dans les années 1980, le traitement des matières consommant de l'oxygène, comme l'azote, se posa, et les recherches portèrent naturellement sur les procédés à biofilm, largement répandus alors. C'est ainsi que l'idée du procédé MBBR, fruit de la collaboration de l'université (Norwegian University of Science and Technology) et de l'industrie (Norwegian company Kaldnes Miljøteknologi A/S, KMT) émergea à la fin des années 80.

Le principe du procédé MBBR réside dans l'utilisation de supports inertes (biomédias) mis en mouvement dans un réacteur brassé mécaniquement (zone anoxique) ou aéré (zone aérobie). La biomasse se développe naturellement au sein d'un biofilm sur les biomédias et colonise ainsi l'ensemble du réacteur. Les biomédias sont conservés au sein du réacteur par l'emploi de grilles en sortie qui induit un temps de séjour de la biomasse relativement important et donc permet le développement d'une biomasse à multiplication lente (Chen *et al.*, 1997). Ainsi, nul besoin de recirculer une fraction de l'eau traitée pour maintenir une quantité de biomasse importante au sein de l'ouvrage. Les conditions hydrodynamiques au voisinage du biofilm influencent la diffusion de l'oxygène et du substrat au sein du biofilm, et donc, les performances épuratoires du procédé.

#### **I.1.1.2. Les différents types de biomédias**

L'originalité du procédé réside dans l'emploi de biomédias sur lesquels la biomasse se développe sous forme de biofilm. Ces biomédias possèdent une densité proche de celle de l'eau (de 0,95 à 1,05 kg/m<sup>3</sup>) (Ødegaard *et al.*, 2000; Rusten *et al.*, 1995), ce qui leur permet d'être mis en suspension dans l'ensemble du volume liquide du réacteur soit par agitation

mécanique, soit par aération. Les biomédias vont se distinguer par leur forme, leur dimension, leur faculté à être traversés par l'eau et leur surface. Sur ce dernier point, on différencie par ordre décroissant :

- § La surface totale qui représente la surface interne et externe du biomédia
- § La surface spécifique qui représente la surface interne du biomédia. Cette surface est supposée être colonisable par la biomasse, car protégée de l'érosion causée par les collisions entre biomédias (notée  $S_{spé}$ )
- § La surface spécifique effective qui représente la surface spécifique par  $m^3$  de biomédias ordonnés de manière optimale. Cette surface est employée par les constructeurs pour calculer les charges surfaciques en  $g/m^2$  interne .j (notée  $S_{eff}$ )

Selon leur forme et leur dimension, la mise en suspension des biomédias par aération ou brassage mécanique est plus ou moins aisée. Ainsi, est défini un taux de remplissage maximum, qui correspond à la quantité maximale de biomédias (exprimé en pourcentage du volume du réacteur) dont on peut remplir un réacteur afin d'assurer la fluidisation totale du biomédia. Le Tableau 1 rassemble les dimensions, les surfaces spécifiques effectives et le taux de remplissage maximum en station (quand non précisé) et en pilote (quand précisé) d'un certain nombre de biomédias. L'Annexe 1 rassemble les photos de chacun de ces biomédias.

**Tableau 1 : Caractéristiques de différents biomédias (Bjornberg *et al.*, 2009; Levstek *et al.*, 2010; McQuarrie and Boltz, 2011; Sena, 2011)**

| Nom                            | Forme                  | Dimensions<br>(Hauteur, diamètre)                 | Surface spécifique<br>effective<br>(m <sup>2</sup> interne/m <sup>3</sup> ordonné) | Taux maximum<br>de remplissage<br>(%) |
|--------------------------------|------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
| AnoxKaldnes K1                 | Cylindre avec<br>croix | 7 mm, 10 mm                                       | 500                                                                                | 67                                    |
| AnoxKaldnes K3                 | Cylindre avec<br>croix | 12 mm, 25 mm                                      | 500                                                                                | 67                                    |
| AnoxKaldnes<br>BiofilmChip (M) | Disque                 | 2 mm, 48 mm                                       | 1200                                                                               | 60                                    |
| AnoxKaldnes<br>BiofilmChip (P) | Disque                 | 3 mm, 45 mm                                       | 900                                                                                | 60                                    |
| AnoxKaldnes<br>Natrix C2       | Cône tronqué           | 30 mm, 36 mm                                      | 220                                                                                | 65                                    |
| AnoxKaldnes<br>Natrix M2       | Cône tronqué           | 50 mm, 64 mm                                      | 200                                                                                | 65                                    |
| Meteor<br>IFAS/MBBR            | Cylindre avec<br>croix | n.d., 22 mm                                       | n.d.                                                                               | n.d.                                  |
| ActiveCell 450                 | Cylindre               | 15 mm, 22 mm                                      | 402                                                                                | n.d.                                  |
| ActiveCell 515                 | Cylindre               | 15 mm, 22 mm                                      | 485                                                                                | n.d.                                  |
| ActiveCell 920                 | Cube                   | 15×15×10 mm<br>(long., larg., haut.)              | 680                                                                                | n.d.                                  |
| ABC4                           | Cylindre               | 14 mm, 14 mm                                      | 600                                                                                | n.d.                                  |
| ABC5                           | Cylindre               | 12 mm, 12 mm                                      | 650                                                                                | n.d.                                  |
| Bioportz                       | Cylindre avec<br>croix | 14 mm, 18 mm                                      | 577                                                                                | n.d.                                  |
| CM-10D                         | Cylindre               | 9 mm, 13 mm                                       | 750                                                                                | n.d.                                  |
| BWT15                          | Cube                   | 15×15×5 mm <sup>3</sup><br>(long., larg., haut.)  | 828                                                                                | n.d.                                  |
| BWTX                           | Cube                   | 15×15×10 mm <sup>3</sup><br>(long., larg., haut.) | 640                                                                                | n.d.                                  |
| Flocor RMP-HSP                 | Cylindre avec<br>croix | 15 mm, 21 mm                                      | 277                                                                                | n.d.                                  |
| Flocor RMP                     | Cylindre               | 15 mm, 10 mm                                      | 160                                                                                | 70                                    |
| Anox                           | Cylindre               | n.d.                                              | 190                                                                                | n.d.                                  |
| Natrix O                       | Cylindre               | n.d.                                              | 300                                                                                | n.d.                                  |
| BMJ40                          | Cube                   | 3 mm, 39 mm                                       | 1700                                                                               | 35 <sup>1</sup>                       |
| BMX2                           | Cylindre avec<br>croix | 7 mm, 5 mm                                        | 1200                                                                               | 67 <sup>1</sup>                       |
| BMX1                           | Cylindre avec<br>croix | 7 mm, 10 mm                                       | 500                                                                                | 67 <sup>1</sup>                       |
| PVA-gel                        | Sphère                 | 4 mm                                              | 1000 selon constructeur<br>2500 selon Levstek <i>et al.</i>                        | 15                                    |

<sup>1</sup>Mesure en pilote

Pour les biomédias BMJ40, BMX2 et BMX1, les taux maximum de remplissage ont été mesurés pendant cette étude sur un pilote R3F, dans des réacteurs de dimensions 89 cm (largeur) × 98 cm (longueur) × 150 cm (hauteur). Ainsi, les effets de paroi élevés induits par les dimensions des réacteurs sous-estiment le taux maximum de remplissage sur une unité à taille réelle.

### I.1.2. Configuration du procédé

Ce procédé peut être utilisé soit pour le traitement des eaux résiduaires urbaines (Andreottola *et al.*, 2003), soit pour le traitement des eaux usées industrielles, caractérisées par de fortes charges en matière organique (Rusten *et al.*, 1999; Shin *et al.*, 2006). Dimensionné à l'origine pour le traitement de l'azote, il est tout aussi bien approprié pour le traitement du carbone et du phosphore par traitement chimique.

#### I.1.2.1. Le MBBR en traitement du carbone

Une étape de décantation primaire est souvent envisagée comme prétraitement afin d'améliorer le comportement de la filière face aux variations de charges, de minimiser les compétitions des biomasses spécifiques, d'éviter le colmatage des grilles en sortie et d'augmenter la flexibilité du procédé (insertion d'une pré-coagulation par exemple).

À la Figure 1 sont représentées les différentes configurations pour le traitement du carbone.

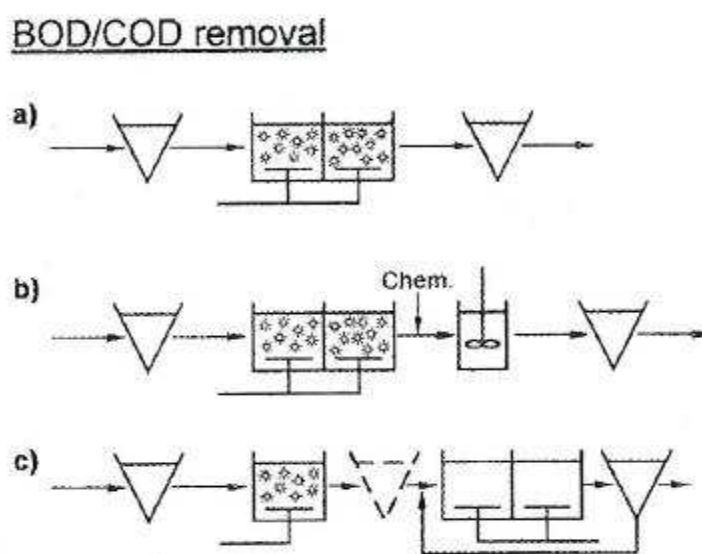


Figure 1 : Les différentes configurations en traitement du carbone (Ødegaard *et al.*, 1999)

En 2<sup>ème</sup> étage de traitement et après une décantation, deux réacteurs en série permettent le traitement du carbone pour de faibles charges volumiques ( $< 5 \text{ kgDBO}_5/\text{m}^3 \text{ réacteur.j}$ ). Un clarificateur en aval permet de piéger les boues produites (Figure 1a).

En Norvège, où le traitement du phosphore est souvent exigé, le cas décrit à la Figure 1b est plus souvent répandu. Toujours en 2<sup>ème</sup> étage de traitement et après une décantation, le traitement du carbone est combiné avec le traitement du phosphore. L'emploi de produits chimiques se fait entre les réacteurs MBBR et l'étape de décantation et assure ainsi une séparation importante de la biomasse produite dans l'effluent traité.

Le procédé ayant fait ses preuves à de fortes charges carbonées (Ødegaard *et al.*, 1999), il peut être employé en 1<sup>er</sup> étage, en amont d'une boue activée par exemple (Figure 1c). Une étape de séparation peut être intercalée. L'avantage d'une telle étape est que la production de boue en 1<sup>er</sup> étage (réacteur MBBR) n'influence pas l'âge des boues en 2<sup>ème</sup> étage. L'avantage de ne pas intercaler cette étape, outre le coût, est que les propriétés de sédimentation de la boue activée peuvent être améliorées.

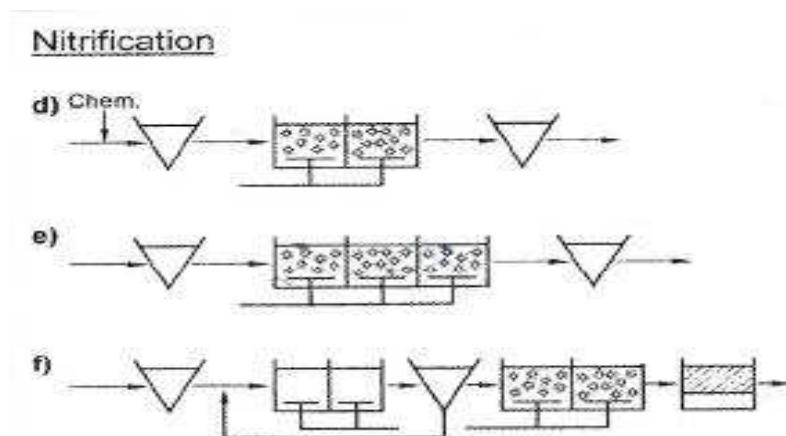
### **I.1.2.2. Le MBBR en nitrification**

Le procédé MBBR peut également être utilisé en traitement de l'azote ammoniacal (Andreottola *et al.*, 2000; Ødegaard *et al.*, 1994; Rusten *et al.*, 1995) avec en 1<sup>er</sup> étage soit une coagulation chimique, soit un traitement biologique du carbone. En effet, la charge organique influence négativement la nitrification (Ødegaard *et al.*, 1999; Rusten *et al.*, 2006) et le traitement de cette charge est donc indispensable pour ne pas pénaliser la nitrification.

Trois configurations différentes sont décrites dans la Figure 2. En Figure 2d est décrit une filière fréquemment utilisée en Scandinavie (Ødegaard *et al.*, 1999), où la coagulation chimique est utilisée en prétraitement, traitant aussi bien les ortho-phosphates que les matières particulaire et colloïdale. Ensuite, la charge en matière organique est essentiellement soluble et est traitée dans le 1<sup>er</sup> réacteur. La nitrification a lieu dans le 2<sup>ème</sup> réacteur. La configuration avec deux réacteurs en série permet d'avoir une biomasse spécialisée, optimisant ainsi les performances du procédé.

En Figure 2e, l'étape de coagulation / floculation est absente. La biomasse hétérotrophe domine le début de la filière (1<sup>er</sup> réacteur et 2<sup>ème</sup> réacteur) où a lieu le traitement de la matière organique carbonée. La biomasse autotrophe domine la fin de la filière (3<sup>ème</sup> réacteur). Le nombre de réacteurs en série dépend du pré-traitement et de la charge.

Enfin, en Figure 2f, les réacteurs sont simplement placés en aval d'une boue activée qui assure le traitement de la matière organique avant la nitrification. Dans le cas d'effluents chargés, la production de boue sur l'étage de nitrification nécessite en aval une étape de séparation avec un filtre (Ødegaard *et al.*, 1999). Cette configuration est souvent employée pour réhabiliter une boue activée.

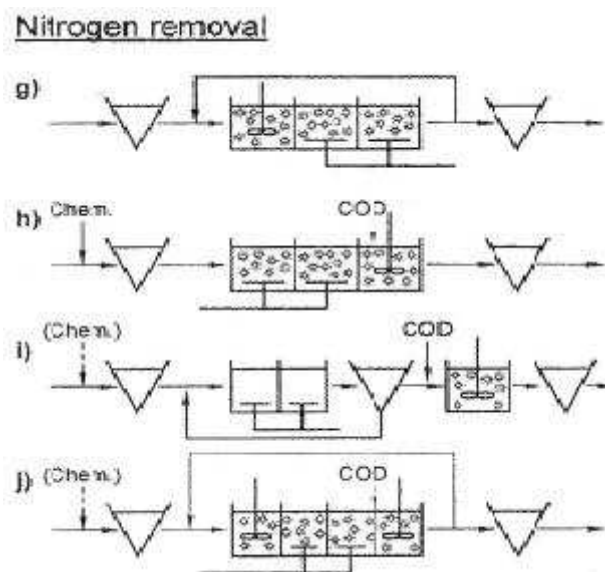


**Figure 2 : Les différentes configurations du MBBR en nitrification (Ødegaard *et al.*, 1999)**

Quelle que soit la configuration, une étape de séparation solide / liquide (décantation ou filtration) est obligatoire en aval afin de séparer la biomasse produite lors de la nitrification de l'effluent traité.

### **I.1.2.3. Le MBBR en dénitrification**

Le traitement de l'azote nitrique par le procédé MBBR peut être envisagé de différentes manières ; par exemple la pré-dénitrification (Figure 3g), la post-dénitrification (Figure 3h et i) ou une combinaison des deux (Figure 3j).



**Figure 3 : Les différentes configurations du MBBR en traitement de l'azote nitrique (Ødegaard et al., 1999)**

Une pré-dénitrification (Figure 3g) correspond à une dénitrification en tête de traitement au sein d'un réacteur en anoxie, brassé mécaniquement. La source de carbone, nécessaire au traitement des nitrates, provient de l'eau d'entrée et une recirculation est prévue en sortie de nitrification pour alimenter en azote nitrique. Lors de la recirculation de l'eau traitée du réacteur nitrifiant, de l'oxygène est fourni au 1<sup>er</sup> réacteur pénalisant ainsi la vitesse de dénitrification.

Dans le mode post-dénitrification (Figure 3h et i), l'étape de dénitrification se fait en fin de traitement, avec apport d'une source de carbone en raison de la faible charge en matière organique carbonée (traitement physico-chimique et biologique pour le carbone en amont). Cet apport représente un coût supplémentaire par rapport au mode pré-dénitrification mais le mode a l'avantage d'induire des vitesses de dénitrification plus importantes et donc des volumes de réacteurs inférieurs (40 - 50%).

Enfin, la configuration décrite à la Figure 3j correspond à une combinaison de la post et pré-dénitrification. Elle permet une meilleure flexibilité de la filière et une optimisation de la dépense en réactif. Lors des périodes où la charge en matière organique est haute, on peut diminuer cette charge organique avec un pré-traitement physico-chimique. Seule la fraction facilement biodégradable de la matière organique traverse cet étage. La faible concentration en matière organique en entrée de la pré-dénitrification signifie que seule une faible charge en

azote nitrique peut être dégradée. Les taux de recirculation appliqués sont donc faibles (30 - 50%) (Ødegaard *et al.*, 1994).

Le système de brassage, pour le procédé MBBR, est à dimensionner de façon spécifique. Les hélices peuvent être placées à la surface, tout en évitant de créer un vortex, avec un angle négatif (15 - 30°). Des puissances allant de 10 à 30 W/m<sup>3</sup>réacteur pour un taux de remplissage de 50% permettent une agitation lente des biomédias. Enfin, les pales, en acier inoxydable, doivent être protégées pour éviter d'endommager les biomédias et les pales elles mêmes (McQuarrie and Boltz, 2011).

### **I.1.2.4. Le MBBR en traitement anaérobie pour effluents concentrés**

Le MBBR peut être employé en milieu anaérobie pour le traitement de lixiviat de déchetterie. Ces effluents sont caractérisés par leurs fortes concentrations en matière carbonée qui empêchent l'utilisation de procédés aérobies (Chen *et al.*, 2008). Le réacteur anaérobie, dans lequel les biomédias sont fluidisés mécaniquement, permet le traitement de la matière carbonée. Une combinaison avec un réacteur aérobie permet le traitement de l'azote ammoniacal. Dans ce cas là, un clarificateur est présent immédiatement en aval du réacteur anaérobie.

Dans le cas d'un réacteur anaérobie en série avec un clarificateur, les charges surfaciques éliminées observées sont de 37,3 gDCO/m<sup>2</sup> interne.j, pour un rendement de 86% (Chen *et al.*, 2008). Combiné avec un réacteur aérobie de type MBBR, la charge surfacique éliminée augmente jusqu'à 40,1 gDCO/m<sup>2</sup> interne.j, pour un rendement de 92%. Le réel gain est observé pour l'azote ammoniacal. Pour des temps de séjour hydraulique supérieurs à 1,25 jour dans le réacteur aérobie, la charge surfacique éliminée totale est de 0,4 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j, pour des rendements supérieurs à 97%. Le réacteur aérobie participe à hauteur de 77% à l'élimination totale de l'azote ammoniacal.

### **I.1.2.5. Le MBBR en traitement d'effluents industriels**

Shore *et al.* (2010) ont étudié le comportement du procédé MBBR en traitement tertiaire de l'ammonium pour des effluents industriels. Cette étude fut réalisée en laboratoire avec des réacteurs de 3,5 L rempli à 50% de BioPortz (577 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>) et pour des temps de séjour hydrauliques de 200 minutes.

Les effluents, alimentant les réacteurs, se caractérisent par leur haute température (35 - 40°C), et par la présence possible d'inhibiteurs chimiques. À une concentration moyenne en oxygène de 4 mgO<sub>2</sub>/L, et à un pH maintenu de 6,7, les performances sur l'azote ammoniacal (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) sont de 98%.

Shin *et al.* (2006) ont étudié le comportement du procédé MBBR en traitement d'une eau usée provenant d'une industrie textile. Le pilote est constitué d'un réacteur anaérobie, de 2 réacteurs aérobies, et d'une étape de coagulation au chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>). Les 3 réacteurs disposent d'un volume de travail de 15 L chacun. Cette configuration permet au sein du réacteur anaérobie d'hydrolyser les composés aromatiques en molécules plus simples. Une étape aérobie est avantageuse en permettant de stabiliser ces molécules.

Ces effluents sont caractérisés par une température élevée (35 - 45°C), un pH extrêmement basique (12,7 - 13,4), et une grande concentration en matières solides suspendues et en substances difficilement biodégradables comme les additifs et les détergents (Alinsafi *et al.*, 2006). Sur l'étage biologique, les réacteurs MBBR dégradent 85% de la DCO. Après coagulation, le rendement monte à 95%.

### I.1.3. Dimensionnement et résultats d'exploitation

#### I.1.3.1. En traitement du carbone

Ødegaard *et al.* (1999) ont proposé des valeurs de dimensionnement à 15°C dans le cas décrit à la Figure 1a. Ces valeurs de dimensionnement (Tableau 2) ont été obtenues avec le biomédia K1 à un taux de remplissage de 67%. Le temps de séjour hydraulique est relativement court, 30 à 90 minutes, selon la charge organique.

**Tableau 2 : Valeurs de dimensionnement en traitement du carbone (Ødegaard *et al.*, 1999)**

|                                          | Rendement<br>escompté (%) | Charge surfacique<br>appliquée (gDBO <sub>5</sub> /m <sup>2</sup><br>interne.j) | Charge volumique<br>appliquée (kgDBO <sub>5</sub> /m <sup>3</sup><br>réacteur.j) |
|------------------------------------------|---------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| O <sub>2</sub> > 3 mgO <sub>2</sub> /L : |                           |                                                                                 |                                                                                  |
| Faible charge                            | 90 - 95                   | 6,5                                                                             | 2,2                                                                              |
| Moyenne charge                           | 85 - 90                   | 13                                                                              | 4,3                                                                              |
| Forte charge                             | 75 - 80                   | 21,5                                                                            | 6,9                                                                              |

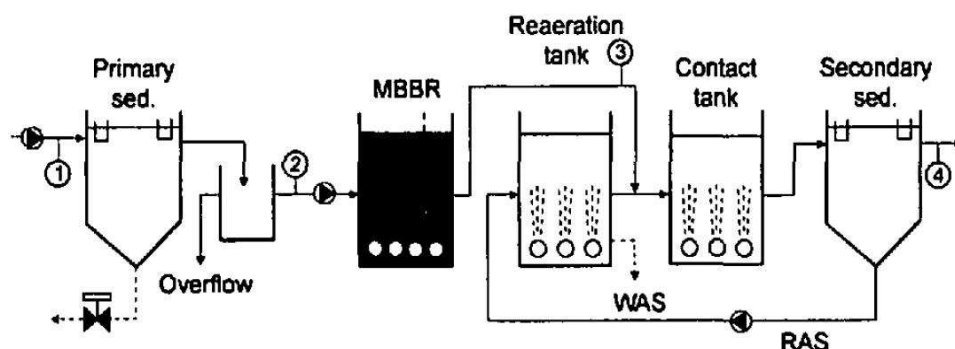
Ødegaard *et al.* (1999) ont étudié le cas de 2 stations d'épuration en Norvège : Steinsholt et Eidsfoss se situant dans le cas d'une faible charge surfacique appliquée. Ces 2 stations combinent le traitement du phosphore après le traitement du carbone (Figure 1b). Les résultats moyennés sur 2 années de traitement sont représentés dans le Tableau 3. La charge surfacique appliquée varie entre 2 et 13 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j. En moyenne, elle est de 2,5 - 4 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j sur la station de Steinsholt et de 1 - 2 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j sur la station d'Eidsfoss. La température varie entre 6 et 15°C.

**Tableau 3 : Résultats des performances de 2 stations norvégiennes en traitement du carbone (Ødegaard *et al.*, 1999)**

|         | Station de Steinsholt - Après une<br>décantation primaire |                                 |                | Station d'Eidsfoss - Après une<br>décantation primaire |                                 |                |
|---------|-----------------------------------------------------------|---------------------------------|----------------|--------------------------------------------------------|---------------------------------|----------------|
|         | Entrée<br>mgDBO <sub>5</sub> /L                           | Sortie<br>mgDBO <sub>5</sub> /L | Rendement<br>% | Entrée<br>mgDBO <sub>5</sub> /L                        | Sortie<br>mgDBO <sub>5</sub> /L | Rendement<br>% |
| Moyenne | 342                                                       | 9                               | 97,4           | 66 <sup>1</sup>                                        | 5 <sup>1</sup>                  | 92,4           |
| Maximum | 1480                                                      | 33                              | 97,7           | 157 <sup>1</sup>                                       | 8 <sup>1</sup>                  | 94,9           |
| Minimum | 103                                                       | 4                               | 96,1           | 281                                                    | 4 <sup>1</sup>                  | 98,6           |

<sup>1</sup>Ces valeurs de DBO<sub>5</sub> sont obtenues sur des échantillons filtrés

Une unité pilote MBBR / SCR (MBBR / Solids Contact Reaeration) en Nouvelle-Zélande fut étudiée par Rusten *et al.* (1998). La Figure 4 représente le synopsis du pilote.



**Figure 4 : Synopsis de l'unité pilote MBBR / SCR (Rusten *et al.*, 1998)**

Initialement dimensionné pour une charge de 15 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j (5 kgDBO<sub>5</sub>/m<sup>3</sup> réacteur.j), les tests sur pilote ont montré que des charges supérieures pouvaient être traitées. Les concentrations en DBO<sub>5</sub> le long de la filière sont illustrées à la Figure 5 selon la charge surfacique appliquée. La concentration en oxygène est maintenue constante à 3 mgO<sub>2</sub>/L.

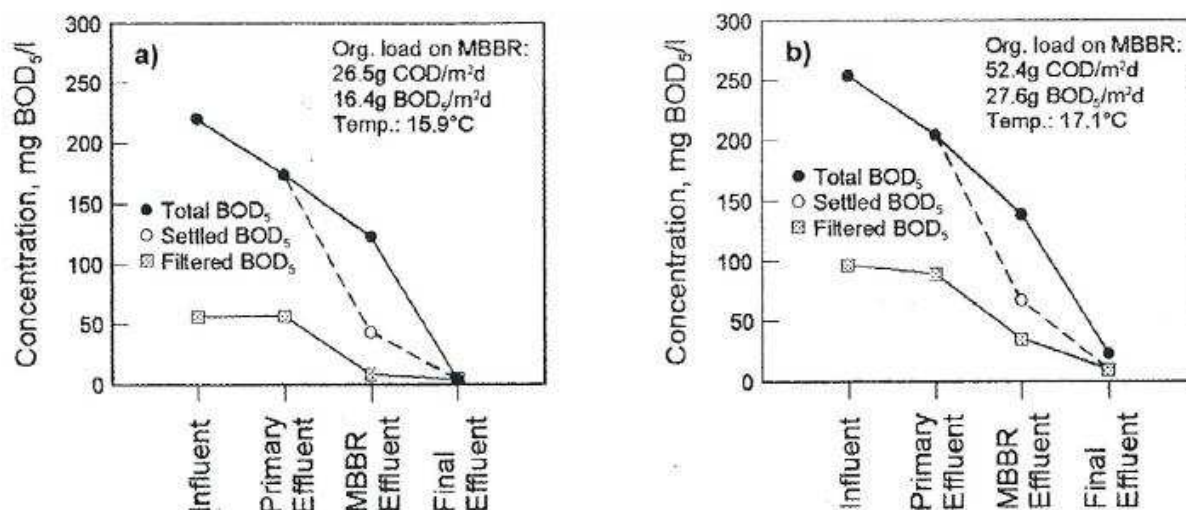


Figure 5 : Performances du point de vue de la DBO<sub>5</sub> du pilote MBBR soumis à (a) une charge surfacique de 16,4 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j et à (b) une charge surfacique de 27,6 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j (Ødegaard *et al.*, 1999)

Calculé entre l'entrée du MBBR et la sortie du SCR, un rendement de 95% sur la DBO<sub>5</sub> a été mesuré pour une charge surfacique appliquée de 16,4 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j. De même, un rendement de 86% a été mesuré pour une charge surfacique appliquée de 27,6 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j (Rusten *et al.*, 1998).

### I.1.3.2. En nitrification

Des valeurs de dimensionnement pour le biomédia K1 et un taux de remplissage de 67% (Tableau 4) ont également été proposés en vue de la nitrification par Ødegaard *et al.* (1999). Celles-ci impliquent que la matière organique ait été traitée sur le 1<sup>er</sup> étage. La concentration en oxygène doit être maintenue à une valeur supérieure à 5 mgO<sub>2</sub>/L.

Tableau 4 : Valeurs de dimensionnement en traitement de l'azote ammoniacal (Ødegaard *et al.*, 1999)

|                                                             | Rendement<br>désiré (%) | Charge surfacique<br>appliquée (gN-<br>NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> / m <sup>2</sup> interne.j) | Charge volumique<br>appliquée (kgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /<br>m <sup>3</sup> réacteur.j) |
|-------------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Faible charge en DBO <sub>5</sub> sur l'étage nitrification |                         |                                                                                                 |                                                                                                 |
| N-NH <sub>4</sub> > 3 mg/L                                  | 90                      | 1                                                                                               | 0,3                                                                                             |
| N-NH <sub>4</sub> < 3 mg/L                                  | 90                      | 0,45                                                                                            | 0,15                                                                                            |

Rusten *et al.* (1995) ont étudié les performances en traitement de l'azote d'un pilote alimenté par des eaux prétraitées. Le pilote a été étudié sous 2 modes. Le mode pré-dénitrification : 3 réacteurs anoxies en série suivis de 3 réacteurs aérobies en série. Une recirculation depuis le 6<sup>ème</sup> réacteur jusqu'au 1<sup>er</sup> permet le traitement de l'azote nitrique dans les réacteurs anoxies.

Le mode post-dénitrification : 3 réacteurs aérobie en série suivis de 2 réacteurs anoxie en série puis 1 réacteur aérobie. Seuls les résultats mesurés dans le premier réacteur aérobie sont rassemblés dans le Tableau 5.

**Tableau 5 : Performances d'un pilote MBBR en nitrification (Rusten *et al.*, 1995)**

|                                                                                       |                                                                                                                                                                                                         |
|---------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <u>Conditions opératoires :</u>                                                       | Volume des réacteurs : 0,6 m <sup>3</sup><br>Taux de remplissage : 60%, K1<br>HRT <sub>1</sub> : 20 min - 1h20, mode Post-DN<br>HRT <sub>2</sub> : 15 min - 1h, mode Pré-DN<br>Températures : 7 - 18 °C |
| <u>Résultats dans le 1<sup>er</sup> des 3 réacteurs aérobies :</u>                    |                                                                                                                                                                                                         |
| Mode Post-DN / Ch <sub>appli</sub> : 6,9 gDCO <sub>f</sub> / m <sup>2</sup> interne.j | 0,33 gN-NH <sub>4</sub> / m <sup>2</sup> interne.j éliminé<br>R > 85%                                                                                                                                   |
| Mode Pré-DN / Ch <sub>appli</sub> : 10,6 gDCO <sub>f</sub> / m <sup>2</sup> interne.j | 0,54 gN-NH <sub>4</sub> / m <sup>2</sup> interne.j éliminé<br>R > 85%                                                                                                                                   |

Les performances en nitrification pour le mode pré-dénitrification sont supérieures à celles du mode post-dénitrification. En effet, dans le premier mode, une part non négligeable de la matière organique est abattue dans les réacteurs anoxiques, augmentant ainsi la vitesse de nitrification (Rusten *et al.*, 1995).

Andreottola *et al.* (2000) ont suivi les performances épuratoires d'un pilote en nitrification. La configuration du pilote correspond à celle décrite à la Figure 2d. Celui-ci consiste en un traitement au chlorure ferrique suivi d'une décantation primaire, de 2 réacteurs aérobies en série et d'un clarificateur de 250 L. Les 2 réacteurs aérobies en série (337 L chacun), développent une surface spécifique effective de 112 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> (biomédia Floccor-rmp). Les temps de séjour hydrauliques fluctuent entre 3,3 et 7h par réacteur biologique et la température entre 5 et 21°C. La Figure 6 compare les performances des deux systèmes en termes de charge surfacique (g N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/ m<sup>2</sup> interne.j) et volumique (kg N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/ m<sup>3</sup> réacteur.j).

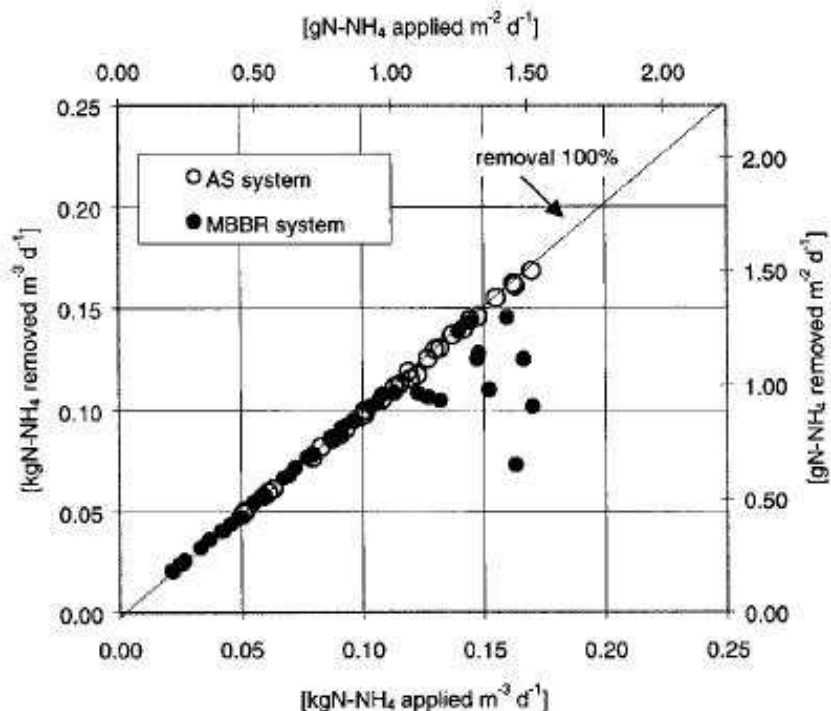


Figure 6 : Charges appliquée (applied) et éliminée (removed) pour le cas d'un MBBR et d'une boue activée (Andreottola *et al.*, 2000)

Les performances du pilote MBBR ont été comparées avec celles d'une boue activée (AS system). Jusqu'à  $0,11 \text{ kgN-NH}_4^+/\text{m}^3 \text{ réacteur.j}$  (soit  $1 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ), les performances sont équivalentes (rendement calculés sur l'ensemble de la filière de 98%). Au delà de cette charge, les performances du système MBBR chutent, en raison de la charge carbonée, trop importante.

### I.1.3.3. En dénitrification

Une base de dimensionnement pour le biomédia K1 et un taux de remplissage de 67% a été proposée par Ødegaard *et al.* (Ødegaard *et al.*, 1999; 1994) en vue du traitement de l'azote nitrique. Les valeurs sont regroupées dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Valeurs de dimensionnement en dénitrification (Ødegaard *et al.*, 1999)

|                                                    | Rendement<br>désiré (%) | Charge surfacique<br>appliquée ( $\text{g}/\text{m}^2$<br>interne.j) | Charge volumique<br>appliquée ( $\text{kg}/\text{m}^3$<br>réacteur.j) |
|----------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| Pré-DN ( $\text{C} / \text{N} > 4$ ) <sup>1</sup>  | 70                      | 0,9                                                                  | 0,3                                                                   |
| Post-DN ( $\text{C} / \text{N} > 3$ ) <sup>1</sup> | 90                      | 2                                                                    | 0,7                                                                   |

<sup>1</sup> $\text{gDBO}_7 / \text{gN-NO}_{3,\text{équi}}$

Pour ces valeurs de dimensionnement, la matière organique consommée par l'azote nitreux et l'oxygène résiduel est déduite du mécanisme de dénitrification. Une correspondance entre le  $\text{N-NO}_2^-$ , l' $\text{O}_2$  et le  $\text{N-NO}_3^-$  est calculée pour le dimensionnement.

Le Tableau 7 rapporte les performances épuratoires de la station de Lillehammer, exploitée, dans un premier temps, en mode post-dénitrification sans pré-coagulation (cas de la Figure 3g) et à sa charge de dimensionnement avec le biomédia K1.

**Tableau 7 : Performances de la station de Lillehammer en mode post-dénitrification sans pré-coagulation (Ødegaard *et al.*, 1999)**

|     | Temps de séjour hydraulique (h) | Azote total entrée (mgN/L) | Azote total sortie (mgN/L) | Rendement (%) | Consommation d'éthanol en équivalent DCO <sup>1</sup> | Température (°C) |
|-----|---------------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------|-------------------------------------------------------|------------------|
| Moy | 3,3                             | 27                         | 6                          | 78            | 3.1                                                   | 13,7             |
| Min | 1,6                             | 16                         | 2,9                        | 82            | 1.2                                                   | 11,6             |
| Max | 4,5                             | 48                         | 12,7                       | 74            | 5.4                                                   | 15,7             |

<sup>1</sup> 1 kgDCO / kgN<sub>à traiter</sub>

Le Tableau 8 rapporte les performances de la même station mais en mode combinaison post / pré-DN (cas de la Figure 3j) et à 60% de sa charge de dimensionnement.

**Tableau 8 : Performances de la station de Lillehammer en mode combinaison post / pré-dénitrification (Ødegaard *et al.*, 1999)**

|     | Temps de séjour hydraulique (h) | Azote inorganique entrée (mgN/L) | Azote inorganique sortie (mgN/L) | Rendement (%) | Fraction de la DN en pré-DN (%) | Température (°C) |
|-----|---------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------|---------------------------------|------------------|
| Moy | 3,3                             | 17,2                             | 3,1                              | 92,0          | 16                              | 6.3              |
| Min | 1,6                             | 16,1                             | 2,2                              | 74.5          | 15                              | 6.0              |
| Max | 4,5                             | 17,7                             | 4,1                              | 87,6          | 17                              | 6.5              |

#### I.1.3.4. Besoins en oxygène

Les besoins en oxygène de la filière doivent comprendre le traitement de la matière organique ( $\text{DJO}_{\text{MO}}$ ), la nitrification ( $\text{DJO}_{\text{nitr}}$ ), la respiration endogène de la biomasse ( $\text{DJO}_{\text{resp}}$ ) et l'apport rétrocedé par la dénitrification dans le cas d'un tel traitement ( $\text{AO}_{\text{dénit}}$ ). Ainsi, les besoins journaliers en oxygène de la filière sont déterminés de la façon suivante :

$$\text{DJO}(\text{kgO}_2 / \text{j}) = \text{DJO}_{\text{MO}} + \text{DJO}_{\text{nitr}} + \text{DJO}_{\text{resp}} - \text{AO}_{\text{dénit}} \quad \text{Équation 1}$$

Enfin, le débit journalier d'air ( $Q_{air}$ ) à apporter au réacteur pour satisfaire aux besoins journaliers en oxygène se calcule de la manière suivante :

$$Q_{air} (Nm^3 / j) = \frac{DJO}{R_{diffuseur} (m^{-1}) \times \rho_{O_2} (kgO_2 / Nm^3 d'air) \times h_{eau} (m)} \quad \text{Équation 2}$$

Avec  $R_{diffuseurs}$  le rendement des diffuseurs, habituellement pris égal à 0,05,  $\tilde{n}_{O_2}$  la masse volumique de l'oxygène dans l'air et  $h_{eau}$  la hauteur de l'eau au-dessus des diffuseurs.

#### I.1.3.5. La production de boue

Andreottola *et al.* (2003) ont rapporté une valeur de 0,36 kgMeS / kgDCO<sub>éliminée</sub> pour une installation composée de deux réacteurs en série (configuration de la Figure 1a). Des mesures ont été réalisées par l'Irstea sur l'étage biologique (2 réacteurs en série) des stations de montagne de Vars, et de Saint-Jean d'Arves (configuration de la Figure 1a). Les résultats sont respectivement de 0,34 et 0,31 kgMeS / kgDCO<sub>éliminée</sub>.

Les mêmes résultats sont observés pour des installations en mode post-dénitrification. Une revue bibliographique a permis de rapporter des valeurs de 0,3 gMeS / gDCO<sub>éliminée</sub> ou 0,2 gMVS / gDCO<sub>éliminée</sub> (McQuarrie and Boltz, 2011; Rusten *et al.*, 1994) mesurées en laboratoire ou sur station réelle.

La production de boue pour les boues activées est de l'ordre de 0,26 - 0,34 gMeS / gDCO<sub>éliminé</sub> (ratio DCO / DBO<sub>5</sub> = 2,5) selon que l'installation est équipée d'un prétraitement ou pas (Choubert, 2002).

La production de boue relevée par Vigne *et al.* (2007) pour des biofiltres en nitrification tertiaire est de l'ordre de 0,5 gMeS / gDCO<sub>éliminée</sub>.

### I.1.4. Principe de l'élimination de l'azote ammoniacal

#### I.1.4.1. La nitrification

La nitrification est une réaction d'oxydation réalisée par les bactéries autotrophes et transformant l'azote ammoniacal en ions nitrate. C'est une réaction en 2 étapes. La nitritation,

réalisée par les bactéries du genre *Nitrosomonas*, transforme l'azote ammoniacal en ions nitrite :



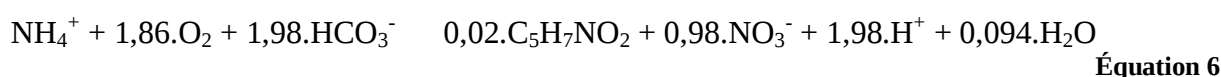
La nitratation, réalisée par les bactéries du genre *Nitrobacter*, transforme les ions nitrite en ions nitrate.



Les bactéries du genre *Nitrosomonas* se développant moins rapidement que les bactéries du genre *Nitrobacter*, la nitrification est l'étape limitante. En théorie donc, les ions nitrite ne s'accumulent pas lors de la nitrification. L'équation stœchiométrique de l'oxydation de l'azote ammoniacal en ions nitrate peut s'écrire de la façon suivante :



Cette équation, simplifiée, permet de déterminer la demande en oxygène théorique pour l'oxydation de l'azote ammoniacal en nitrate (4,57 gO<sub>2</sub> / gN<sub>nitrifié</sub>). Toutefois, cette équation de la nitrification ne prend pas en compte la synthèse bactérienne. En considérant la formule chimique C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub> comme de la biomasse vivante, l'équation globale de la nitrification devient :

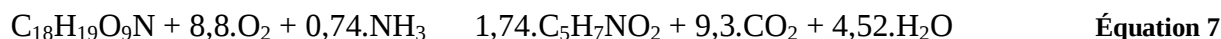


Les bactéries autotrophes tirent leur énergie des carbonates (HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>) et de l'azote ammoniacal (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>). De cette équation, on en déduit la nouvelle demande en oxygène (4,33 gO<sub>2</sub> / gN<sub>nitrifié</sub>). Le rendement cellulaire de cette réaction est Y<sub>A</sub> = 0,24 gDCO<sub>biomasse produite</sub> / gN<sub>nitrifié</sub>. La nitrification est une réaction ayant donc un fort rendement énergétique (1 - Y<sub>A</sub>).

#### I.1.4.2. L'assimilation

L'assimilation est une réaction biologique réalisée par les bactéries hétérotrophes et utilisant l'azote ammoniacal, comme source de nutriments, pour la synthèse bactérienne. On considère que l'azote éliminé par assimilation représente 5% de la DBO<sub>5</sub> éliminée. Le rendement de la

réaction d'assimilation est plus élevée que celui de la nitrification ( $Y_H = 0,67 \text{ gDCO}_{\text{biomasse}} \text{ produite} / \text{gDCO}_{\text{éliminée}}$ ). Environ 15 à 25% du flux journalier est assimilé par les bactéries hétérotrophes s'il y a nitrification. La réaction d'assimilation s'écrit :



### I.1.5. Paramètres influençant la vitesse de nitrification

La vitesse de nitrification est définie comme étant la masse d'azote ammoniacal transformée en azote nitrique par unité de volume et de temps.

#### I.1.5.1. La température

De manière générale, la température influence les cinétiques de toutes les réactions biochimiques, dont la nitrification (Antoniou *et al.*, 1990; Zhu and Chen, 2002). Salvetti *et al.* (2006) ont étendu l'étude de Pöpel et Fischer (1998) sur la dépendance de la nitrification à la température en boues activées aux procédés à biofilm, type MBBR. Ainsi, l'influence de la température sur la vitesse de nitrification peut être modélisée par la loi d'Arrhénius :

$$\text{NPR}(T_2) = \text{NPR}(T_1) \times \theta^{T_2 - T_1} \quad \text{Équation 8}$$

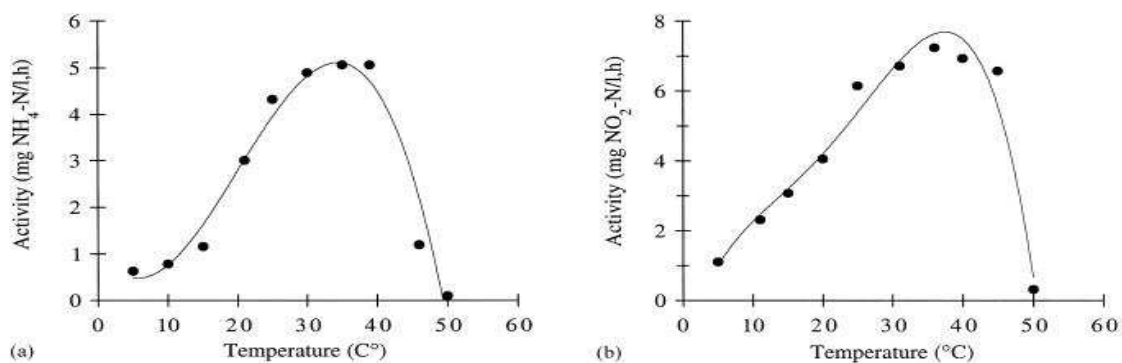
Avec NPR la vitesse de nitrification ( $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ) et  $\theta$  le coefficient de température intrinsèque (-), c'est-à-dire, directement lié à la cinétique de la réaction chimique. Salvetti *et al.* (2006) proposent des valeurs de  $\theta$  en nitrification tertiaire comprises entre 1,086 et 1,109 sous condition limitante en ammonium et entre 1,023 et 1,081 sous condition limitante en oxygène.

Cependant, lors d'une baisse de température, plusieurs paramètres sont affectés : le niveau de saturation de l'oxygène dans l'eau augmente, le taux de croissance net autotrophe diminue, la diffusion dans le biofilm diminue (Bjornberg *et al.*, 2009), et tous ces changements affectent à leur tour la vitesse de nitrification. Ainsi, on différencie  $\theta_a$ , le coefficient de température apparent lié à l'effet d'une évolution de température sur le processus global de nitrification, et  $\theta$ , le coefficient de température intrinsèque lié à la cinétique de la réaction. Enfin, à concentration en oxygène dissous constante, Salvetti *et al.* (2006) ont observé l'égalité entre les deux coefficients de température. Ceci semble dire que la différence entre  $\theta_a$  et  $\theta$  est seulement due à la variation de la concentration en oxygène dissous engendrée par  $\theta_a$  un

changement de température. Comparés à l'oxygène, les autres phénomènes impactés par la variation de température ont une influence négligeable sur la vitesse de nitrification.

Des études menées sur l'influence de la température sur la nitrification et pour des procédés à biofilm (Pöpel and Fischer, 1998; Salvetti *et al.*, 2006; Zhu and Chen, 2002) ont toutes conclu à une diminution de l'impact de la température par rapport à celui prévu par la loi d'Arrhénius. En effet, lors d'une diminution de la température, la constante de saturation de l'oxygène augmente. Ainsi, selon les valeurs de  $\theta$  proposées par Salvetti *et al.* (2006), le rapport  $r_{20^\circ\text{C}} / r_{10^\circ\text{C}}$  est dans les gammes [2,28 - 2,81] et [1,26 - 2,18] en conditions limitantes en ammonium et en oxygène respectivement. Alors que si on s'intéresse à l'effet global de la température sur le processus de nitrification ( $\dot{e}_a$ ), les ratios valent 1,75 et 1,12 en conditions limitantes en ammonium et en oxygène respectivement.

L'optimum de l'activité des bactéries de type *Nitrosomonas* a été observé à 35°C et à 38°C pour les bactéries de types *Nitrobacter* (Grunditz and Dalhammar, 2001) comme illustré à la Figure 7. À 45°C, les bactéries semblent inhibées et l'activité nitrifiante chute de 85% (Shore *et al.*, 2010).

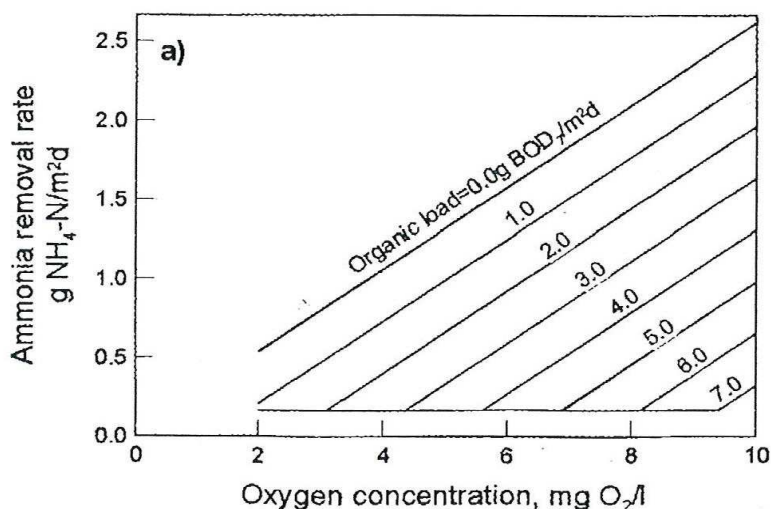


**Figure 7 : Effet de la température sur l'activité de *Nitrosomonas* (a) et *Nitrobacter* (b) (Grunditz and Dalhammar, 2001)**

#### I.1.5.2. La charge en matière organique

Les effets de la charge en matière organique sur la vitesse de nitrification ont également été étudiés sur des pilotes MBBR (Hem *et al.*, 1994). Il en résulte que la présence d'une charge en matière organique permet le développement d'une biomasse hétérotrophe qui entre en compétition avec la biomasse autotrophe pour l'oxygène dissous et l'azote ammoniacal. C'est

ainsi que l'augmentation de la charge en matière organique diminue la vitesse de nitrification, comme illustré en Figure 8.



**Figure 8 : Influence de la matière organique (g DBO<sub>7</sub>/m<sup>2</sup>interne.j) et de l'oxygène dissous sur la vitesse de nitrification. Cas du biomédia K1 (Hem *et al.*, 1994)**

### I.1.5.3. La concentration en oxygène

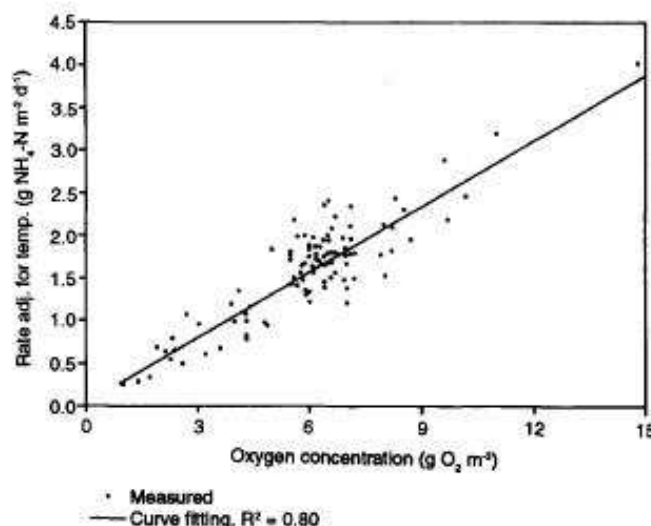
La nitrification ayant lieu en milieu aérobie, l'oxygène est naturellement un paramètre influençant la vitesse de nitrification. La Figure 8 illustre, pour une gamme de concentrations en oxygène comprise entre 2 et 10 mgO<sub>2</sub>/L, la vitesse de nitrification pour chaque palier de charge surfacique en DBO<sub>7</sub>. Pastorelli *et al.* (1997) rapportent une valeur de 2,1 mgO<sub>2</sub>/L comme seuil minimal en-deçà duquel la nitrification est fortement pénalisée (< 0,25 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L).

Hem *et al.* (1994) définissent le ratio O<sub>2</sub> / N-NH<sub>4</sub> (en mgO<sub>2</sub> / mgN-NH<sub>4</sub>) afin de déterminer si l'oxygène ou l'ammonium est limitant pour la nitrification. Ainsi pour des valeurs de ratio inférieures à 2 mgO<sub>2</sub> / mgN-NH<sub>4</sub>, l'oxygène est limitant. En effet, ils observent que dans ces conditions et à température fixe, la cinétique de la réaction de nitrification est d'ordre 1 et peut être modélisée par la formule suivante :

$$NPR = 0,28 \times So$$

Équation 9

Avec NPR, la vitesse de nitrification ( $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ) et  $\text{So}$ , la concentration en oxygène ( $\text{gO}_2/\text{m}^3$ ). La Figure 9 illustre la linéarité entre la vitesse de nitrification et la concentration en oxygène lorsque l'oxygène est limitant ( $< 2 \text{ mgO}_2 / \text{mgN-NH}_4^+$ ).



**Figure 9 : Influence de la concentration en oxygène sur la vitesse de nitrification en condition limitante en oxygène à 15°C (Hem *et al.*, 1994)**

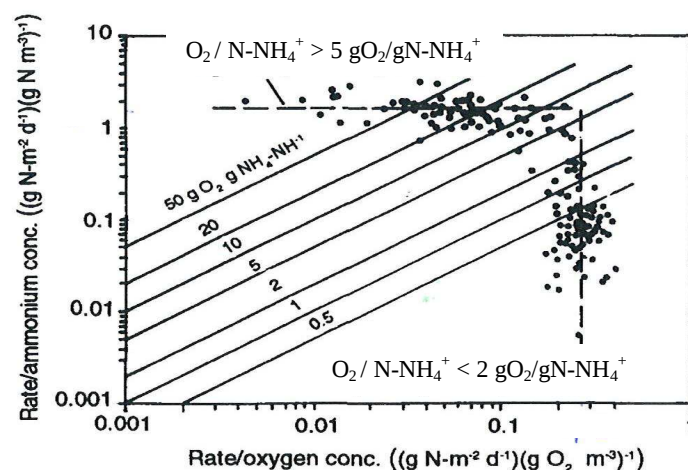
Des concentrations en oxygène dissous de l'ordre de 6  $\text{mgO}_2/\text{L}$  sont généralement préconisées pour une bonne nitrification. L'avantage pour les constructeurs est qu'en condition limitante en oxygène, la vitesse de nitrification est entièrement contrôlée par l'oxygène, poste maîtrisé par le constructeur lui-même.

#### I.1.5.4. La concentration en azote ammoniacal

Avec l'oxygène dissous, l'ammonium est le second paramètre principal influençant la vitesse de nitrification. Pour des valeurs de ratio  $\text{O}_2/\text{N-NH}_4^+$  supérieures à 5  $\text{mgO}_2 / \text{mgN-NH}_4^+$ , l'ammonium est limitant sans influence de l'oxygène et induit une cinétique de nitrification d'ordre 0,7 sur la concentration en ammonium (Hem *et al.*, 1994) :

$$\text{NPR} = 1,1 \times \text{N} - \text{NH}_4^{0,7} \quad \text{Équation 10}$$

Avec NPR, la vitesse de nitrification ( $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ) et  $\text{N-NH}_4^+$ , la concentration en azote ammoniacal ( $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^3$ ). La Figure 10 illustre la relation liant la vitesse de nitrification à l'oxygène en condition limitante en oxygène (ratio  $\text{O}_2 / \text{N-NH}_4^+ < 2$ ), et à l'ammonium en condition limitante en ammonium (ratio  $\text{O}_2 / \text{N-NH}_4^+ > 5$ ).



**Figure 10 : Rapport de la vitesse de nitrification sur la concentration du paramètre limitant (oxygène ou ammonium) suivant le ratio  $O_2/N-NH_4^+$  (Hem *et al.*, 1994)**

La gamme allant de 1 à 50 mg  $N-NH_4^+/L$  a été étudiée pour l'établissement de cette formule empirique.

Selon la concentration en oxygène, la transition entre l'oxygène et l'ammonium comme paramètre limitant diffère. Ainsi, pour des concentrations en oxygène de l'ordre de 9 - 10  $mgO_2/L$ , la transition s'effectue à une valeur du ratio égal à 2,7  $gO_2/gN-NH_4^+$  (Williamson and McCarty, 1976) et pour des concentrations en oxygène de l'ordre de 6  $mgO_2/L$ , la transition s'effectue à 3,2  $gO_2/gN-NH_4^+$  (Hem *et al.*, 1994).

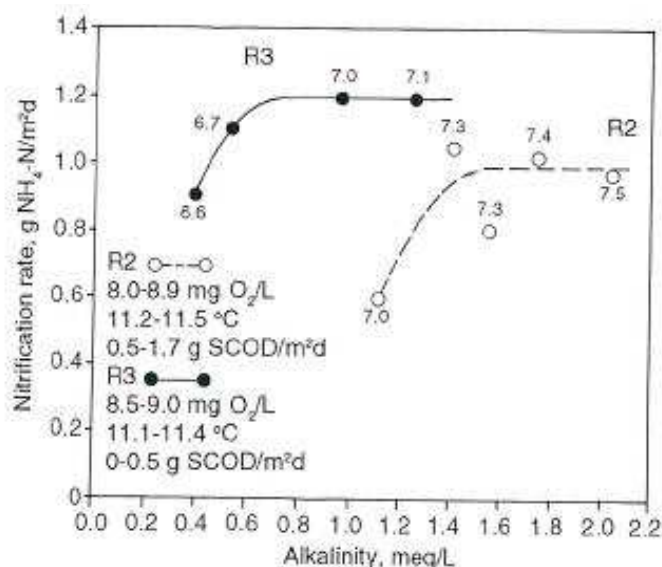
#### 1.1.5.5. Le pH

En libérant des ions  $H^+$  (Équation 6), la nitrification acidifie naturellement le milieu (liquide ou biofilm) en abaissant le pH. Le pH optimum de nitrification est compris entre 7,2 et 8,2 (Antoniou *et al.*, 1990; Boller *et al.*, 1994; Villaverde *et al.*, 1997). En dehors de cette gamme, la nitrification est fortement inhibée.

En effet, pour un pH supérieur à 9, l'espèce prédominante du couple  $NH_4^+/NH_3^+$  est l'ammoniac ( $NH_3^+$ ), toxique pour les bactéries du genre *Nitrosomonas* et *Nitrobacter*. Pour un pH inférieur à 7, l'espèce prédominante du couple  $HNO_2/NO_2^-$  est l'acide nitreux ( $HNO_2$ ), également toxique.

### I.1.5.6. L'alcalinité

Des tests sur pilote ont été réalisés pour estimer l'influence de l'alcalinité sur la vitesse de nitrification (Rusten *et al.*, 1995). Les résultats sont illustrés à la Figure 11.



**Figure 11 : Influence de l'alcalinité sur la vitesse de nitrification (Rusten *et al.*, 1995)**

On s'aperçoit que pour des valeurs d'alcalinité supérieures à 1,5 meq/l, la vitesse de nitrification n'est plus affectée par ce paramètre. L'ajout de chaux ou d'hydroxyde de sodium (NaOH) déplace l'équilibre en augmentant l'alcalinité. Cet ajout est parfois envisagé pour ne pas réduire la vitesse de nitrification (Rusten *et al.*, 2000).

### I.1.5.7. La taille et la forme des biomédias

Dans la littérature, peu de travaux ont été réalisés pour évaluer l'influence du type de biomédia sur la nitrification. Une étude cependant a testé deux types de biomédia : le K1 (surface spécifique effective : 500 m<sup>2</sup> interne/m<sup>3</sup> ordonné) de forme cylindrique, et le PVA (surface spécifique effective : 1000 m<sup>2</sup> interne /m<sup>3</sup> ordonné) de forme sphérique (Levstek and Plazl, 2009). Leurs performances ont été étudiées en laboratoire à 20 °C, avec un taux de remplissage de 37% pour le K1, et de 9,6% pour le PVA. Le pH a été maintenu à 7,5 ± 0,1 et l'oxygène à 8,0 ± 0,5. L'effluent synthétique présente une concentration moyenne de 90 mgN-NH<sub>4</sub>/L et 12,5 mgDCO<sub>totale</sub>/L. Les temps de séjour hydraulique sont supérieurs à 3h selon la charge appliquée.

Dans ces conditions, les performances en nitrification du K1 et du PVA sont de 26,9 et 32 mgN-NH<sub>4</sub>/L.j respectivement. Afin de comparer les performances de ces biomédias, celles-ci ont été estimées au taux de remplissage recommandés (37% pour le K1, et 15% pour le PVA). À leurs taux maximums, les performances sont de 49 et 50 mgN-NH<sub>4</sub>/L.j respectivement. La surface effective utile du PVA étant été nouvellement estimée (2500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>), les performances sont de 3,1 et 3,5 gN-NH<sub>4</sub>/m<sup>2</sup>.j respectivement.

Pour ces deux biomédias de forme cylindrique et sphérique, aux taux de remplissage maximums, il apparaîtrait donc que la forme du biomédia n'a pas grande influence sur la vitesse de nitrification.

### **I.1.5.8. Le temps de séjour hydraulique**

Le HRT a une influence sur le traitement de la matière organique à partir de HRT > 2 - 3 heures (Ødegaard *et al.*, 2000). En effet, au delà de ce seuil, l'hydrolyse des matières organiques lentement biodégradables en matières solubles a lieu. La quantification de ce phénomène reste difficile, et n'est pas abordé dans la bibliographie. Toutefois, Nogueira *et al.* (2002) ont rapporté que la nitrification et le traitement de la matière organique combinés dans un réacteur pourraient se faire à des HRT courts et que l'allongement de ce HRT est néfaste pour le traitement. Les longs temps de séjour tendraient à la formation d'une couche de bactéries hétérotrophes épaisse sur la surface du biomédia qui limite la diffusion de l'oxygène vers les couches nitrifiantes plus profondes.

### **I.1.6. Avantages et désavantages pressentis du procédé**

Les avantages listés par les constructeurs sont nombreux et feront l'objet d'une évaluation pour certains d'entre eux :

- § Compacité
- § Absence de lavage (biofiltres) et de recirculation des boues (boues activées)
- § Forte adaptabilité aux variations de charges
- § Pas de perte de charge liée à la filtration

Les points faibles de ce procédé sont surtout d'ordre économique avec le coût d'investissement : 0,8 - 1€ par  $\text{m}^2/\text{m}^3$ , hors transport et mise en œuvre. Ainsi, pour un biomédia d'une surface spécifique effective de  $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$ , le coût revient à 500 € le  $\text{m}^3$ . À ceci, il faut rajouter le coût énergétique en raison de la fluidisation des biomédias par insufflation d'air. Des points faibles techniques également peuvent être pointés : colmatage possible des grilles par les biomédias et maîtrise partielle de l'épaisseur du biofilm, paramètre majeur pour la diffusion à travers le biofilm.

Après la revue bibliographique portant sur le procédé MBBR / R3F, une revue bibliographique sur les modules de biofilm, intégré dans les modèles MBBR, est détaillée dans la partie suivante, afin de choisir le modèle le plus adapté aux objectifs de modélisation de cette thèse.

## I.2. LES MODÈLES DE BIOFILM

---

### I.2.1. Historique

Les modèles mathématiques sont devenus des outils utiles et répandus dans le domaine de l'assainissement pour la compréhension des processus et l'optimisation des filières de traitement des eaux usées. La famille des modèles ASM (Henze *et al.*, 2000b) pour les filières boues activées en est un parfait exemple.

Élaborer et utiliser un modèle nécessite 6 étapes (Eberl *et al.*, 2006) :

- § L'identification des variables et mécanismes agissant au sein du système de traitement
- § La représentation des mécanismes par des expressions mathématiques
- § L'association des expressions mathématiques en systèmes d'équations
- § L'estimation des valeurs des paramètres impliqués dans les expressions mathématiques
- § La résolution des équations au moyen de techniques adaptées à leur complexité
- § La solution du modèle renseigne sur les propriétés du système au travers des variables

Suivant le degré de complexité, tous les modèles ne prennent pas en compte les mêmes variables, ni les mêmes mécanismes. Depuis plus de 30 ans que la recherche étudie les biofilms, les modèles ont gagné en complexité afin de simuler toujours plus de variables et toujours plus de mécanismes.

Au début des années 1970, les modèles représentent relativement simplement les systèmes de biofilm en 3 phases (liquide, biofilm, biomédia) avec une structure homogène et plane. De

plus, il est supposé que l'hydraulique est parfaite et la phase liquide complètement mélangée. Ces modèles sont développés afin de lier le flux de substrat à travers le biofilm et la consommation du substrat au sein du biofilm. Ainsi, le phénomène important de gradient de concentration du substrat est décrit. La prise en compte par cette première génération de modèle d'un seul substrat et d'un seul type de biomasse constitue une seconde simplification du système. Les équations décrivant les processus sont simples et ne nécessitent pas l'emploi de l'informatique pour leur résolution (modèles analytiques).

Au début des années 1980, les modèles mathématiques continuent de représenter les systèmes de biofilm avec une structure géométrique plane à une dimension. Cependant, cette nouvelle génération de modèles commence à inclure différents types de microorganismes avec une distribution hétérogène au sein du biofilm. Ainsi, on peut obtenir les profils spatiaux des différents types de biomasse et substrats considérés. Parallèlement, les équations décrivant les processus agissant au sein du système de biofilm deviennent plus complexes et leur résolution nécessitent des techniques numériques (modèles numériques 1D). C'est également au début des années 80 que les modèles de biofilm deviennent dynamiques, au moment de l'apparition d'algorithmes de résolution d'équations complexes (Williamson and McCarty, 1976).

Depuis le début des années 1990, grâce aux nouvelles découvertes expérimentales et à une puissance accrue des systèmes informatiques, les modèles ont évolué pour décrire les systèmes de biofilm 2, 3D. Cette troisième génération de modèles nécessite des temps de calcul importants et une bonne expérience de la modélisation. À cause de la complexité inhérente à l'utilisation de ces modèles, ils ne sont pas utilisés en ingénierie et restent un outil pour la recherche.

Une large gamme de modèles de biofilm existe et il devient difficile pour un chercheur ou un ingénieur de faire le choix d'un modèle. C'est dans cette optique qu'un groupe de travail (IWA Task Group on Biofilm Modelling) a été créé en 1998. Les objectifs de ce groupe de travail sont de procéder à une analyse comparative des différentes approches de modélisation et de fournir aux chercheurs et aux ingénieurs un guide pour choisir un modèle selon leurs besoins. Pour ce faire, trois « benchmarks problems » ont été appliqués aux différents modèles afin de comparer les résultats de leur simulation. Les simulations qui en découlent ont permis d'identifier les avantages, les inconvénients et les limites des modèles comparés en fonction des objectifs fixés. On distingue plusieurs types de modèles de biofilm :

- § Les modèles analytiques : le flux de substrat dissous à travers le biofilm peut être calculé à la main. Ils sont à une dimension, statique et ne considère qu'une espèce bactérienne et un seul type de substrat. Les hypothèses simplificatrices sont alors nombreuses et restrictives (Pérez *et al.*, 2005)
- § Les modèles numériques 1D : toutes les quantités sont moyennées sur des plans parallèles au biomédia. Les quantités ne dépendent donc que d'une seule variable spatiale (1D) et varient dans le temps (dynamique). Les équations du modèle se résolvent numériquement et elles n'admettent pas de solution analytique (Lin, 2008; Rauch *et al.*, 1999; Sen and Randall, 2008a; Takács *et al.*, 2007; Wanner and Reichert, 1996)
- § Les modèles numériques 2, 3D : les quantités sont donc fonction de 2 voire 3 variables spatiales (2, 3D) et varient dans le temps. Les équations n'admettent que des solutions numériques. L'effort calculatoire est plus important que dans le cas d'un modèle numérique à 1D. Les hypothèses simplificatrices sont également moins nombreuses afin de se rapprocher le plus possible de la représentation réelle des systèmes de biofilm à l'échelle microscopique (Picioreanu *et al.*, 2004)

Ces 3 classes de modèles diffèrent selon leur degré de précision par rapport à la réalité. Toutefois, le jugement porté sur une approche de modélisation dépend des objectifs que l'on se fixe. Si on dispose de données macroscopiques, les modèles à une dimension suffisent. Si on dispose de données microscopiques, les modèles 2 ou 3D apportent plus de résultats.

### **I.2.2. Les différents niveaux de description**

#### **I.2.2.1. Les approches temporelles**

L'approche temporelle diffère selon les modèles. On peut résumer de la manière suivante. Les modèles analytiques supposent que les processus sont constants dans le temps, il n'y a donc pas de variables fonction du temps. Ce sont des modèles statiques. Les modèles numériques 1D, 2D et 3D intègrent la dimension du temps et les processus varient avec le temps. Ce sont des modèles dynamiques.

Enfin, il doit être dit quelques mots sur la notion de fréquence d'intégration des différents processus se déroulant dans un système de biofilm. Picioreanu *et al.* (2000) ont établi une échelle de temps caractéristique de l'ensemble des processus lents et rapides agissant au sein d'un système de biofilm. À partir de la Figure 12, il peut être vu que les processus changeant le volume du biofilm (croissance bactérienne, mortalité et détachement) sont beaucoup plus lents (jour) que les processus impliqués dans le transport massique comme la diffusion du substrat (minute). Les processus liés aux changements hydrodynamiques sont les processus les plus rapides (dixième de seconde). Pour réduire l'effort de calcul, il est possible de travailler à plusieurs échelles de temps selon les processus pris en compte. Ainsi, lors de la résolution de l'équation bilan de masse (processus de transport massique), les processus hydrodynamiques, plus rapides, peuvent être décrits en régime pseudo-permanent, tandis que les processus liés à la structure du biofilm, plus lents, sont décrits en régime permanent.

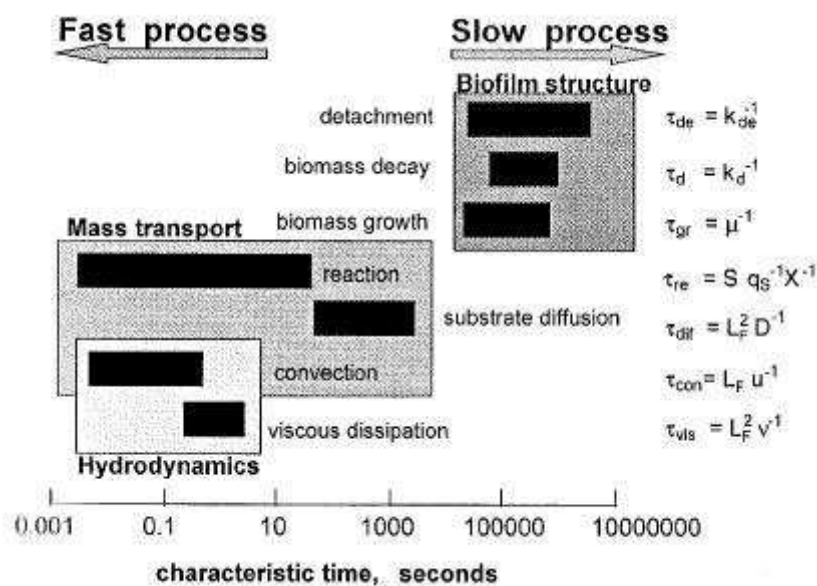


Figure 12 : Classification des processus par niveau de rapidité (Picioreanu *et al.*, 2000)

### I.2.2.2. Les approches spatiales

#### Les modèles analytiques

Un modèle analytique est la solution la plus simple d'un système de biofilm. L'avantage d'une telle solution, en plus de la simplicité des équations, est que les effets de chaque terme, variable ou paramètre (coefficient de diffusion, cinétiques microbiennes et concentration en substrat) peuvent être directement analysés. L'inconvénient d'une telle solution est que le

système de biofilm doit être simple pour élaborer une solution mathématiquement dérivable. Il est difficile, voire impossible, d'inclure de multiples composés, des géométries complexes ou le régime dynamique et conserver une solution analytique.

Les modèles analytiques sont les plus adaptés pour des systèmes de biofilm avec un processus dominant (nitrification ou traitement de la DCO par exemple). Ils sont également applicables pour des systèmes de biofilm à culture mixte et à plusieurs substrats dans le cas où des données sur la composition du biofilm sont disponibles. En revanche, ils ne sont pas adaptés pour estimer la distribution exacte de la biomasse dans le biofilm, la conversion de multiples substrats, l'accumulation des composés dans le biofilm ou une structure de biofilm complexe.

### Les modèles numériques 1D

En termes de complexité, les modèles numériques 1D sont plus complexes que les modèles analytiques mais moins complexes que les modèles numériques 2 ou 3D. Les modèles numériques 1D ont beaucoup évolué dans le temps.

Dans les années 70, ces modèles se limitent à modéliser la conversion du substrat au sein du biofilm. La biomasse y est répartie de façon homogène et est attachée à une surface plane et imperméable. La masse totale de biomasse et l'épaisseur  $L_f$  du biofilm doivent être renseignées a priori. La modélisation se fait en régime permanent.

Dans les années 80, les modèles introduisent dans leur description du comportement du biofilm le développement bactérien en régime dynamique. Ces modèles considèrent le développement de plusieurs substrats et types de bactéries, généralement les biomasses autotrophe et hétérotrophe. Ceci permet une répartition hétérogène des espèces microbiennes dans le biofilm et fait apparaître des phénomènes de compétition pour l'espace et les substrats (Wanner and Gujer, 1985).

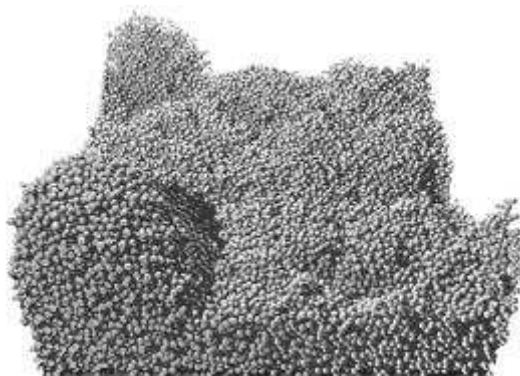
Dans les années 90, les phénomènes de détachement et d'attachement de la biomasse à la surface du biofilm sont intégrés dans les modèles de biofilm (Rauch *et al.*, 1999; Wanner and Reichert, 1996). Ces phénomènes sont primordiaux pour équilibrer la croissance microbienne et maîtriser le développement de l'épaisseur du biofilm dans le temps.

Par rapport aux modèles analytiques, les méthodes de résolution numérique permettent la manipulation de systèmes d'équations plus complexes. Ainsi, les modèles numériques 1D décrivent de manière plus précise le comportement des biofilms.

### Les modèles numériques 2 et 3D

Les modèles numériques 2, 3D (Figure 13) sont les modèles les plus complexes et demandent des temps de calcul relativement longs. Ces modèles ont une approche microscopique du biofilm et tentent de décrire l'hétérogénéité spatiale et temporelle des composés formant le biofilm (biomasse, composés particuliers, composés inertes et EPS).

Dans les modèles numériques 2, 3D, certaines simplifications faites dans les précédentes classes de modèles ne sont pas reprises. Par exemple, l'hypothèse d'une phase liquide complètement mélangée ou l'hypothèse d'une densité de biofilm constante ne sont pas obligatoirement supposées.



**Figure 13 : Exemple d'une distribution spatiale de la biomasse obtenue par une simulation en 3 dimensions (Picioreanu *et al.*, 2004)**

## **I.2.3. Principes pour la modélisation d'un système de biofilm**

### **I.2.3.1. Les grandes étapes**

Avant le choix d'un modèle, il faut bien définir l'objectif d'utilisation. Par la suite, il convient d'identifier les parties caractérisant le système de biofilm et les processus agissant en son sein. Généralement, on peut les organiser et les hiérarchiser de la façon suivante :

- § Les compartiments définissent les différentes sections du système de biofilm. Par exemple, le biofilm lui-même est distingué du biomédia auquel il est attaché et de la phase liquide. Le plus souvent, une couche supplémentaire dite

couche liquide limite sépare le biofilm de la phase liquide. Parfois, le biofilm est divisé en plusieurs couches à travers lesquelles le phénomène de diffusion des composés solubles apparaît

- § À l'intérieur de chaque compartiment, on distingue les composés qui peuvent inclure les différents types de biomasses, substrats, produits. La biomasse est souvent divisée en 2 types : la biomasse hétérotrophe qui réalise le traitement du carbone et la biomasse autotrophe qui réalise le traitement de l'azote
- § Les composés peuvent subir des transformations et des processus de transport et transfert. Par exemple, les composés solubles sont consommés par la biomasse et transformés en nouvelle biomasse. On parle de transport lorsqu'il s'agit d'un mouvement de composé au sein d'un même compartiment (diffusion). On parle de transfert lorsqu'il s'agit d'un mouvement de composé d'un compartiment à un autre (attachement ou détachement)

Tous les processus agissant dans les compartiments et sur les composés doivent être mathématiquement reliés en équations bilan de masse contenant des paramètres qu'il convient de déterminer soit par la mesure, soit par la bibliographie, soit par calcul, soit par ajustement lors du calage du modèle. L'introduction d'équations de vitesse permet d'élaborer une représentation dynamique numérique du comportement du système de biofilm.

### **I.2.3.2. Les mécanismes de transformation**

Les processus de transformation sont généralement des réactions biochimiques qui produisent ou consomment un ou plusieurs composés selon les hypothèses du modèle.

Les principaux processus de transformation sont la synthèse bactérienne, la mortalité de la biomasse, l'ammonification de l'azote organique soluble et l'hydrolyse des composés particuliers.

Le processus dominant dans un système de biofilm est la synthèse bactérienne qui consomme du substrat et produit de la biomasse bactérienne. Celle-ci est décrite de la même manière au sein du biofilm et dans la phase liquide. La seule différence est au niveau de la concentration des substrats ou produits affectant le taux de croissance bactérienne. En effet, elle varie au

sein du biofilm et n'est ainsi pas égale à la concentration dans la phase liquide supposée constante. L'expression de Monod est l'expression employée par une majorité de modèles de biofilm et dans le modèle ASM1 (Henze *et al.*, 1987). L'expression est la suivante pour la croissance de la biomasse hétérotrophe :

$$\frac{dX_{BH}}{dt} = \mu_{H,\max} \times \frac{S_s}{K_{SH} + S_s} \times \frac{S_o}{K_{OH} + S_o} \times X_{BH} \quad \text{Équation 11}$$

$X_{BH}$  est la concentration de la biomasse hétérotrophe (gDCO/m<sup>3</sup>),  $\mu_{H,\max}$  est le taux maximum de croissance hétérotrophe (j<sup>-1</sup>),  $S_s$  est la concentration du composé soluble facilement biodégradable (le donneur d'électrons),  $K_{SH}$  est le coefficient de demi-saturation du composé soluble facilement biodégradable, et  $K_{OH}$  est le coefficient de demi-saturation de l'oxygène (gO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>).

Cette valeur de  $\mu_{H,\max}$  varie avec la température selon la loi d'Arrhenius (Sen and Randall, 2008a) avec un coefficient d'ajustement de la température à :

$$\mu_{H,\max}(T) = \mu_{H,\max}(20) \times \theta^{T-20} \quad \text{Équation 12}$$

Dans la littérature, le coefficient d'ajustement de la température varie entre 1,03 à 1,07 pour les boues activées, en nitrification. Une valeur de  $1,05 \pm 0,02$  est recommandée pour un modèle de biofilm (Sen and Randall, 2008a). Sen et Randall généralisent la loi d'Arrhenius à d'autres paramètres cinétiques comme le taux de mortalité, et les vitesses d'ammonification et d'hydrolyse.

Afin de décrire simplement l'ensemble des processus de transformation, il est possible de les représenter sous une forme d'une matrice stœchiométrique, dite matrice de Petersen (Exemple de l'annexe 2). Les lignes représentent les processus consommant ou produisant les variables, classées par colonne.

La vitesse de transformation pour un composé  $i$  ( $r_i$ ) s'obtient de la manière suivante :

$$r_i = \sum_j v_{ij} \times \rho_i \quad \text{Équation 13}$$

Où  $\dot{\nu}_{ij}$  représente le coefficient stœchiométrique du composé i pour le processus j, et  $\tilde{n}_i$  l'expression mathématique du processus de transformation du composé i. Par exemple, la variable  $X_{BA}$  est produite par croissance autotrophe et consommée par mortalité autotrophe :

$$r_{X_{BA}} = \frac{dX_{BA}}{dt} = \left( \mu_{A, \max} \times \frac{N - NH_4^+}{N - NH_4^+ + K_{Snh}} \times \frac{So}{So + K_{OH}} - b_A \right) \times X_{BA} \quad \text{Équation 14}$$

Où  $K_{Snh}$  est le coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal (mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L), et  $b_A$  est le taux de mortalité de la biomasse autotrophe (j<sup>-1</sup>).

### I.2.3.3. Les mécanismes de transport et de transfert

Les processus de transport ont lieu au sein d'un même compartiment (phase liquide ou biofilm) et les processus de transfert se réalisent entre deux compartiments.

#### Transport dans la phase liquide pour les composés soluble et particulaire

Les modèles de biofilm, hormis certains modèles numériques 2D ou 3D, font l'hypothèse d'une phase liquide complètement mélangée. Cela a pour conséquence une concentration constante pour les composés solubles et particuliers dans ce compartiment.

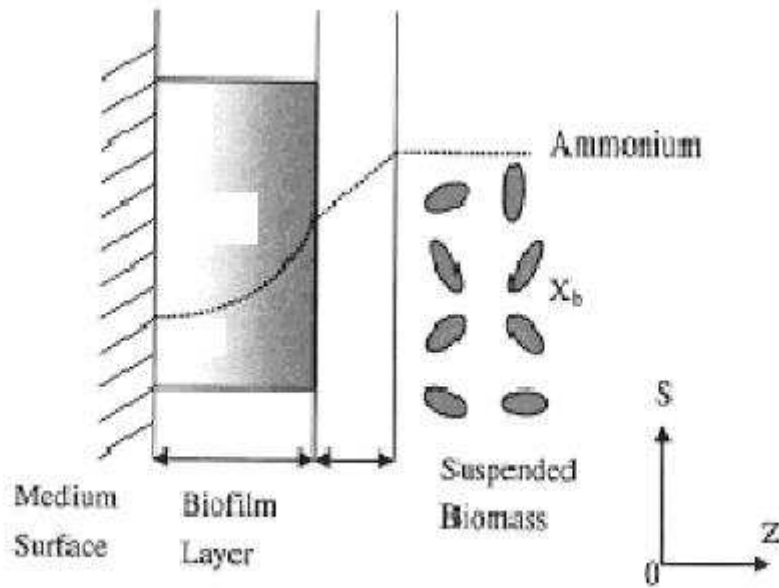
#### Transfert entre la phase liquide et le biofilm des composés solubles

Des observations expérimentales ont montré clairement de forts gradients de concentration des composés solubles à l'interface biofilm / liquide (Figure 14). En conséquence, les concentrations des composés solubles dans la phase liquide et à la surface du biofilm sont souvent très différentes. C'est pourquoi, certains modèles de biofilm supposent l'existence d'une couche liquide limite entre la phase liquide et le biofilm à travers laquelle la diffusion des composés solubles a lieu.

Différentes expressions mathématiques peuvent être trouvées pour décrire la variation de concentration du composé soluble. Ainsi, Vigne (2007) et Boltz *et al.* (2008) emploient la loi de Fick pour définir la diffusion du composé soluble de concentration  $C_s$  à travers cette couche d'épaisseur  $L_L$  (m):

$$\frac{dC_s}{dt} = f_d \times \frac{D_{w,s}}{L_L} \times \frac{(C_{s,liq} - C_{s,surf})}{dz} \quad \text{Équation 15}$$

Où  $D_{w,s}$  est le coefficient de diffusion du composé soluble dans l'eau ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ),  $f_d$  un coefficient de réduction dans le biofilm (-),  $C_{s,liq}$  la concentration du composé dans le volume liquide,  $C_{s,surf}$  la concentration du composé soluble à la surface du biofilm.



**Figure 14 : Schématisation du gradient de concentration observé pour l'azote ammoniacal à l'interface liquide / biofilm (Lin, 2008)**

Cette épaisseur de la couche liquide limite varie en fonction des propriétés et de la vitesse du fluide. Pour des vitesses de fluide petites, la valeur de  $L_L$  est grande (haute résistance à la diffusion). Pour des vitesses de fluide grandes, la valeur de  $L_L$  est petite (faible résistance à la diffusion). Boltz *et al.* (2009) utilisent la relation empirique de Frössling (1938) avec les coefficients de Rowe *et al.* (1965) pour estimer l'épaisseur de la couche liquide limite.

$$S_h = \frac{k_C \cdot d_p}{D} = \frac{d_p}{L_L} \quad \text{Équation 16}$$

Avec  $S_h$ , le nombre adimensionnel de Sherwood,  $D$  le coefficient de diffusion dans l'eau du substrat ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ) et  $d_p$  une longueur caractéristique du système (m). Ainsi, il est possible de calculer l'épaisseur de la couche liquide limite pour chaque substrat, défini par un coefficient

de diffusion dans l'eau unique. Le nombre adimensionnel de Sherwood est souvent exprimé en fonction du nombre de Reynolds ( $Re = U \cdot d_p / \nu$ ) et le nombre de Schmidt ( $Sc = \nu / D$ ).

$$S_h = A + B \times Re^m \times Sc^n = A + B \times \left( \frac{U \cdot d_p}{\nu} \right)^m \times \left( \frac{\nu}{D} \right)^n \quad \text{Équation 17}$$

Avec  $U$  la vitesse de l'eau (m/s),  $\nu$  la viscosité cinétique de l'eau (m<sup>2</sup>/s). Le nombre de Reynolds dépend de l'écoulement, et de la géométrie du biomédia. Le nombre de Schmidt dépend seulement des propriétés du fluide. Les paramètres  $A$ ,  $B$ ,  $m$  et  $n$  sont, dans la plupart des cas, déterminés expérimentalement et dépendent de la géométrie. Les couples  $A$ ,  $B$ ,  $m$  et  $n$  ne sont valides que dans une certaine plage de valeurs de  $Re$  et  $Sc$ .

D'autres modèles (Plattes *et al.*, 2008) ne définissent pas cette couche liquide limite mais modélisent l'effet (la résistance à la diffusion) en ajustant les coefficients de demi-saturation des fonctions de Monod.

#### Transfert entre la phase liquide et le biofilm pour les composés particuliers

Des processus de transfert de matière ont lieu à l'interface liquide / biofilm. Les composés particuliers suspendus s'attachent, à la vitesse  $R_{att}$ , à la surface du biofilm, et les composés particuliers du biofilm se détachent, à la vitesse  $R_{det}$ , de la surface du biofilm.

Plusieurs relations existent selon les modèles pour déterminer les vitesses d'attachement et de détachement. Les vitesses d'attachement et de détachement sont proportionnelles au carré de la concentration des composés particuliers attachés ( $X_{surf}$ ) et suspendus ( $X_{liq}$ ) respectivement (Plattes *et al.*, 2008).

$$R_{att} = r_{att} \times (X_{liq})^2 \quad \text{Équation 18}$$

$$R_{det} = r_{det} \times (X_{surf})^2 \quad \text{Équation 19}$$

Avec  $r_{att}$  et  $r_{det}$  les taux d'attachement et de détachement. Pour obtenir la vitesse d'attachement ou de détachement d'un composé particulier donné, il faut multiplier les vitesses précédentes par la fraction du composé particulier attaché ou suspendu.

Un autre exemple d'expression de la vitesse d'attachement et de détachement est celui du module de biofilm intégré dans le modèle de biofiltration de GPS-X. Cette vitesse est définie à l'aide d'un coefficient de détachement  $k_{det}$  et liée à la fois à la concentration des composés particuliers présents à la surface du biofilm ( $X_{surf}$ ) et à la concentration des composés particuliers présents dans la phase liquide ( $X_{liq}$ ).

$$R_{att} = r_{att} \times \frac{X_{liq}}{X_{surf}} \quad \text{Équation 20}$$

$$R_{det} = r_{det} \times \frac{X_{surf}}{X_{liq}} \quad \text{Équation 21}$$

### Transport dans le biofilm pour les composés solubles

Les composés solubles sont transportés dans le biofilm par diffusion moléculaire due au gradient de concentration, depuis les concentrations les plus hautes vers les concentrations les plus basses. La diffusion d'un composé soluble de concentration  $C_s$  peut être modélisée par la première loi de Fick, soit (Eberl *et al.*, 2006).

$$\frac{dC_s}{dt} = -f_d \times D_{w,s} \times \frac{dC_s}{dz^2} \quad \text{Équation 22}$$

### Transport dans le biofilm pour les composés particuliers

Le transport des composés particuliers au sein du biofilm est décrit de différentes façons. Par exemple, Wanner et Reichert (1996) ont proposé deux processus de transport pour les composés particuliers.

L'expansion ou la contraction du biofilm entre le biomédia et un point donné dans le biofilm à la distance  $z$  du biomédia mène à un déplacement des composés particuliers. Ce processus peut être exprimé comme un flux advectif  $J_X$ .

$$J_X = u_F \times C_X \quad \text{Équation 23}$$

Avec  $u_F$ , la vitesse de déplacement du point donné du biofilm à la position  $z$  et  $C_X$ , la concentration du composé particulier dans le biofilm.

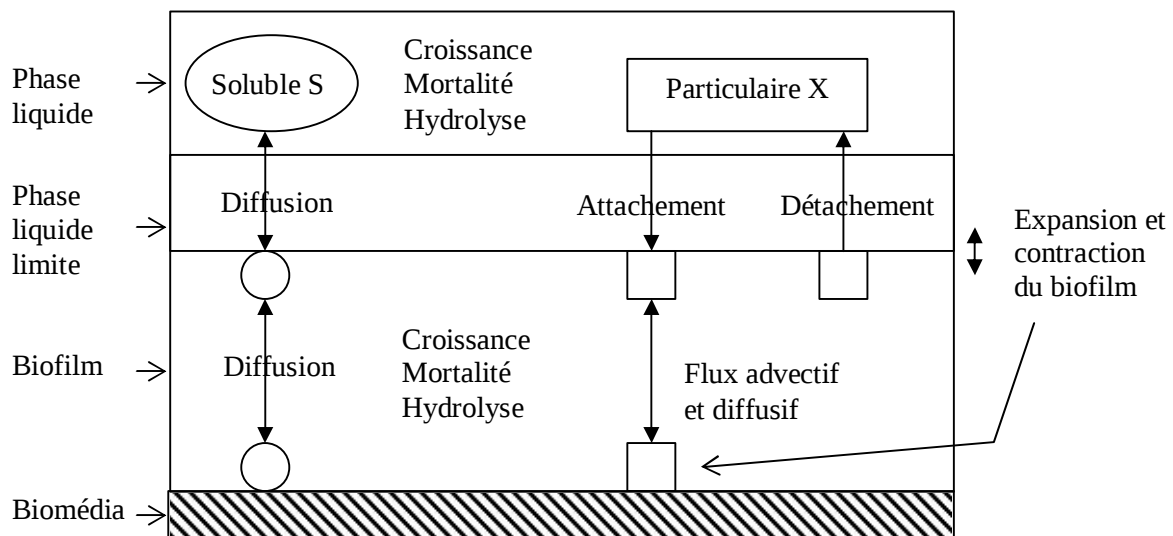
Dans le modèle étendu de biofilm à cultures mixtes de Wanner et Reichert (1996), il est considéré un processus de transport supplémentaire modélisé comme la diffusion.

$$\frac{dC_x}{dt} = -f_d \times D_{w,x} \times \frac{dC_x}{dz^2}$$

Équation 24

Avec  $D_{w,x}$ , le coefficient de diffusion du composé particulaire qui est plus petit que le coefficient de diffusion dans l'eau. Ce flux de diffusion introduit le mélange des composés particulaires dans la matrice solide du biofilm comme un résultat d'une déformation mécanique du biofilm due aux forces hydrauliques. Ces déformations provoquent le détachement temporaire des composés particulaires de la matrice qui, ultérieurement, se rattachent à un endroit différent. Comme aucune donnée sur le détachement, le mouvement puis le rattachement n'est disponible, seul le résultat final est modélisé par un flux de diffusion.

La Figure 15 recense les différents processus qui sont pris en compte dans un procédé à biofilm.



**Figure 15 : Schématisation des principaux mécanismes dans un système de biofilm (Vigne, 2007; Wanner and Morgenroth, 2004)**

#### I.2.4. Synthèse des modèles de biofilm

Le Tableau 9 recense les modèles de biofilm dynamiques à une dimension étudiés précédemment et les processus intégrés. Ainsi, il est possible de comparer les modèles entre eux et de faire un choix.

Tableau 9 : Tableau comparatif des modèles de biofilm

|                                          | Conversions biologiques                                                                                                                             | Transport des composés solubles dans le biofilm                                                                                                                               | Transport des composés particuliers à la surface du biofilm                                                                                                   | Existence d'une couche liquide limite | Distribution de la biomasse                                |
|------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| <b>Wanner et Reichert (1996) AQUASIM</b> | Bilan de masse                                                                                                                                      | Flux diffusif (1 <sup>ère</sup> loi de Fick)<br>+<br>Flux advectif du au transport de l'eau dans le biofilm suite au déplacement des composés particuliers au sein du biofilm | Taux de détachement (g/m <sup>2</sup> .j) au choix<br>+<br>Taux d'attachement (g/m <sup>2</sup> .j) au choix                                                  | Oui                                   | Hétérogène                                                 |
| <b>Mannina et al. (2007)</b>             | (Henze <i>et al.</i> , 1987) +<br>(Rauch <i>et al.</i> , 1999)                                                                                      | (Rauch <i>et al.</i> , 1999)                                                                                                                                                  | (Rauch <i>et al.</i> , 1999)                                                                                                                                  | Non                                   | (Rauch <i>et al.</i> , 1999)                               |
| <b>Takács et al. (2007) BIOWIN</b>       | ASMD                                                                                                                                                | (Wanner and Reichert, 1996)                                                                                                                                                   | (Wanner and Reichert, 1996)                                                                                                                                   | Oui                                   | Hétérogène                                                 |
| <b>Lin (2008)</b>                        | Cinétique de Monod seulement pour N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> et le glucose. L'oxygène est supposé non limitant | Flux diffusif (loi de Fick)                                                                                                                                                   | Taux de cisaillement                                                                                                                                          | Oui                                   | Homogène                                                   |
| <b>Rauch et al. (1999)</b>               | Cinétique d'ordre 0 dans la partie active du biofilm<br>$r_{XBA} = \mu_{A,max} \times \frac{X_{BA}}{Y_A}$                                           | Flux diffusif (loi de Fick). La profondeur de pénétration du substrat est définie :<br>$z = \sqrt{\frac{2 \times D_{w,s} \times C_s}{r_{XBA}}}$                               | Détachement seulement quand la surface du biofilm bouge à la vitesse $u_f$ :<br>$k_d = k_{dt} \times u_f$                                                     | Non                                   | Homogène, mais calcul d'une fraction de la biomasse active |
| <b>Plattes et al. (2008) GPS-X</b>       | ASM1                                                                                                                                                | Pas de flux diffusif. La résistance au transport est implicitement prise en compte en adaptant les coefficients de demi-saturation dans le biofilm                            | $R_{att} = k_a \times (X_{S,liquid})^2$<br>$R_{dét} = k_d \times (X_{S,biofilm})^2$                                                                           | Non                                   | Homogène                                                   |
| <b>Sen et Randall (2008a, b) AQUIFAS</b> | ASM1 modifié                                                                                                                                        | Flux diffusif (loi de Fick)                                                                                                                                                   | Taux de cisaillement + détachement périodique                                                                                                                 | Oui                                   | Hétérogène                                                 |
| <b>GPS-X 6.0</b>                         | ASM1                                                                                                                                                | Flux diffusif (loi de Fick)                                                                                                                                                   | $R_{dét} = \frac{r_{dét} \cdot X_{i,k=2}}{X} \times \left( \frac{L_{f,max}}{L_{f,max} - L_f} - 1 \right)$<br>$R_{att} = r_{att} \times \frac{X_{i,k=1}}{Z_B}$ | Oui                                   | Hétérogène                                                 |

Selon les modèles, la description physique du biofilm diffère. Certains modèles considèrent une distribution de la biomasse homogène au sein du biofilm (Lin, 2008; Mannina *et al.*, 2007; Plattes *et al.*, 2008; Rauch *et al.*, 1999). Les autres modèles considèrent donc une distribution hétérogène de la biomasse au sein du biofilm. Dans cette optique, certains modèles décrivent le biofilm en couche (GPS-X, 2006; Sen and Randall, 2008b). Chacune de ces couches est considérée comme un réacteur complètement homogène. Les autres modèles (Takács *et al.*, 2007; Wanner and Reichert, 1996) considèrent le biofilm comme un seul compartiment mais sont capables de calculer les profils de biomasse en son sein.

La prise en compte de la résistance à la diffusion à l'interface liquide / biofilm constitue également un facteur qui permet de différencier les modèles entre eux. Certains modèles négligent cette résistance (Mannina *et al.*, 2007; Rauch *et al.*, 1999). Ainsi, les concentrations des composés solubles sont considérées égales entre le volume liquide et la surface du biofilm. Dans le cas où la vitesse de l'eau dans le voisinage des biomédias est élevée, la résistance à la diffusion est importante et cette hypothèse engendre d'importantes erreurs. Le modèle de Plattes *et al.* (2008) ne prend pas en compte explicitement la résistance à la diffusion. Celle-ci est modélisée via l'ajustement des coefficients de demi-saturation dans les termes de Monod. Les autres modèles (GPS-X, 2006; Lin, 2008; Sen and Randall, 2008a; Takács *et al.*, 2007; Wanner and Reichert, 1996) font l'hypothèse d'une couche liquide limite afin de traduire, via un mécanisme de diffusion, le gradient de concentration entre le volume liquide et la surface du biofilm.

Concernant le transport des composés particuliers à l'interface liquide / biofilm, les modélisations diffèrent. Les modèles de Rauch *et al.* (1999) et Mannina *et al.* (2007) supposent le détachement des composés particuliers à la surface du biofilm proportionnel à la vitesse à laquelle la surface du biofilm bouge perpendiculairement au substratum. Lin *et al.* (2008) calculent un coefficient de détachement. Plattes *et al.* (2008) modélisent les vitesses d'attachement et de détachement proportionnelles au carré des composés particuliers dans le volume liquide et dans le biofilm respectivement. Dans le modèle de Sen et Randall (Sen and Randall, 2008b), le détachement est simulé par deux phénomènes : une vitesse de détachement et un détachement périodique. Ainsi, il faut renseigner dans le modèle un facteur de détachement et une constante en aérobie et en anoxie. Enfin, le modèle de GPS-X propose des vitesses d'attachement et de détachement proportionnelles à la concentration des composés particuliers dans le volume liquide et à la surface du biofilm respectivement. Un

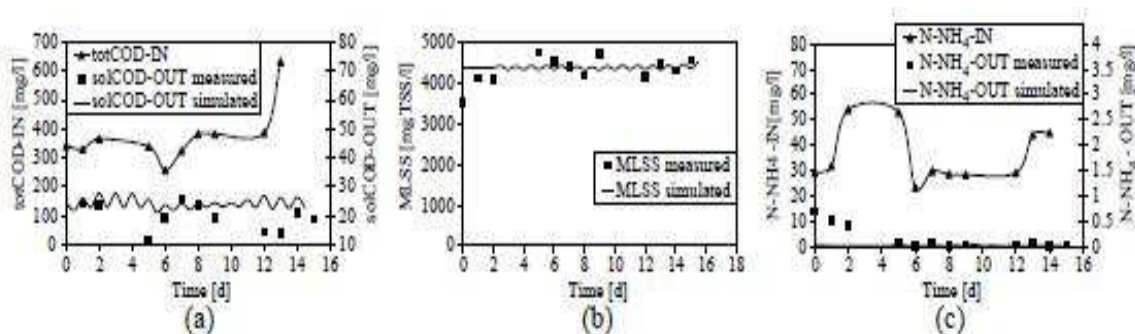
artefact de calcul permet d'intensifier le détachement lorsque l'épaisseur du biofilm atteint l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ), paramètre renseigné a priori par l'utilisateur.

### I.2.5. Les modèles MBBR

Aujourd'hui, si les modèles de biofilm sont largement répandus (Noguera and Morgenroth, 2004), peu de modèles MBBR existent. On peut cependant en citer deux.

Le modèle 1D de Mannina *et al.* (2007) considère le système de biofilm comme 2 réacteurs connectés complètement mélangés. Le premier réacteur représente la phase liquide, dans laquelle la croissance de la biomasse suspendue est régie par les expressions de Monod de l'ASM1, et la mortalité par le concept de l'ASM3, à savoir que la mortalité consomme de l'oxygène et produit de la matière particulaire inerte. Le second réacteur représente le biofilm solide, où seule une fraction active de la biomasse contribue au développement du biofilm. Cette hypothèse provient du modèle de biofilm de Rauch *et al.* (1999). Le phénomène de détachement est modélisé selon le modèle de biofilm de Horn et Hempel (Horn and Hempel, 1997), à savoir que la vitesse de détachement est proportionnelle à la vitesse de déplacement de la surface du biofilm. Le modèle hydraulique est assez simple puisque le réacteur est considéré complètement mélangé, l'hydrodynamique n'a donc pas d'influence sur les variables de sortie.

La Figure 16 compare les concentrations de  $DCO_{filtrée}$ , MeS, et  $N-NH_4^+$  simulées et mesurées en sortie d'un pilote, à l'échelle du laboratoire (réacteurs de 6,5 L chacun). Le pilote est constitué d'un réacteur anoxie, d'un réacteur aérobie (dont sont tirés ces graphiques), et d'un clarificateur en série avec recirculation des boues du clarificateur au réacteur anoxie, et recirculation de l'effluent du réacteur aérobie au réacteur anoxie.

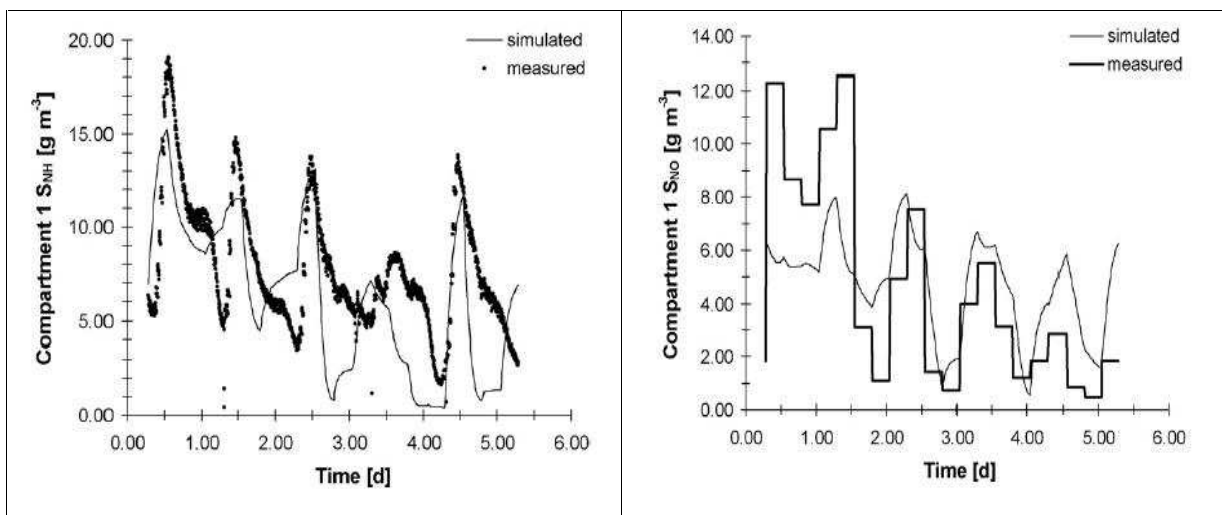


**Figure 16 : Concentrations simulées et mesurées de la DCO<sub>filtrée</sub> (gauche), des MeS (milieu), et du N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (droite) en sortie du réacteur aérobic (Mannina *et al.*, 2007)**

Au regard de la Figure 16, les variables DCO<sub>filtrée</sub>, MeS, et N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> sont bien simulées. Cependant, dans l'optique de créer un modèle plus proche de la réalité, les données doivent provenir d'un pilote à une échelle plus importante. De plus, contrairement à l'étude de Mannina *et al.* (2007), une étape de validation doit être menée afin de valider le jeu de paramètres calé retenu. Le travail de thèse présenté ici s'appliquera donc à recueillir ses données sur un pilote constitué de 2 réacteurs de volume 1,8 m<sup>3</sup> et 1,35 m<sup>3</sup>. L'étape de validation sera réalisée avec l'emploi d'une 2<sup>nd</sup>e série de données, différente de celle employée pour le calage du modèle.

Le modèle 0D de Plattes *et al.* (Plattes *et al.*, 2006) est construit en utilisant les blocs de la plateforme GPS-X (aerated tank, attachment / detachment flow splitter, flow combiner, equalization tank, ideal clarifier). Ce modèle représente le procédé comme un seul compartiment, complètement mélangé, dans lequel ont lieu les processus décrits dans le modèle ASM1. En addition, les processus d'attachement et de détachement à la surface du biofilm sont modélisés. La diffusion dans le biofilm est implicitement prise en compte en adaptant les coefficients de demi-saturation des équations de Monod. L'hydraulique, dans ce modèle, est modélisée de façon très simplifiée puisque celle-ci est supposée parfaite, et n'influence aucun mécanisme.

La Figure 17 présente les concentrations mesurées et simulées en N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (Snh) et en oxygène dissous (So) dans l'effluent du 1<sup>er</sup> réacteur. La filière est constituée de 2 réacteurs aérobies en série (2,8 m<sup>3</sup> chacun) et d'un clarificateur (3,9 m<sup>3</sup>).



**Figure 17 : Valeurs simulées de S<sub>NH</sub> (à gauche) et S<sub>NO</sub> (à droite) dans le 1<sup>er</sup> réacteur (Plattes *et al.*, 2006)**

L'évolution temporelle des concentrations est assez bien respectée. Un décalage du S<sub>NH</sub> simulé apparaît à partir de 2,5 jours. Les 2 premiers jours ne sont pas très bien simulés concernant le S<sub>NO</sub>. Pour obtenir ces résultats de simulation, seul le paramétrage des séparateurs de débit d'attachement et de détachement (attachment / detachment flow splitter) a été modifié. Les autres paramètres, et en particulier les coefficients de demi-saturation des composés solubles, sont les paramètres par défaut du modèle ASM1. Ainsi, le modèle ASM1, avec les paramètres par défaut, semble suffisant pour simuler la diffusion des composés solubles dans le biofilm.

Toutefois, pour améliorer la pertinence des résultats de simulation du modèle de Plattes *et al.* (2006), il manque l'étape de validation avec la simulation d'une 2<sup>nde</sup> série de données, étape qui sera réalisée lors de cette thèse. Dans cette étude, la charge moyenne appliquée sur le 2<sup>nd</sup> réacteur (réacteur à nitrification) est faible (0,2 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j) et la production de N-NO<sub>x</sub> est équivalente dans les 2 réacteurs. Ces charges induisent des épaisseurs de biofilm faibles (< 40 μm), et donc un rôle faible de la diffusion dans les performances épuratoires. Ayant des doutes sur le comportement du modèle de diffusion à des épaisseurs de biofilm plus importantes, un autre modèle MBBR / R3F a été cherché.

### I.2.6. Choix du modèle

La modélisation se révèle être un outil adéquat aussi bien pour la recherche que pour l'ingénierie. Depuis les années 70, de nombreux modèles de biofilm ont été créés et il est

parfois difficile de choisir parmi les modèles 1D ou multidimensionnels, les modèles statiques ou dynamiques. Ainsi, le choix du modèle est une étape importante et il doit être fait en fonction des objectifs de modélisation, des données disponibles pour renseigner le modèle, et de l'effort de calcul.

Pour cette thèse, l'objectif de modélisation est de simuler de façon dynamique le procédé R3F en nitrification et de comprendre les mécanismes ayant lieu au sein du réacteur. Le modèle ne doit pas être trop complexe afin d'être utilisable en ingénierie.

L'étude des modèles précédents s'est limitée aux modèles à une dimension ou inférieure. Ces modèles ne peuvent rendre compte de la complexité de la structure des biofilms mais l'objectif de modélisation n'est pas de décrire le procédé de façon microscopique (modèles 2D, 3D), mais de décrire ces performances en termes de concentration. De plus, une telle simplification n'induit que peu d'erreurs et diminuent énormément les temps de calculs (Eberl *et al.*, 2006). Par rapport au modèle 0D de Plattes *et al.* (2008), les modèles 1D vont permettre de mieux appréhender la distribution de la biomasse au sein du biofilm et de comprendre l'influence de cette distribution sur les performances épuratoires du procédé.

Le modèle MBBR dans Aquasim (1996) n'a pas été choisi en raison de sa complexité. En effet, il considère 2 types de flux pour les composés particuliers et solubles. Les composés particuliers sont déplacés dans le biofilm du fait d'un flux advectif et d'un flux diffusif. Ainsi, des coefficients de diffusion des composés particuliers sont créés. Les composés solubles sont déplacés du fait de la diffusion et d'un flux advectif opposé au flux des composés particuliers. Cette complexité rend difficile l'acquisition de données pour caler les paramètres reliés à ces transports / transferts. Le modèle MBBR dans Biowin de Takács *et al.* (2007) étant fondé sur celui de Wanner et Reichert (1996), ce modèle n'a pas été choisi.

Le modèle de Rauch *et al.* (1999) est un modèle de biofilm simplifié afin d'accélérer les temps de calcul. Ces simplifications (impact de la résistance à la diffusion à l'interface liquide / biofilm négligé, phénomène d'attachement non modélisé, distribution de la biomasse au sein du biofilm négligée) sont jugées trop importantes pour simuler correctement le comportement du procédé R3F. Ainsi, ce modèle, ainsi que celui de Mannina *et al.* (2007) n'ont pas été choisis.

Le modèle de Lin *et al.* (2008) est un modèle de biofilm à 2 espèces de bactéries (nitrifiante et dénitrifiante) et à 3 substrats ( $\text{N-NH}_4$ ,  $\text{N-NO}_3$ , glucose). Il n'est donc pas adapté pour prédire les concentrations de la biomasse hétérotrophe, ou de la DCO. Ainsi, il n'a pas été choisi.

Le modèle 1D dynamique MBBR / R3F de GPS-X modélise de façon simple les conversions biologiques, l'attachement et le détachement du biofilm, la diffusion des composés solubles dans le biofilm et simule l'existence d'une couche liquide limite pour rendre compte des gradients de concentration entre la phase liquide et la surface du biofilm. Le biofilm est considéré stratifié dans le but de créer une distribution hétérogène de la biomasse dans le biofilm. C'est pourquoi, il a été décidé de choisir le modèle de biofilm intégré à GPS-X.

Le modèle MBBR / R3F de GPS-X est détaillé de façon plus précise dans la partie suivante.

### I.3. LE MODÈLE MBBR / R3F DE GPS-X

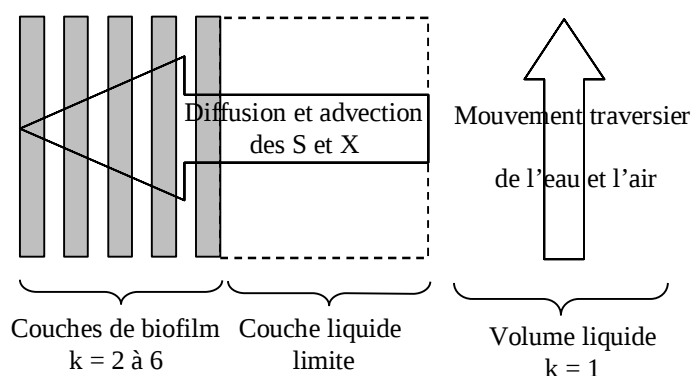
Le procédé MBBR / R3F est modélisé selon le modèle Mantis dans le logiciel GPS-X (Annexe 2). Le modèle est constitué de 3 modules couplés :

- § Le module physique (représentation géométrique et spatiale du système)
- § Le module biocinétique
- § Le module de biofilm

Ces modules sont liés entre eux au travers des équations de diffusion et de transfert de matière décrivant le comportement des composés solubles et particulaires dans le système.

#### I.3.1. Le module physique

Le système de biofilm est divisé en  $k$  couches ( $k = 6$  par défaut) : une couche représentant le volume liquide ( $k = 1$ ) et cinq couches ( $k = 2$  à  $6$ ) représentant les couches du biofilm en lui-même. C'est perpendiculairement à chacune de ces couches que les phénomènes de transport (diffusion et advection) des composés solubles et particulaires ont lieu (Figure 18). Une couche supplémentaire : la couche liquide limite est utilisée comme artefact de calcul afin de traduire la diffusion des composés solubles à l'interface biofilm / liquide. Seule l'épaisseur de cette couche est prise en compte par le modèle, pour le calcul de la diffusion à l'interface biofilm / liquide mais aucun processus (croissance bactérienne, hydrolyse, ...) n'a lieu.



**Figure 18 : Représentation hydraulique et spatiale du modèle MBBR**

Les  $k$  couches sont à considérer comme des réacteurs complètement mélangés. Ainsi, les concentrations de chaque couche représentent les concentrations moyennes des variables.

Le biofilm se remplit couche par couche en se basant sur le nombre de couches et sur l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ). Des coefficients d'attachement et de détachement sont utilisés pour modéliser le transfert des matières particulaires entre la surface du biofilm et la phase liquide. Lorsque l'épaisseur du biofilm s'approche de l'épaisseur maximale, le détachement de la surface du biofilm des matières particulaires s'intensifie.

Il est à préciser que les conditions hydrodynamiques autour du biofilm ne sont pas prises en compte dans la description du modèle et ne peuvent, par conséquent, influencer l'épaisseur du biofilm.

### **I.3.2. Le module biocinétique**

Les réactions biologiques qui ont lieu au sein du système de biofilm sont décrites à l'aide du modèle Mantis, une version modifiée de l'ASM1 (Henze *et al.*, 1987). Les modifications concernent la croissance hétérotrophe en milieu aérobie et anoxie et la croissance autotrophe en milieu aérobie. Ainsi, le module biologique possède 10 processus, 2 de plus donc que le modèle ASM1, et prend en compte 14 variables d'état divisées selon leur état physique (soluble S ou particulaire X) et leur biodégradabilité (facilement biodégradable, lentement biodégradable ou inerte). Les cinétiques de ces processus sont calculées à l'aide de 8 coefficients stœchiométriques et 16 coefficients cinétiques (Annexe 2). Ce module est représenté sous la forme d'une matrice de Petersen en Annexe 2.

Notons qu'en plus de prédire les concentrations des composés solubles et particulaires de l'eau traitée, le modèle peut simuler les profils de concentrations de ces composés dans chaque couche du biofilm.

### **I.3.3. Le module de biofilm**

Le module de biofilm de Spengel et Dzombak (1992), élaboré à l'origine pour les biodisques, sert de base aux équations décrivant le comportement des composés solubles et particulaires au sein du biofilm. Des phénomènes de transport des composés solubles (diffusion) et particulaires (attachement et détachement) régulent la concentration de ces composés. Tous ces phénomènes entraînent la croissance du biofilm et une évolution de l'épaisseur  $L_f$  du biofilm au cours du temps.

### I.3.3.1. Comportement des composés solubles dans le biofilm

L'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé est faite et permet de supposer que dans la phase liquide du système, la concentration des composés solubles est identique en tout point.

Afin de traduire les forts gradients de concentration des composés solubles observés à l'interface biofilm / liquide, une couche liquide limite d'épaisseur  $L_L$ , sert d'artefact de calcul. Ainsi, pour décrire la diffusion des composés solubles à travers cette couche liquide limite, l'équation utilisée dans le modèle MBBR / R3F de GPS-X est la suivante :

$$\frac{dC_{S,k=2}}{dt} = f_d \times \frac{D_{w,s}}{L_L} \times \frac{C_{S,k=1} - C_{S,k=2}}{z_B} \quad \text{Équation 25}$$

Avec  $C_{S,k}$  la concentration du composé soluble dans la couche  $k$  du système de biofilm,  $D_{w,s}$  le coefficient de diffusion du composé soluble dans l'eau ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ),  $f_d$  le coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm (-),  $L_L$  l'épaisseur de la couche limite liquide (m),  $z_B$  l'épaisseur de la première couche du biofilm (m).

Dans les couches du biofilm, le transport des composés solubles se fait uniquement par diffusion. Au sein des couches du biofilm ( $k = 2$  à  $6$ ), l'expression de la diffusion des composés solubles, de la couche  $k$  à la couche  $k + 1$ , est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{dC_{S,k}}{dt} = f_d \times D_{w,s} \times \frac{C_{S,k+1} - C_{S,k}}{z_B^2} \quad \text{Équation 26}$$

#### Cas particulier de l'oxygène

L'expression de la diffusion de l'oxygène à travers les couches du biofilm ( $k = 2$  à  $n$ ) est la même que pour les composés solubles. La différence apparaît à l'interface gaz / liquide où un transfert de la phase gazeuse à la phase liquide intervient :

$$\frac{dSo_{k=1}}{dt} = k_{La} \times (So_{sat} - So_{k=1}) \quad \text{Équation 27}$$

Avec  $k_{La}$  le coefficient de transfert de l'oxygène en boue ( $\text{h}^{-1}$ ),  $So_{sat}$  la concentration de l'oxygène à saturation dans le volume liquide ( $\text{gO}_2/\text{m}^3$ ).

Afin d'alléger l'effort de résolution du modèle, travailler avec plusieurs échelles de temps permet d'augmenter la vitesse d'intégration des variables d'états. Dans le modèle MBBR / R3F, il est possible d'ajuster la fréquence et la durée d'intégration des variables d'état solubles, dont la concentration fluctue plus rapidement que celle des composés particuliers.

### I.3.3.2. Comportement des composés particuliers dans le biofilm

À partir de la concentration des composés particuliers dans le biofilm et grâce à la densité du biofilm, supposée constante, les composés particuliers sont associés à un volume physique qui peut être déplacé. Les phénomènes de croissance, d'attachement et de détachement à la surface du biofilm et les échanges internes sont les phénomènes de transport pris en compte dans le modèle.

#### Vitesse d'échange interne des composés particuliers entre les n-1 couches du biofilm

Elle représente la vitesse de variation de la concentration du composé particulier du fait d'un déplacement de celui-ci d'une couche à l'autre et reprend l'expression de la diffusion. Ainsi, dans les couches du biofilm ( $k = 2$  à  $n$ ), le transfert d'un composé de la couche  $k$  à la couche  $k + 1$ , se traduit de la manière suivante :

$$\frac{dC_{X,k}}{dt} = k_{exch} \times \frac{C_{X,k+1} - C_{X,k}}{z_B} \quad \text{Équation 28}$$

Avec  $k_{exch}$  le coefficient d'échange interne (m/h), et  $C_{X,k}$  la concentration de la matière particulière dans la couche  $k$  (gMeS/m<sup>3</sup>).

#### Vitesse d'attachement et de détachement à la surface du biofilm

Les composés particuliers de la phase liquide s'attachent à la surface du biofilm. L'impact de cet attachement sur la variation de la concentration du composé particulier dans la première couche du biofilm est modélisé de la façon suivante :

$$\frac{dC_{X,k=1}}{dt} = r_{att} \times \frac{C_{X,k=1}}{z_B} \quad \text{Équation 29}$$

Avec  $r_{att}$ , le taux d'attachement (m/j),  $C_{X,k=1}$  la concentration du composé particulaire dans le volume liquide (gMeS/m<sup>3</sup>), et  $z_B$  l'épaisseur de la première couche du biofilm (m). Les composés particuliers se détachent également de la surface du biofilm. Ainsi, le processus de détachement n'est que fonction de la concentration en matière en suspension dans la première couche du biofilm.

$$R_{det} = r_{det} \times \frac{C_{X,k=2}}{X} \times \left( \frac{L_{f,max}}{L_{f,max} - L_f} - 1 \right) \quad \text{Équation 30}$$

Avec  $r_{det}$  le taux de détachement des composés particuliers (kg/m<sup>2</sup>.j),  $C_{X,k=2}$  la concentration du composé particulaire à la surface du biofilm (gMeS/m<sup>3</sup>),  $X$  la concentration totale des composés particuliers dans le biofilm (gMeS/m<sup>3</sup>),  $L_{f,max}$  l'épaisseur maximale du biofilm (m), et  $L_f$  l'épaisseur à l'instant  $t$  du biofilm (m). Le terme entre les parenthèses est un artefact de calcul permettant de maintenir l'épaisseur du biofilm  $L_f$  inférieure à l'épaisseur maximale. Quand l'épaisseur du biofilm tend vers  $L_{f,max}$ , la vitesse de détachement tend vers l'infini.

### I.3.3.3. L'épaisseur du biofilm

Dans le modèle de biofilm, l'épaisseur totale du biofilm ( $L_f$ ) est la somme des épaisseurs de chaque couche du biofilm. L'épaisseur de chaque couche est alors fonction de la concentration en MeS et de l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ).

$$L_f = \sum_{couches} \frac{X}{\rho_w \cdot MS} \times \frac{L_{f,max}}{k} \quad \text{Équation 31}$$

Avec  $X$  la concentration en MeS du biofilm (gMeS/m<sup>3</sup>),  $\tilde{n}_w$  la densité du biofilm mouillé (gMeS/m<sup>3</sup>),  $MS$  le contenu en matière sèche du biofilm (%), et  $k$  le nombre de couches constituant le biofilm. Nulle au départ, l'épaisseur du biofilm va plus ou moins augmenter au cours du temps jusqu'à atteindre une valeur constante proche de l'épaisseur maximale ( $L_{f,max}$ ).

### I.3.4. Les hypothèses du modèle

Tout modèle intègre des hypothèses simplificatrices pour limiter la complexité et les temps de calcul. Pour le modèle MBBR de GPS-X, ces hypothèses sont regroupées ci-dessous :

- § Le modèle MBBR / R3F est à une dimension et moyenne les concentrations sur un plan parallèle au substratum. Cependant, cette simplification n'induit que peu d'erreurs et diminue l'effort de calcul. En effet, selon Eberl *et al.* (2006) si l'aire du biomédia est grande par rapport à l'épaisseur du biofilm, les moyennes représentent des valeurs raisonnables et les gradients de concentration parallèles au biomédia sont négligeables par rapport aux gradients de concentration perpendiculaires au biomédia
- § Les phénomènes d'attachement et de détachement ne sont que fonction de la concentration du composé  $i$  par rapport à la concentration de l'ensemble des composés particuliers dans le volume liquide et à la surface du biofilm respectivement. La recherche scientifique a souligné l'effet de l'hydrodynamique sur ces phénomènes mais est incapable pour le moment d'élaborer des relations liant ces phénomènes. De même, le taux de remplissage du réacteur en biomédia n'est pas pris compte. Ainsi, une mauvaise estimation de la quantité de biomasse peut être induite par cette hypothèse. Une mesure de la masse de biofilm et de la concentration de biomasse autotrophe dans le biofilm devraient permettre de ne pas sur/sous-estimer la quantité de biomasse
- § L'épaisseur de la couche liquide limite est supposée constante. Dans un système où la vitesse en eau varie dans le temps, cette épaisseur fluctue également. Ainsi, une mauvaise estimation par le modèle des concentrations des composés solubles à la surface du biofilm et donc dans le biofilm est possible. La vitesse en eau dans le pilote étant négligeable par rapport à la vitesse constante des bulles d'air, responsables du mouvement des biomédias, l'épaisseur de la couche liquide limite ne doit pas varier énormément
- § La densité du biofilm est supposée constante. Seker *et al.* (1995) ont observé l'influence de l'épaisseur du biofilm sur sa densité. Ainsi, en sur/sous-estimant la densité du biofilm, une mauvaise estimation de la masse de biofilm est possible. Une mesure de la masse de biofilm doit permettre de se prémunir d'une telle erreur

Cette revue bibliographique nous a permis d'identifier les avancées scientifiques réalisées dans le domaine de l'évaluation de procédé et de modélisation de procédé. Les objectifs de la thèse, décrits dans la partie suivante, ont été définis de façon à constituer un travail de recherche original.



## I.4. CONCLUSION

---

Cette synthèse bibliographique a fait ressortir que le procédé MBBR est une technologie relativement répandue dans le monde, avec plus de 500 installations dans 50 pays depuis le début des années 90. Elle peut être utilisée à la fois en traitement du carbone et de l'azote des eaux résiduaires urbaines ou bien industrielles. Le procédé repose sur le développement d'une biomasse spécialisée sous forme de biofilm attaché à la surface de biomédias, mis en mouvement soit par insufflation d'air (réacteur aérobique), soit par brassage mécanique (réacteur anoxie).

Le procédé R3F de Vinci-Environnement, fondé sur la technologie MBBR, est récent (2005). L'intérêt de ces nouveaux biomédias (BMJ40, BMX2) est leurs surfaces spécifiques effectives ( $1700 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3 \text{ ordonné}$  et  $1200 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3 \text{ ordonné}$  respectivement) plus importantes que celles du BiofilmChip M ( $1200 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3 \text{ ordonné}$ ) et du K1 ( $500 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3 \text{ ordonné}$ ) qu'ils doivent concurrencer. Ainsi, il est attendu que ces biomédias induisent des ouvrages plus compacts que le procédé MBBR.

La revue bibliographique a également permis de voir que, si les modèles de biofilm sont répandus, peu de modèles MBBR existent (Ferrai *et al.*, 2010) et ceux-ci n'ont pas été validés. Une étude des modèles de biofilm et MBBR a été réalisée dans l'optique de choisir un modèle dynamique, à une dimension ou inférieure, et facilement utilisable. Il en résulte que le modèle MBBR / R3F de GPS-X offre le meilleur compromis entre simplicité et le nombre de mécanismes modélisés.

Les objectifs de thèse sont proposés dans le chapitre suivant.



## **I.5. OBJECTIFS DE LA THÈSE**

---

### **I.5.1. Évaluation de 3 biomédias nouveaux**

Le premier objectif de la thèse est l'évaluation de 3 biomédias (BMJ40, BMX2, et BMX1) en traitement du carbone et en nitrification. Ces biomédias, de surfaces spécifiques effectives plus importantes que leurs concurrents, sont récents (2008 pour le BMJ40 et le BMX2, et 2010 pour le BMX1); leur évaluation constitue donc une originalité. Plusieurs facteurs influençant les performances épuratoires seront étudiés : la charge, la température, le débit hydraulique avec un à-coup de charge, le ratio  $DCO_{filtrée} / N-NH_4$ . Une revue bibliographique sur les performances du procédé MBBR (employant d'autres biomédias) permettra également de comparer ces biomédias aux autres.

### **I.5.2. Élaboration d'un modèle calé et validé**

Le second objectif de la thèse est l'élaboration d'un modèle R3F calé et validé, étape encore jamais réalisée. Ce modèle dynamique à une dimension, décrit en I.3, provient de la plateforme de modélisation GPS-X.

Pour ce faire, une étude de sensibilité des paramètres du modèle sera réalisée afin d'élaborer un protocole de calage applicable au maximum de configurations. Ceci constitue un troisième point original de cette thèse puisqu'aucune méthodologie hiérarchisée de calage de modèle MBBR / R3F n'existe dans la bibliographie (Boltz *et al.*, 2011). Les paramètres et les données expérimentales à mesurer ( $M_{biofilm}$ ,  $NPR_{max}$ ,  $N-NH_4$  dans les effluents des réacteurs, ...) seront définis.

Le jeu de paramètres calé sera également testé sur une seconde série de données collectée à une autre période afin de le valider ou non.

### **I.5.3. Limites du modèle et voies d'amélioration**

Comme tout modèle, un certain nombre d'hypothèses simplificatrices sont faites dans le modèle de GPS-X, soit parce qu'elles ont peu d'impact sur les simulations, soit parce que les avancées scientifiques ne permettent pas encore de modéliser le processus en question, soit

parce qu'il a été décidé de diminuer les temps de calcul. Ainsi, un domaine d'application du modèle calé et validé sera proposé.

Après analyse des simulations obtenues avec le jeu de paramètres calé, les limites expliquant les erreurs de simulations seront identifiées, et des voies d'amélioration seront proposées.

Pour répondre aux différents objectifs énoncés précédemment, une méthodologie a été élaborée et est détaillée dans le chapitre II suivant.

# **CHAPITRE II : MATÉRIEL ET MÉTHODES**



## II.1. L'ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

---

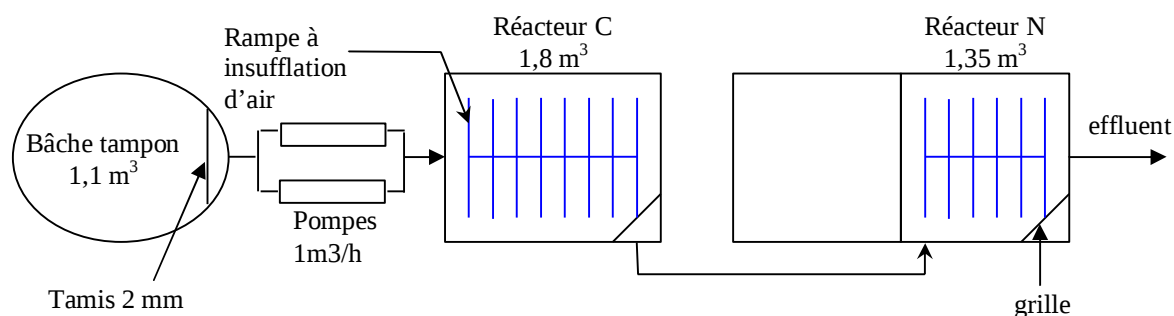
### II.1.1. Le site de Fontaines/Saône

Le site d'étude est la station d'épuration de Fontaines/Saône, d'une capacité nominale de 30 000 EH. Elle traite les eaux usées, principalement domestiques, de 14 communes. Son raccordement au réseau unitaire de certaines communes provoque ainsi des à-coups de charge hydrauliques. Du mois de janvier à août 2008, le débit moyen de temps sec était de  $5673 \text{ m}^3/\text{j}$  et de temps de pluie de  $9477 \text{ m}^3/\text{j}$ , induisant un ratio de 1,67.

### II.1.2. Le pilote

#### II.1.2.1. Description du pilote et de son équipement

Une installation pilote de taille semi-industrielle a été équipée et installée par le partenaire industriel Vinci-Environnement à Fontaines/Saône. En amont du pilote, un tamis de 3 mm d'espacement permet la séparation des matières en suspension grossières susceptibles de colmater les biomédias. Le pilote est constitué d'une bêche tampon, permettant l'homogénéisation à l'aide d'un agitateur en fonctionnement continu. Ensuite, deux réacteurs aérobies en séries constituent les étages du traitement du carbone, et du traitement de l'azote ammoniacal respectivement. Le réacteur carbone (réacteur C) est d'un volume de  $1,8 \text{ m}^3$  et le réacteur azote (réacteur N) est divisé en 2 réacteurs de  $1,35 \text{ m}^3$  chacun. Un seul de ces 2 réacteurs a été utilisé pour cette étude. Deux pompes à débit variable (débit maximal unitaire de  $1 \text{ m}^3/\text{h}$ ), permettent l'alimentation en eaux résiduaires urbaines du réacteur C. Celles-ci peuvent fonctionner en alternance ou en parallèle, selon le débit horaire imposé. Le réacteur N est alimenté gravitairement par le réacteur C. Des grilles placées en sortie de chaque réacteur permettent de maintenir les biomédias dans le réacteur. Le schéma du pilote est représenté sur la Figure 19.



**Figure 19 : Schéma du pilote R3F**

Un réseau de rampes (Figure 19), au fond des réacteurs, permet l'alimentation en oxygène de la biomasse et la fluidisation des biomédias, via 2 surpresseurs. Ce réseau de rampes (52 trous/m<sup>2</sup>, trous de 1 à 2 mm de diamètre) produit des moyennes bulles.

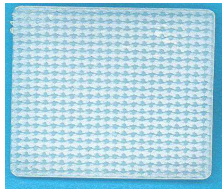
Le pilote est équipé d'instruments de mesure en ligne permettant le suivi à un pas de temps d'une minute de la conductivité, de la température et de la turbidité dans la bâche tampon, du potentiel d'oxydoréduction, de la concentration en O<sub>2</sub> et de la température dans le réacteur C et N, et d'une mesure supplémentaire du pH dans le réacteur N.

Un équipement de préleveurs automatiques permet un prélèvement asservi dans le temps à 3 points de prélèvements : entrée du pilote, et sortie des réacteurs C et N. L'échantillonnage est récolté dans un seul bidon par point de prélèvement.

### II.1.2.2. Description des 3 biomédias étudiés

Plusieurs types de biomédias ont été étudiés afin d'évaluer leur performance en traitement de l'azote et du carbone. Leurs caractéristiques sont regroupées dans le Tableau 10. La caractéristique prépondérante est la surface spécifique effective ( $S_{spé}$ ) en m<sup>2</sup> interne / m<sup>3</sup> biomédias bien ordonnés. Cependant, cette surface surestime la surface effective colonisable par la biomasse puisque dans le réacteur, les biomédias sont posés « en vrac » et non ordonnés. Ainsi, pour cette étude, la surface effective utile ( $S_{utile}$ ) est définie et représente une estimation de la surface colonisable par la biomasse par m<sup>3</sup> de biomédia « en vrac ». Selon Ødegaard *et al.* (1999), cette surface effective représente 50 à 70% de la surface spécifique effective. Pour cette étude, nous disposons des données de Vinci-Environnement.

**Tableau 10 : Caractéristiques des biomédias étudiés pendant le suivi du pilote**

|                                                       | BMX2                                                                              | BMJ40                                                                              | BMX1                                                                                |
|-------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Traitement visé par l'étude                           | Carbone                                                                           | Azote ammoniacal                                                                   | Carbone et azote ammoniacal                                                         |
| Périodes d'utilisation                                | juillet 2009 - avril 2010 pour C                                                  | juillet 2009 - juillet 2010 pour N                                                 | mai 2010 - mars 2011 pour C<br>août 2010 – mars 2011 pour N                         |
| $S_{spé}$ (m <sup>2</sup> / m <sup>3</sup> ordonné)   | 1200                                                                              | 1700                                                                               | 500                                                                                 |
| $S_{utile}$ (m <sup>2</sup> / m <sup>3</sup> en vrac) | 1000                                                                              | 960                                                                                | 431                                                                                 |
| Densité                                               | 0,96 kg/m <sup>3</sup>                                                            | 0,96 kg/m <sup>3</sup>                                                             | 0,96 kg/m <sup>3</sup>                                                              |
| Dimensions (mm)                                       | Diamètre : 4,5<br>Épaisseur : 7                                                   | Côtés : 39<br>Épaisseur : 3                                                        | Diamètre : 9<br>Épaisseur : 7                                                       |
| Photos                                                |  |  |  |

En raison de sa surface spécifique effective, le BMX2 est dimensionné à l'origine pour le traitement de l'azote ammoniacal. Cependant, dans cette étude, ce biomédia n'a été employé que pour le traitement du carbone, le BMJ40 étant dimensionné pour le traitement de l'azote ammoniacal.

### II.1.2.3. Caractéristiques de l'eau usée brute appliquée au pilote

Le pilote R3F a été raccordé à la station d'épuration de Fontaines/Saône afin d'être alimenté, via une pompe immergée, en eau brute prétraitée (dégrilleur, déshuileur, déssableur). Un suivi régulier des paramètres classiques a permis de caractériser l'effluent alimentant le pilote (Tableau 11).

**Tableau 11 : Moyennes annuelles des concentrations des eaux résiduaires urbaines du pilote**

| Années        | MeS<br>(mg/L) | MVS<br>(%MeS) | DBO <sub>5</sub><br>(mg/L) | DCO<br>(mg/L) | DCO <sub>fil</sub><br>(mg/L) | NTK<br>(mg/L) | N-NH <sub>4</sub><br>(mg/L) | N-NO <sub>2</sub><br>(mg/L) | N-NO <sub>3</sub><br>(mg/L) |
|---------------|---------------|---------------|----------------------------|---------------|------------------------------|---------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 2009 (n = 28) | 201           | 85            | 154                        | 393           | 119                          | 47,0          | 31,3                        | 0,1                         | 0,5                         |
| 2010 (n = 46) | 190           | 79            | 122                        | 365           | 98                           | 45,9          | 31,6                        | 0,2                         | 0,6                         |
| 2011 (n = 21) | 189           | -             | 114                        | 363           | 99                           | 47,8          | 32,2                        | 0,3                         | 0,6                         |

Au regard des moyennes annuelles des concentrations des paramètres classiques, l'effluent arrivant sur le pilote est :

- § Dilué d'un facteur proche de 2 pour la DCO, la DBO<sub>5</sub>, le Nk et le N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (valeurs pour une eau résiduaire urbaine moyennement chargée : 740 mgDCO/L, 350 mgDBO<sub>5</sub>/L, 80 mgNk/L et 50 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L respectivement) (Henze *et al.*, 1996)
- § La concentration en MeS est proche de la valeur moyenne (250 mgMeS/L)
- § Un ratio N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> / Nk de 65%

On en déduit que cet effluent est dilué d'un facteur 2, avec une fraction particulière importante comparée à la fraction soluble. Il est supposé que des eaux claires parasites chargées en matières en suspension et issues de la nappe phréatique de la Saône pénètrent le réseau de Fontaines/Saône et diluent l'effluent domestique. Seules les matières en suspension restent à concentration moyenne.

### II.1.3. Le suivi long terme du pilote

#### II.1.3.1. La charge étudiée

Les valeurs de dimensionnement à 10°C retenues par le constructeur et qui seront testées, apparaissent au Tableau 12.

**Tableau 12 : Valeurs de dimensionnement de Vinci-Environnement à 10°C**

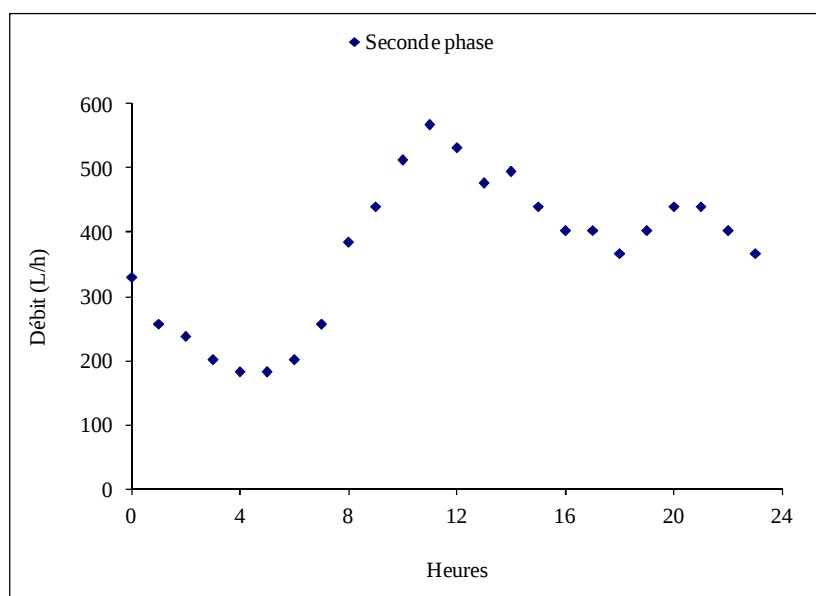
|                                                                     | Performance désirée<br>(rendement ou rejet) | Charge surfacique appliquée<br>(g/m <sup>2</sup> interne.j) |
|---------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| Traitement DBO <sub>5</sub> en 1 <sup>er</sup> étage                | 92 %                                        | 3,9                                                         |
| Traitement N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> en 2 <sup>ème</sup> étage | 3 mg/L                                      | 0,5                                                         |

L'objectif de traitement de l'azote ammoniacal est un rejet inférieur à 3 mgN-NH<sub>4</sub>/L, ce qui correspond à un rendement de 90% pour la charge appliquée.

Deux phases de débit ont été appliquées au pilote. Dans un premier temps, le procédé est étudié à débit horaire constant. La concentration de l'eau usée brute fluctuant suivant la

période de l'année (mois secs, pluvieux), et afin d'atteindre les charges de dimensionnement, les débits journaliers moyens ont été soit de  $13,5 \text{ m}^3/\text{j}$ , soit de  $27 \text{ m}^3/\text{j}$ .

Dans un second temps, le procédé est étudié à débit horaire variable. La courbe de débit du site de Fontaines/Saône (Figure 20) est appliquée, et pour les mêmes raisons que précédemment, les débits journaliers moyens sont soit de  $6 \text{ m}^3/\text{j}$ , soit de  $10 \text{ m}^3/\text{j}$  ou soit de  $13,5 \text{ m}^3/\text{j}$ .



**Figure 20 : Courbe de débit appliquée au pilote. Exemple du débit journalier de  $10 \text{ m}^3/\text{j}$**

### II.1.3.2. L'échantillonnage

Des prélèvements réguliers (2 fois par semaine) ont été effectués par 3 échantillonneurs réfrigérés asservis au débit. Ils permettent d'effectuer des échantillons journaliers en entrée et en sortie du réacteur C et en sortie du réacteur N. Les prélèvements sont ensuite analysés par le laboratoire de chimie des eaux de l'Irstea de Lyon pour mesurer les concentrations des paramètres classiques. La fréquence d'analyse et les paramètres analysés sont rassemblés dans le Tableau 13.

**Tableau 13 : Paramètres mesurés en entrée et en sortie des réacteurs C et N**

| Paramètres                                                                                                                                | Fréquence           |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|
| DCO, DCO <sub>filtrée</sub> , MeS, N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , N-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , N-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , NTK | 2 fois / semaine    |
| MVS                                                                                                                                       | 1 fois / mois       |
| DBO <sub>5</sub>                                                                                                                          | 1 fois / 2 semaines |
| HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                                                                                                             | 1 fois / mois       |

Les méthodes d'analyses employées par le laboratoire sont les méthodes d'analyses standard européennes (NF EN) : MeS (NF EN 872 ou NF T 90-105-2, filtration sur fibres en verre puis pesée différentielle après séchage à 105°C ou centrifugation), MVS (non standardisé, calcination à 550°C sur les MeS), DCO (NF T 90-101, oxydation à chaud du dichromate de potassium et dosage colorimétrique au sel de Mohr), DBO<sub>5</sub> (NF EN 1899-1, dilution puis ensemencement avec apport d'allylthiourée), NTK (NF EN 25663, minéralisation en milieu acide, distillation, colorimétrie), N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (NF T 90-015-2, distillation puis colorimétrie), N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup> (NF EN 26777, spectrophotométrie), N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (NF EN ISO 10 304, chromatographie ionique), et HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (NF EN ISO 9963-1, titrimétrie). La filtration est réalisée par filtre à 0,45 µm.

### II.1.3.3. Estimation des performances du procédé

#### Performances du réacteur C

Bien que la charge de dimensionnement soit exprimée en DBO<sub>5</sub>, ce paramètre n'a pas été retenu pour le suivi régulier du procédé en raison de la lourdeur analytique liée à cette mesure. Les performances en traitement du carbone ont donc été transposées en DCO<sub>totale</sub> ou en DCO<sub>filtrée</sub>, selon les approches décrites ci-dessous :

**Approche 1** : la charge de dimensionnement est calculée en terme de DCO<sub>totale</sub> en utilisant le ratio DCO<sub>totale</sub> / DBO<sub>5</sub> calculé sur la période étudiée. Ainsi, la charge de dimensionnement, exprimée en gDCO<sub>totale</sub>/m<sup>2</sup>.j, est déterminée de la façon suivante :

$$Ch_{appliquée} = 3,9 \times \frac{DCO_{totale}}{DBO_5} \quad \text{Équation 32}$$

Le rendement est également réévalué selon des hypothèses et des formules décrites en Annexe 3. En général, les performances du traitement du carbone sont calculées entre l'entrée d'un

réacteur biologique et la sortie d'un clarificateur. Le pilote ne disposant pas de clarificateur, il a été fait l'hypothèse que ce bilan équivaut à un bilan entre la  $DCO_{totale}$  en entrée et la  $DCO_{filtrée}$  en sortie du réacteur C. D'où :

$$r_1 = \frac{DCO_{totale, entrée} - DCO_{filtrée, sortie}}{DCO_{totale, entrée}} \quad \text{Équation 33}$$

Cette approche, simulant l'effet d'un clarificateur parfait, surestime les performances réelles du procédé. Une seconde approche a donc été envisagée :

**Approche 2 :** la charge de dimensionnement est calculée en termes de  $DCO_{filtrée}$ , sur le même principe que l'approche 1. Le ratio  $DCO_{filtrée} / DBO_5$  est calculé sur la période étudiée. Le calcul du rendement est décrit en Annexe 3. En pratique, un simple bilan de la  $DCO_{filtrée}$  en entrée et en sortie est réalisé.

$$r_2 = \frac{DCO_{filtrée, entrée} - DCO_{filtrée, sortie}}{DCO_{filtrée, entrée}} \quad \text{Équation 34}$$

Cette approche sous-estime les performances réelles du procédé, étant donné qu'une charge non quantifiable de  $DCO_{filtrée}$  est produite par hydrolyse de la  $DCO_{particulaire}$  et se rajoute donc au bilan en entrée.

L'emploi des 2 approches permet d'encadrer les performances réelles du procédé.

### Performances du réacteur N

Pour évaluer le procédé en traitement de l'azote ammoniacal, des bilans entrée / sortie du réacteur N sur l'azote ammoniacal ont été réalisés.

#### II.1.3.4. Mesure du transfert d'oxygène

##### En eau claire

Afin de quantifier les performances du procédé en termes de transfert d'oxygène dans des conditions standards, des essais d'aération en eau claire ont été réalisés. Le protocole suivi pour ces essais en eau claire est celui décrit par la norme NF 12255-15. La manipulation

consiste à désoxygéner le volume d'eau claire du réacteur et de mesurer, à plusieurs profondeurs du bassin, la réoxygénation après mise en route du système d'aération.

Du sulfite de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) est utilisé pour la désoxygénation. Pour éliminer 1 kg d'oxygène dissous, 8 kg de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  sont nécessaires. Du cobalt (chlorure  $\text{CoCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$  ou sulfate  $\text{CoSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ ) est employé pour catalyser la réaction de désoxygénation. Pour cette étude, une concentration de 0,5 mgCo/L est suffisante.

Ces essais permettent de déterminer plusieurs paramètres liés à l'efficacité du procédé en termes de transfert d'oxygène dans le volume liquide :

- §  $k_{La20} = k_{LaT} \times 1,024^{20-T}$  : vitesse de transfert de l'oxygène dans le volume d'eau claire à un réglage donné du système d'aération, ramené à la température standard de l'eau  $T = 20^\circ\text{C}$ . Elle est exprimée en  $\text{h}^{-1}$
- §  $C_{O_2, 20} = C_{O_2, p, T} \times (C_{O_2, St, 20} / C_{O_2, St, T}) \times (p_{St} / p)$  : concentration en oxygène à saturation durant l'essai, ramené à la température standard de l'eau  $T = 20^\circ\text{C}$ . Durant l'essai, la température  $T$ , la pression  $p$  et la concentration en oxygène à saturation  $C_{O_2, p, T}$  sont mesurées. Un abaque permet de déterminer à la pression standard  $p_{St}$  (1013 hPa), la concentration en oxygène à saturation à  $20^\circ\text{C}$  ( $C_{O_2, St, 20}$ ) et à la température de l'essai ( $T$ ). Cette concentration est exprimée en  $\text{mgO}_2/\text{L}$
- §  $AH_{St} = V \times k_{La20} \times C_{O_2, 20} / 1000$  : apport horaire en oxygène dans les conditions standard (température de l'eau  $T = 20^\circ\text{C}$ , pression  $p = 1013$  hPa, concentration nulle en oxygène dissous) pour un volume d'eau  $V$  donné et pour un réglage donné du système d'aération. Il est exprimé en  $\text{kgO}_2/\text{h}$
- §  $RO_{St}/m = 100 \times AH_{St} / (h_D \times Q_{air} \times 0,299)$  : pourcentage d'oxygène absorbé par mètre d'immersion des diffuseurs ( $h_D$ , m) dans les conditions standards et pour un réglage donné du système d'aération

Ces essais en eau claire, ont été réalisés sans et avec le biomédia BMX1, afin de déterminer son influence sur le transfert de l'oxygène.

### En boue

À la suite des essais en eau claire, des essais d'aération en boue ont été réalisés afin de connaître l'efficacité du procédé dans les conditions de fonctionnement. Le protocole, conformément à la méthode des bilans gazeux (Annexe 4), mesure la différence entre les quantités d'oxygène entrant et sortant du bassin. En régime permanent, cette différence correspond à la quantité d'oxygène transférée de la phase gazeuse à la phase liquide.

Le coefficient de transfert d'oxygène en boue  $k_{La}'$  ( $h^{-1}$ ) équivaut au produit du coefficient en eau claire ( $k_{La}$ ) et d'un coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue  $\alpha$  (-). Ces 2 derniers paramètres constituent des paramètres d'entrée du modèle Mantis, qu'il est nécessaire de renseigner.

#### **II.1.3.5. Caractérisation de la fluidisation**

La fluidisation des biomédias a été caractérisée selon un critère visuel. Ainsi, l'hypothèse d'une bonne fluidisation est faite lorsqu'aucune zone morte en surface du volume liquide n'est observée. En pratique, les débits d'air inférieurs à  $20 \text{ m}^3/h$  ont été étudiés. Les débits supérieurs n'ont pas été étudiés car ceux-ci ne correspondent à aucune réalité d'exploitation. Pour un taux de remplissage et un type de biomédia donnés, le test consiste à déterminer la vitesse ascensionnelle la plus faible pour laquelle aucune zone morte n'est observée.

Les biomédias BMX2, BMJ40 et BMX1 ont été étudiés pour des taux de remplissage de 60%, 35% et 60% respectivement.

#### **II.1.3.6. Le traçage hydraulique**

Un traçage hydraulique au sel ( $\text{NaCl}$ ) a été mené afin de caractériser le comportement hydraulique du procédé et de déterminer le temps de séjour hydraulique. Ce traçage consiste à introduire instantanément (effet pulse) une masse de sel donnée en entrée du réacteur et de mesurer la conductivité au cours du temps.

Préalablement à l'introduction du sel ( $\text{NaCl}$ ), un étalonnage est réalisé afin d'établir une relation entre la concentration de sel et la conductivité, seul paramètre mesuré lors du traçage.

Ainsi, la conductivité a été mesurée dans l'eau usée du réacteur C et N pour les concentrations en sel de 0 à 8 gNaCl/L, tous les 1 gNaCl/L.

Ce traçage a été réalisé pour un débit constant de 450 L/h (HRT : 3h dans C, et 2h dans N). Une masse de 6,2 kgNaCl a été introduite dans le volume liquide de 1450 L du réacteur C. Une masse de 4,2 kgNaCl a été introduite dans le volume de 1012 L du réacteur N. Connaissant la limite de solubilité du sel (400 gNaCl/L), celui-ci a été dissous totalement dans un volume de 15,7 L et 10,7 L pour les réacteurs C et N respectivement, afin de l'introduire instantanément en entrée des réacteurs, conformément au protocole.

Un traitement mathématique des mesures de conductivité permet par la suite d'évaluer la masse de sel récupérée en sortie. Dans le cas où celle-ci est égale à la totalité de la masse de sel introduite, le nombre de réacteur complètement mélangé en série qui décrit le mieux le comportement hydraulique du réacteur et le temps de séjour hydraulique peuvent être estimés. Ainsi, le traçage hydraulique permet de confirmer ou affirmer l'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé faite dans le modèle Mantis.

Le détail du traitement mathématique des mesures de conductivité et la détermination de la courbe d'étalonnage sont en Annexe 5.

En parallèle du suivi en performances du pilote, l'élaboration d'un modèle va permettre de répondre aux objectifs de la thèse. La démarche pour obtenir ce modèle calé et validé est décrite dans la partie suivante.

## II.2. LA MODÉLISATION

---

### II.2.1. Détermination des paramètres et variables en vue du calage

#### II.2.1.1. Fractionnement des eaux résiduaires urbaines

Le fractionnement de l'eau résiduaire urbaine du pilote consiste à estimer les fractions de la DCO et du NG définies en Annexe 6.

Dans l'eau résiduaire urbaine du pilote, la biomasse hétérotrophe ( $X_{BH}$ ) et autotrophe ( $X_{BA}$ ) est supposée nulle. En effet, ces fractions peuvent être considérées comme négligeables devant les autres fractions de la DCO, étant donné que le pilote est alimenté par une eau résiduaire urbaine après dégrilleur, déssableur, déshuileur. En conséquence, la fraction non biodégradable des particules issues des cellules mortes ( $X_U$ ) est considérée nulle, elle aussi. Ainsi, dans le cas de l'étude, seules les fractions  $S_I$ ,  $S_S$ ,  $X_S$ , et  $X_I$  composent la DCO de l'eau résiduaire urbaine du pilote.

En général, il existe 2 méthodes pour caractériser les fractions de la DCO dans les eaux résiduaires urbaines (Choi *et al.*, 2005) : l'une basée sur une filtration combinée avec un suivi long terme de la DBO (Roeleveld and Van Loosdrecht, 2002; Servais *et al.*, 1995), l'autre basée sur un respirogramme (Brouwer *et al.*, 1998). Le protocole de Roeleveld et Loosdrecht (2002) est basé sur une méthode physico-chimique de coagulation-floculation-filtration caractérisant la fraction soluble de la DCO, combinée avec un suivi long-terme (10 - 20 jours) de la DBO déterminant la fraction biodégradable de la DCO. Cette méthode, simple de mise en œuvre, semble surestimer la quantité de la fraction soluble biodégradable de la DCO (Choi *et al.*, 2005). La méthode basée sur un respirogramme est plus précise mais demande plus d'effort de mise en œuvre et d'interprétation des résultats (Choi *et al.*, 2005). Cette méthode calcule la concentration biodégradable soluble ( $S_S$ ) et la concentration biodégradable particulaire ( $X_S$ ). Le pic de respiration correspond à la DCO biodégradable soluble, tandis que la lente diminution de la respiration correspond à la DCO biodégradable particulaire (Brouwer *et al.*, 1998).

Une adaptation de la méthode physico-chimique de fractionnement de la DCO a été retenue, en raison de sa simplicité de mise en œuvre. Celle-ci est décrite en Annexe 6.

Concernant l'azote, et suite aux hypothèses faites précédemment, seules les fractions  $S_{nh}$ ,  $S_{nd}$ ,  $X_{nd}$ ,  $f_{uh} \times X_i$  et  $S_{no}$  composent l'azote global. Les fractions  $S_{nh}$  et  $S_{no}$  sont mesurables directement. Les fractions  $S_{nd}$  et  $X_{nd}$  sont supposées égales et sont obtenues en faisant la différence entre l'azote Kjeldhal (NTK) et le  $S_{nh}$  et le  $f_{uh} \times X_i$ .

L'application d'un tel protocole de fractionnement a pour but de relier les fractions élémentaires à la  $DCO_{totale}$ , la  $DCO_{filtrée}$ , et le NTK. En effet, pendant la campagne de collecte de données en vue de la modélisation, seules ces paramètres classiques seront mesurés fréquemment.

### II.2.1.2. Constitution d'un jeu de paramètres initial

#### Surface effective utile du BMX1 ( $S_{eff}$ )

La surface effective utile définie en II.1.2.2 est un paramètre d'entrée du modèle qu'il convient de renseigner. Ainsi la valeur de  $431 \text{ m}^2/\text{m}^3$  donnée en II.1.2.2 pour le BMX1 a été retenue.

#### Volume d'eau déplacé par les biomédias

Un test a été mené afin d'établir le volume d'eau déplacé par  $\text{m}^3$  de BMX1 pour les taux de remplissage de 44% dans le réacteur C, et 60% pour le réacteur N. Ainsi, un réacteur de 5 L a été rempli au taux de remplissage voulu. Le volume d'eau usée à rajouter pour atteindre un volume de 5 L est mesuré. La différence entre les 5 L du réacteur et l'eau rajoutée correspond au volume d'eau déplacé par les biomédias.

Le ratio entre le volume d'eau déplacé et le volume de biomédia correspond au volume d'eau déplacé par  $\text{m}^3$  de biomédias.

#### Épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ )

Les Équations 16 et 17 définies en I.2.3.3 sont utilisées en première approche pour estimer l'ordre de grandeur de ce paramètre. Il existe une valeur de  $L_L$  par composé soluble, par vitesse d'eau et par longueur caractéristique. Ainsi, une gamme de valeurs a été calculée par

réacteur. Une valeur parmi cette gamme de  $L_L$  constituera la valeur initiale en vue du calage. Les gammes étudiées sont pour les constantes :

- § La longueur caractéristique  $d_p$  a été étudiée pour les valeurs de 9 et 10 mm pour le BMX1
- § La vitesse de l'eau  $U$  est considérée égale à celle de l'air. En effet, la vitesse de l'eau induite par l'alimentation est négligeable (remplissage du réacteur par déversement). Les valeurs étudiées sont alors 0,23 et 0,46 cm/s
- § La viscosité de l'eau  $\mu$  est prise égale à  $1,307 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
- § Les constantes  $A$ ,  $B$ ,  $m$  et  $n$  sont prises égales à 2 - 0,8 -  $\frac{1}{2}$  et respectivement (Boltz and Daigger, 2010) initialement déterminées pour des billes sphériques par Rowe *et al.* (1965)

L'annexe 7 rassemble les valeurs de l'épaisseur de la couche liquide limite par biomédia, longueur caractéristique ( $d_p$ ), vitesse en eau ( $U$ ) et par coefficient de diffusion.

### Épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ )

L'épaisseur est supposée maximale quand le régime de fonctionnement est stable. Elle est calculée à partir de la masse de biomasse  $M_{\text{biofilm}}$  mesurée. L'épaisseur maximale du biofilm est estimée de la façon suivante :

$$L_{f,max} = \frac{M_{\text{biofilm}}}{1000 \times d \times MS \times S_{\text{dév}}} \quad \text{Équation 35}$$

Où  $M_{\text{biofilm}}$ , (gMeS) représente la masse du biofilm sec mesurée en régime stabilisé,  $S_{\text{dév}}$  ( $\text{m}^2$ ) représente la surface utile développée par le volume de biomédia, et calculée via la surface effective utile,  $d$  représente la densité du biofilm mouillé et est prise égale à  $1020 \text{ kg/m}^3$ ,  $MS$  représente le contenu en matière sèche et est pris égal à 0,1.

### Le taux de mortalité autotrophe ( $b_A$ )

Plusieurs études ont proposé des protocoles de détermination du taux de mortalité autotrophe. Spanjers et Vanrolleghem (1995) ont proposé d'utiliser la respirométrie pour la détermination du taux mortalité. En mesurant la respiration d'un échantillon à bas ratio S/X ( $\sim 20$ ), et après addition d'acétate et d'ammonium, Spanjers et Vanrolleghem (1995) ont mesuré une valeur de  $0,11 \text{ j}^{-1}$ .

Salem *et al.* (2006) ont proposé un nouveau protocole qui consiste à mesurer la vitesse de nitrification d'une boue à deux moments différents. Le premier moment sert de référence, le second a lieu après un moment  $t_d$  pendant lequel la boue est privée de substrat et voit la concentration de biomasse nitrifiante diminuée. Si le taux maximum de croissance et le rendement des bactéries autotrophes sont considérés constants, alors la diminution de la concentration de la biomasse nitrifiante est seulement due à la mortalité de cette biomasse. La courbe logarithmique du ratio de ces deux vitesses de nitrification représente une pente proportionnelle au taux de mortalité autotrophe. Ainsi, Salem *et al.* (2006) ont mesuré une valeur de  $0,2 \text{ j}^{-1}$ .

Les modèles de boues activées emploient dans leur grande majorité des valeurs dans la gamme  $0,04 - 0,15 \text{ j}^{-1}$  (Henze *et al.*, 2000a; Lee and Oleszkiewicz, 2003). Les faibles valeurs ( $0,04 \text{ j}^{-1}$ ) entraînent, en pratique, le réajustement systématique du taux maximum de croissance autotrophe, en fonction du temps de résidence des boues. Dernièrement, Choubert *et al.* (2009) ont réévalué la valeur du taux de mortalité autotrophe à  $0,17 \text{ j}^{-1}$  et  $0,13 \text{ j}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$  et  $10^\circ\text{C}$  respectivement pour des procédés à boues activées. Ces valeurs ont été mesurées sur un échantillon de 13 stations de type boue activée ; elles sont retenues pour la simulation du procédé.

### Le taux de mortalité hétérotrophes ( $b_H$ )

Pour cette étude, des valeurs par défaut à  $0,62 \text{ j}^{-1}$  et  $0,2 \text{ j}^{-1}$  à  $20$  et  $10^\circ\text{C}$  respectivement ont été retenues pour la simulation. Ces valeurs sont largement employées par le « IWA task group on mathematical modelling for design and operation of biological wastewater treatment » (Henze *et al.*, 2000b).

Le taux maximum de croissance autotrophe ( $\mu_{A,max}$ )

Une large gamme de taux maximum de croissance des bactéries autotrophes existe dans la littérature : 0,25 - 1,23  $j^{-1}$  (Copp and Murphy, 1995), 0,55 - 1,62  $j^{-1}$  (Cinar *et al.*, 1998), 1  $j^{-1}$  (Novák *et al.*, 1994), 0,45  $j^{-1}$  à 10°C et 0,8  $j^{-1}$  à 20°C (Choubert *et al.*, 2005; Choubert *et al.*, 2007), 0,9 - 2  $j^{-1}$  (Koch *et al.*, 2000). Selon Su *et al.* (2008), ces variations d'une étude à une autre sont attribuées à 2 facteurs : les caractéristiques des eaux résiduaires urbaines et les différences dans les méthodes d'estimation. Novák *et al.* (1994) avancent l'influence d'un autre facteur : le ratio substrat sur biomasse ( $S / X$ ). En effet, le ratio  $S / X$  en début d'expérimentation détermine la proportion des groupes d'autotrophes. Durant l'expérimentation, les fractions de chaque groupe changent et la valeur de  $\mu_{A,max}$  reflète seulement le potentiel du groupe possédant le plus grand taux de croissance.

Dans la littérature, il existe de nombreuses méthodes de détermination du taux maximum de croissance des bactéries autotrophes (Novák *et al.*, 1994; Salem *et al.*, 2006; Spanjers and Vanrolleghem, 1995; Su *et al.*, 2008; Vanrolleghem *et al.*, 1999). Ces méthodes conjuguent toutes l'emploi d'un batch test ou d'une respirométrie avec un modèle de nitrification. Cependant, elles aboutissent à l'estimation d'un  $\mu_{A,max}$  en prenant une valeur du taux de mortalité  $b_A$  par défaut. Or, Choubert *et al.* (2005) ont démontré qu'il existe plusieurs couples ( $\mu_{A,max}$ ,  $b_A$ ) possibles pour simuler la même vitesse de nitrification (Figure 21).

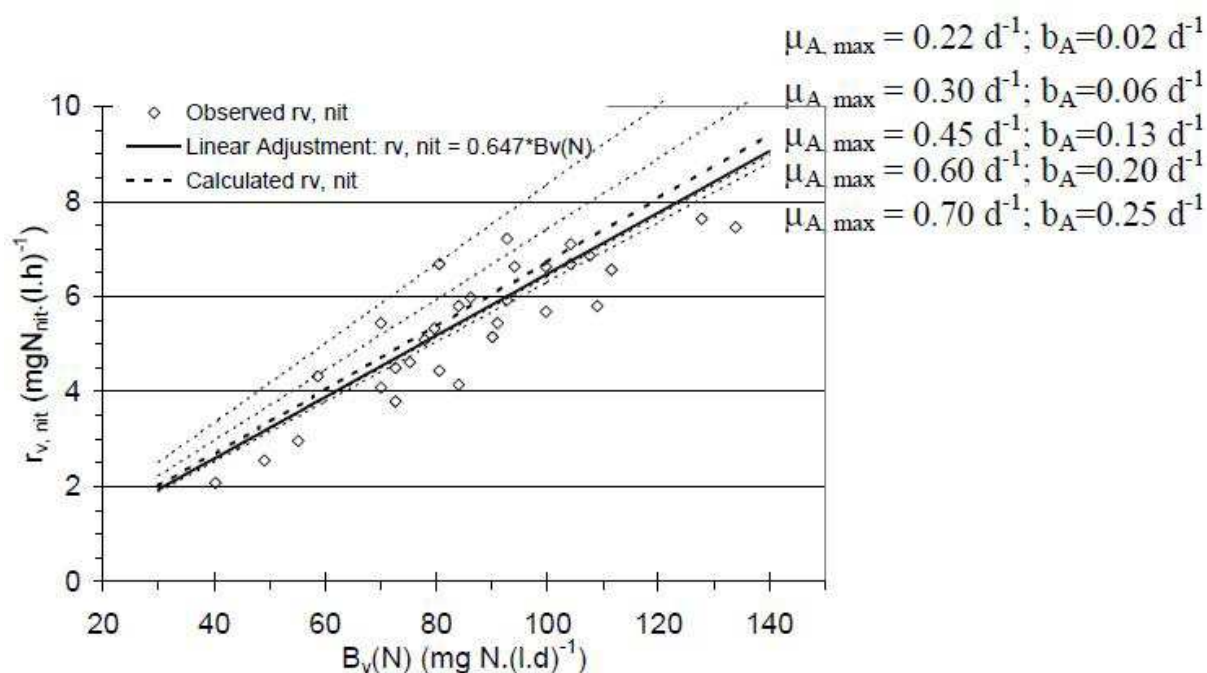


Figure 21 : Vitesse de nitrification mesurée et simulée avec différents couples ( $\mu_{A,max}$ ,  $b_A$ ) (Choubert *et al.*, 2005)

Sur la Figure 21, on peut lire la vitesse de nitrification réelle ( $r_{v,nit}$ ) mesurée et simulée en fonction de la charge volumique azotée appliquée sur tous les réacteurs ( $B_v(N)$ ).

Du fait de la lourdeur de mise en œuvre des protocoles de détermination de  $\mu_{A,max}$  connus et de la grande variabilité du paramètre, la valeur de  $0,55 \text{ j}^{-1}$  à  $10^\circ\text{C}$  calculée par Choubert *et al.* (2007), après un bilan de 15 années d'investigation de pilotes et stations, est retenue pour la simulation. Toutefois, cette valeur constitue une valeur par défaut et un ajustement pendant l'étape de calage est donc possible.

### Le taux maximum de croissance hétérotrophe ( $\mu_{H,max}$ )

De nombreux protocoles de détermination du taux maximum de croissance des bactéries hétérotrophes ont également été proposés. Novák *et al.* (1994) mesurent un taux de  $4 \text{ j}^{-1}$  en utilisant une méthode combinant simulations mathématiques (modèle ASM1) et batch tests, mesurant les vitesses maximales de consommation de l'oxygène. Un simple batch-test renvoie une valeur de  $10 \text{ j}^{-1}$ . Novák *et al.* (1994) expliquent une telle différence par le ratio  $S / X$  élevé, favorisant ainsi le développement des bactéries hétérotrophes au taux maximum de croissance le plus élevé.

Pour le modèle, la valeur de  $3 \text{ j}^{-1}$  à  $10^\circ\text{C}$  est retenue pour la modélisation du procédé. Cette valeur est largement employée par le « IWA task group on mathematical modelling for design and operation of biological wastewater treatment » (Henze *et al.*, 2000b).

### Comportement hydraulique du modèle

Le traçage au sel permet, en plus de confirmer ou infirmer l'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé, de vérifier le comportement hydraulique du modèle.

Pour cela, les mesures de conductivité sont converties en concentration de sel NaCl grâce à un étalonnage. La diminution de la concentration en sel mesurée lors du traçage est ensuite simulée avec le logiciel GPS-X. La concentration en sel mesurée correspond à la concentration en matière organique soluble non biodégradable ( $S_i$ ) simulée. On simule le traçage hydraulique de la manière suivante :

- § Initialement, la concentration de  $S_I$  dans le volume liquide est égale à la concentration en sel mesurée à l'instant  $t = 0$  pendant le traçage
- § Les concentrations des autres fractions élémentaires dans le volume liquide et dans les couches du biofilm sont mises égales à zéro

Les valeurs de  $S_I$  simulées sont ensuite comparées aux valeurs de concentration en sel NaCl mesurées dans le réacteur. L'adéquation des 2 courbes permet de caler le comportement hydraulique du modèle.

### II.2.1.3. Mesures complémentaires

La mesure de la masse de biofilm sec ( $M_{\text{biofilm}}$ ) et de la vitesse maximale de nitrification ( $\text{NPR}_{\text{max}}$ ) ont été réalisées afin de comparer ces variables avec les valeurs simulées.

#### Masse du biofilm sec ( $M_{\text{biofilm}}$ )

Inspiré de plusieurs protocoles (Rusten *et al.*, 1998; Vigne *et al.*, 2007), le protocole appliqué pendant cette étude consiste à prélever 200 biomédias BMX1 dans le réacteur. Après passage à l'étuve à 105°C pendant 10 jours, une pesée est réalisée :  $M_{\text{biomasse} + \text{biomédia} + \text{coupelle}}$

Les biomédias sont ensuite entièrement lavés (eau chlorée et frottage), avant d'être à nouveau passés à l'étuve pendant 10 jours puis pesés :  $M_{\text{biomédia} + \text{coupelle}}$

L'utilisation d'un dessiccateur permet de peser un poids sec. La différence des 2 masses permet d'évaluer la masse du biofilm sec sur 200 BMX1. Cette quantité de biomédia représentant un volume de 190 mL, le calcul de la masse du biofilm sec dans le réacteur est possible en connaissant le volume total des biomédias dans le réacteur.

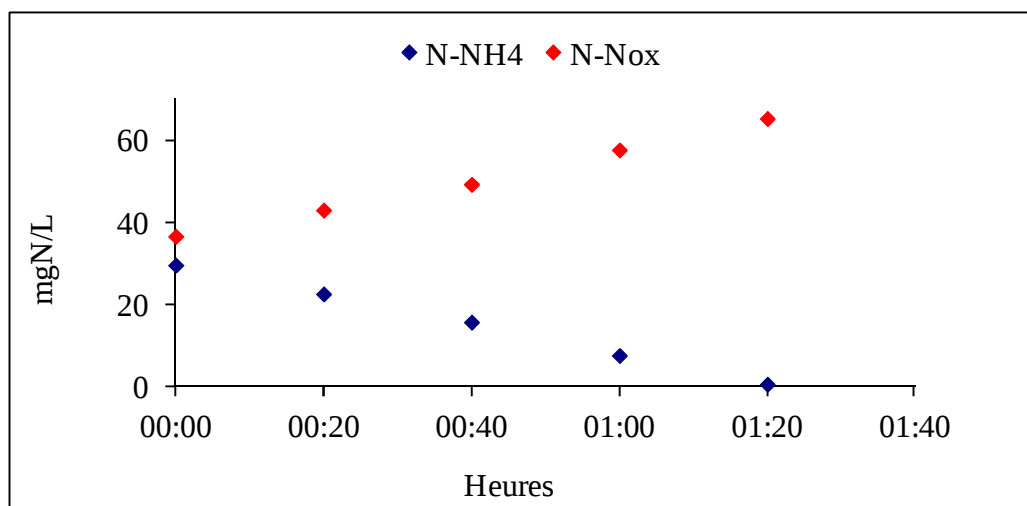
Par le biais de ce protocole, il est également possible de déterminer le taux d'ensemencement en  $\text{gMeS/m}^2$  interne en connaissant le volume du réacteur, son taux de remplissage et la surface effective utile du biomédia. Ce paramètre est regardé pour comprendre les résultats de fluidisation.

### La vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ )

La vitesse maximale de nitrification permet de déterminer le potentiel maximal de la biomasse autotrophe. Cette mesure a été réalisée en régime stabilisé, pour la biomasse attachée et suspendue et pour chacun des réacteurs. Dans l'exemple du réacteur N, le protocole se décline de la façon suivante :

- § Dans un batch de 7 L, l'eau traitée et les biomédias du réacteur N ont été prélevés de telle sorte à obtenir le même taux de remplissage que dans le réacteur N. Le volume du réacteur N étant de 1350 L et le taux de remplissage étant de 60%, un volume de 4,2 L de biomédias a été prélevé. On complète avec de l'eau usée du réacteur N afin d'atteindre un volume de 7 L dans le batch
- § On se place en conditions non limitantes en oxygène, en azote ammoniacal et en ions hydrogénocarbonates. Pour cela, de l'air est insufflé au volume liquide de façon à maintenir l'oxygène au-dessus de 8 mgO<sub>2</sub>/L (des mesures sont réalisées régulièrement pour vérifier) et un brassage mécanique est réalisé pour homogénéiser le mélange. Grâce au suivi long terme du pilote, une estimation de l'azote ammoniacal et des ions hydrogénocarbonates résiduels permet de quantifier la masse de NH<sub>4</sub>Cl et de NaHCO<sub>3</sub> à introduire afin de ne pas être en conditions limitantes (voir Annexe 8 pour le calcul de ces masses)
- § Après introduction des réactifs qui constitue le début de la manipulation, chaque mesure de vérification des conditions (O<sub>2</sub>, température, conductivité et pH) et prélèvement sont horodatés. Le prélèvement d'un volume de 120 mL est filtré à 0,7 µm afin de réaliser les analyses de Nk, N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, et N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup> selon les méthodes normalisées. Pour éviter toute consommation de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> pendant le stockage de l'échantillon, soit les analyses sont réalisées le jour même, soit l'échantillon est acidifié
- § Des prélèvements en début et en fin de manipulation peuvent être effectués afin de déterminer la concentration de MeS. Avec le brassage mécanique, la biomasse est pratiquement totalement détachée du biomédia

La Figure 22 illustre le suivi des formes azotées pendant la durée de la manipulation dans l'exemple du réacteur N et du BMX1.



**Figure 22 : Suivi du N-NH<sub>4</sub>, N-NO<sub>x</sub> (N-NO<sub>3</sub> + N-NO<sub>2</sub>) en vue de la mesure de la vitesse maximale de nitrification dans le réacteur N - Cas du BMX1**

La pente de la courbe N-NH<sub>4</sub> représente la vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ ). Celle-ci est calculée pour une durée de 24h, puis extrapolée au cas du réacteur afin de l'exprimer en  $mgN_{nitrifié}/m^3$  de réacteur.j. Cette mesure servira de valeur expérimentale en vue du calage du modèle pour comparaison avec la valeur simulée et permet également d'avoir une estimation de la biomasse autotrophe dans le réacteur. En effet, dans les conditions optimales,  $NPR_{max} = \mu_{A,max} \times X_{BA} / Y_A$ .

La durée de la manipulation et l'espacement entre chaque prélèvement sont conditionnés par la quantité de biomasse autotrophe dans le batch. Pour cette étude et quel que soit le réacteur, il faut compter 2h de manipulation avec des prélèvements toutes les 20 minutes.

La duplication de la manipulation n'est pas nécessaire en raison de la faible variation de  $NPR_{max}$  induite par le protocole.

### II.2.2. Étude de sensibilité

Une étude de sensibilité a été menée sur les paramètres d'entrée du modèle MBBR / R3F. Cette étude est fondée sur celle de Barry *et al.* (2012), et consiste à faire varier un par un les

paramètres par rapport à la valeur par défaut. Les effets de cette variation sur les variables simulées sont ensuite observés.

La grande majorité des paramètres d'entrée du modèle ont été testés. En règle générale, ceux-ci ont été testés après une modification de  $\pm 50\%$  de leur valeur par défaut.

Concernant l'épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ ), la résolution des Equations 16 et 17 élaborées pour des billes sphériques (Rowe *et al.*, 1965), a mené à une première estimation de ce paramètre (ordre de grandeur 200  $\mu\text{m}$ ). Cependant, une revue bibliographique (Vigne *et al.*, 2010) a démontré qu'une valeur plus petite ( $120 \pm 20 \mu\text{m}$ ) est employée dans un modèle de biofiltre en nitrification tertiaire calé. En raison de l'absence de protocole adapté aux biomédias, une étude de sensibilité a été menée dans l'optique d'un possible ajustement lors du calage du modèle.

Le coefficient de demi-saturation du substrat soluble facilement biodégradable ( $K_{SH}$ ) a été étudié seulement en augmentation par rapport à sa valeur par défaut dans Mantis (5 mgDCO/L). En effet, une revue bibliographique (Henze *et al.*, 2000a) a permis de voir que dans le modèle ASM1, la valeur par défaut (20 mgDCO/L) est bien supérieure à celle du modèle Mantis.

L'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ) a fait l'objet d'une mesure. Toutefois, des épaisseurs plus grandes ont été mesurées en traitement tertiaire de l'azote (Vigne *et al.*, 2010) pour un biofiltre. Ainsi, si l'ajustement de ce paramètre devait arriver lors de l'étape de calage, l'étude de sa sensibilité est donc nécessaire.

Pour les paramètres (taux de détachement, d'attachement, d'échange interne par exemple) dont une revue de littérature n'a pas permis de déterminer une gamme, des modifications plus grandes ont été appliquées.

Pour une perturbation inférieure à 5% de la réponse du modèle, la sensibilité du paramètre est dite nulle (-). Pour une perturbation entre 5% et 10% de la réponse du modèle, la sensibilité du paramètre est dite faible (+). Pour une perturbation supérieure à 10% de la réponse du modèle, la sensibilité du paramètre est dite forte (++).

Les variables observées sont les MeS, la DCO<sub>filtrée</sub>, le N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, le N-NOx et l'O<sub>2</sub> pour l'effluent et l'épaisseur du biofilm (L<sub>f</sub>), la masse du biofilm (M<sub>biofilm</sub>) et la vitesse maximale de nitrification (NPR<sub>max</sub>) pour le réacteur.

L'avantage d'une telle étude de sensibilité est sa facilité de mise en œuvre. Le désavantage est que les effets induits par l'interaction de plusieurs paramètres ne sont pas étudiés (Van Waveren *et al.*, 1999).

À l'issue de cette étude de sensibilité, les paramètres sensibles du modèle sont identifiés et nécessiteront prioritairement une estimation la plus précise possible.

### II.2.3. Conditions expérimentales testées

En vue de la modélisation du pilote R3F, une période a été aménagée pendant laquelle le pilote a été soumis à des conditions expérimentales bien précises. Le but est d'étudier le fonctionnement du pilote en régime pseudo-permanent et en régime dynamique.

#### II.2.3.1. Charges étudiées

Le comportement du pilote en traitement de l'azote ammoniacal est la priorité. Ainsi, la charge surfacique théorique de 0,6 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j sur le réacteur N a été appliquée sur une surface utile développée de 350 m<sup>2</sup>. En régime pseudo-permanent, la courbe de débit de Fontaines/Saône (Figure 23) est appliquée. En régime dynamique, une surcharge hydraulique (Figure 23) est appliquée pendant 5 heures avec un coefficient de pointe de 2,3 et ce, sans modifier le débit journalier moyen.

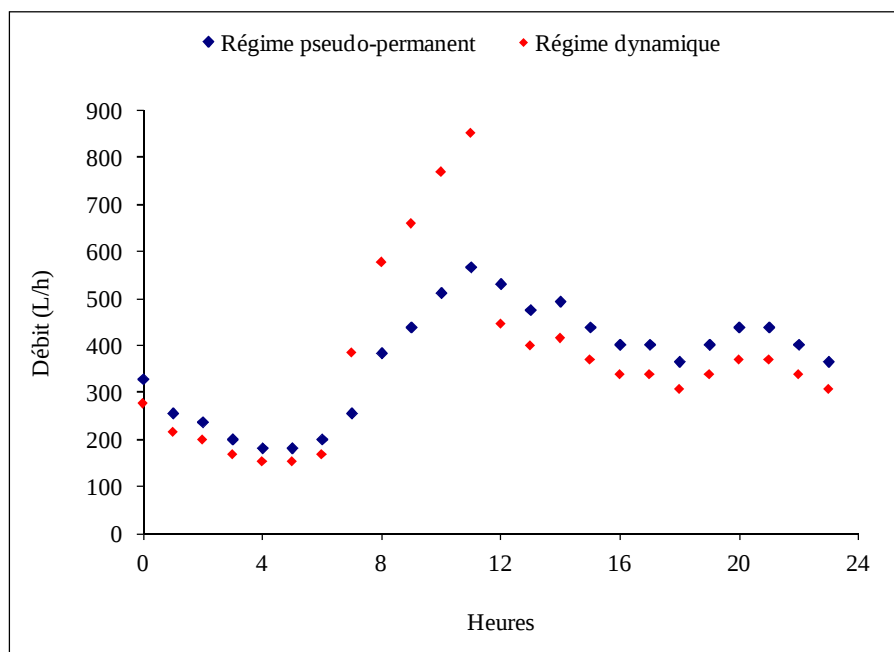


Figure 23 : Courbes de débit en régime pseudo - permanent (noir) et dynamique (rouge)

En pratique, les concentrations de l'eau usée brute ne peuvent être prédites à l'avance. Ainsi, les charges surfaciques réelles testées pendant la campagne sont résumées dans le Tableau 14.

Tableau 14 : Charges journalières et surcharges appliquées pendant la campagne

| Charge appliquée théorique (gN-NH <sub>4</sub> /m <sup>2</sup> interne.j) | Jours         | Charge appliquée réelle sur N (gN-NH <sub>4</sub> /m <sup>2</sup> interne.j) | Coefficient de pointe hydraulique |
|---------------------------------------------------------------------------|---------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|
| 0,6                                                                       | 21/03 (9h-9h) | 0,57                                                                         | Pas de surcharge hydraulique      |
|                                                                           | 22/03 (9h-9h) | 0,53                                                                         | Pas de surcharge hydraulique      |
|                                                                           | 23/03 (9h-9h) | 0,52                                                                         | 2,3                               |
|                                                                           | 24/03 (9h-9h) | 0,56                                                                         | 2,3                               |

Pendant la période simulée, la température est de 12°C. L'aération est constante de telle sorte à avoir une concentration en oxygène supérieure à 2 mgO<sub>2</sub>/L dans le réacteur C, et supérieure à 5 mgO<sub>2</sub>/L dans le réacteur N. Le pH est contrôlé et évolue dans la gamme de [6,4 - 7,8] pour le réacteur C et [6,5 - 7,7] pour le réacteur N. Concernant la gamme du réacteur N, celle-ci est en partie en dehors de la gamme de pH optimum de [7,2 - 8,2] (Antonioni *et al.*, 1990; Villaverde *et al.*, 1997).

Des instruments de mesure ont été installés dans l'optique de suivre les charges appliquées sur chaque réacteur au fil du temps.

### II.2.3.2. Échantillonnage lors de la campagne

Afin de suivre le comportement du pilote en traitement de l'azote ammoniacal pendant la campagne, un échantillonnage spécifique a été appliqué. Celui-ci est résumé dans le Tableau 15.

**Tableau 15 : Échantillonnage réalisé pendant la campagne**

| Entrée                                                                                                                                                           | Réacteur C                                                                                                                                                                       | Réacteur N                                                                                                                                                                       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <u>Échantillons 24h (9h-9h) :</u><br>MeS, DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> ,<br>N-NH <sub>4</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub> , NK     | <u>Échantillons 24h (9h - 9h) :</u><br>MeS, DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> ,<br>N-NH <sub>4</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub> , NK <sub>filtré</sub> | <u>Échantillons 24h (9h - 9h) :</u><br>MeS, DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> ,<br>N-NH <sub>4</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub> , NK <sub>filtré</sub> |
| <u>Échantillons 0h-7h, 7h-12h,<br/>12h-0h :</u><br>DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NH <sub>4</sub> ,<br>N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub> | <u>Échantillons 0h-7h, 7h-12h,<br/>12h-0h :</u><br>DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NH <sub>4</sub> ,<br>N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub>                 | <u>Échantillons 0h-7h, 7h-12h,<br/>12h-0h :</u><br>DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NH <sub>4</sub> ,<br>N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub>                 |
| <u>Échantillons 1 heure :</u><br>DCO <sub>totale</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NH <sub>4</sub> ,<br>N-NO <sub>3</sub>                                       | <u>Échantillons 1 heure :</u><br>N-NH <sub>4</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub>                                                                                       | <u>Échantillons 1 heure :</u><br>N-NH <sub>4</sub> , N-NO <sub>2</sub> , N-NO <sub>3</sub>                                                                                       |

Les échantillons journaliers ont permis de déterminer les flux journaliers entrants et sortant des 2 réacteurs afin de les comparer à ceux simulés. Les échantillons 0h - 7h, 7h - 12h et 12h - 0h ont permis de connaître les flux entrants et sortants pendant ces tranches horaires, et notamment pendant le pic de charge hydraulique appliqué entre 7h et 12h. Les échantillons 1 heure ont permis de contrôler les différentes sondes installées. En entrée, ces échantillons ont permis d'estimer une courbe de DCO<sub>totale</sub> et DCO<sub>filtrée</sub> en vue de déterminer les fractions de l'eau usée brute.

### II.2.3.3. Instrumentation du pilote lors de la campagne

En plus de l'instrumentation de base, décrite au paragraphe II.1.2.1, et servant à suivre le fonctionnement à long terme du pilote, des sondes supplémentaires ont été installées lors de la campagne de collecte de données.

**Tableau 16 : Instruments installés lors de la campagne de collecte de données**

|                              | Entrée                                                | Réacteur C                                                                             | Réacteur N                                                                             |
|------------------------------|-------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|
| Campagne du<br>21/03 - 25/03 | Sonde WTW : N-NH <sub>4</sub> et<br>N-NO <sub>3</sub> | Sonde WTW : N-NH <sub>4</sub> et<br>N-NO <sub>3</sub>                                  | Sonde WTW : N-NH <sub>4</sub> et<br>N-NO <sub>3</sub>                                  |
|                              |                                                       | Sonde S::CAN : MeS,<br>DCO <sub>tot</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NO <sub>x</sub> | Sonde S::CAN : MeS,<br>DCO <sub>tot</sub> , DCO <sub>filtrée</sub> , N-NO <sub>x</sub> |

En raison de la grande variabilité dans la journée des concentrations en azote pour un effluent brut, les sondes WTW en entrée et sortie des réacteurs sont indispensables pour mesurer ces évolutions journalières et pour construire un modèle dynamique du procédé. Comme le traitement de l'azote ammoniacal dépend de la charge en DCO<sub>filtrée</sub> sur le réacteur, ce paramètre a également été suivi de manière continue par les sondes S::CAN.

#### II.2.4. Évaluation de la qualité de la simulation

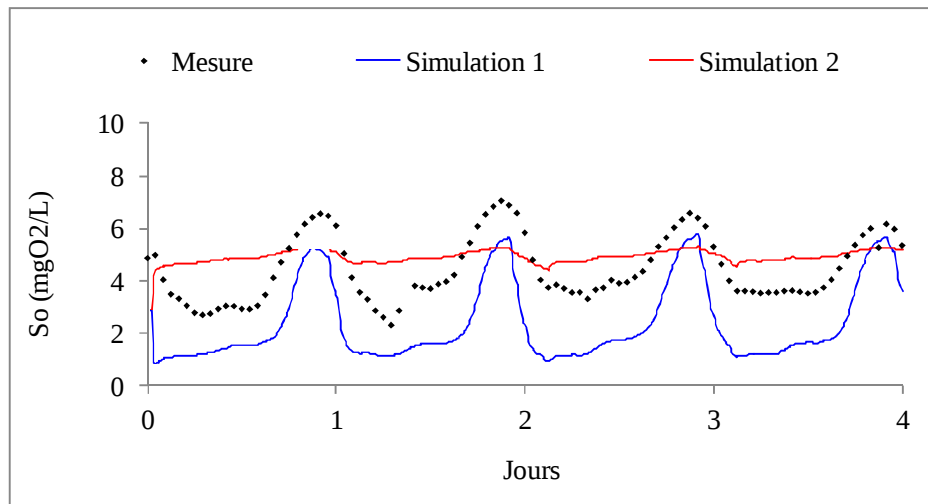
Afin d'estimer la qualité de la simulation vis-à-vis des mesures expérimentales réalisées, des critères ont été élaborés. Ceux-ci sont le 'Standard Deviation' (SD) et le 'Relativ Standard Deviation' (RSD) et sont définis de la manière suivante :

$$SD = |C_{\text{simulée}} - C_{\text{mesurée}}| \quad \text{Équation 36}$$

$$RSD = \frac{|C_{\text{simulée}} - C_{\text{mesurée}}|}{C_{\text{mesurée}}} \quad \text{Équation 37}$$

Où  $C_{\text{simulé}}$  (mg/L) représente la valeur de la variable simulée et  $C_{\text{mesuré}}$  (mg/L) représente la valeur de la variable mesurée. La 'Standard Deviation' représente l'erreur moyenne absolue de la simulation comparativement à la valeur mesurée. La 'Relativ Standard Deviation' représente le pourcentage d'erreur moyenne absolue par rapport à la valeur mesurée.

À ces critères globaux, s'ajoute l'évaluation de la capacité de la simulation à reproduire les variations journalières des variables mesurées. La Figure 24 représente 2 courbes d'oxygène simulées. La courbe 'Simulation 1' induit un SD de 2,1 et la courbe 'Simulation 2' induit un SD de 1,6. La première courbe simulant les variations journalières mesurées au contraire de la seconde, celle-ci est jugée de meilleure qualité que la seconde malgré un SD supérieur.



**Figure 24 : Concentration de l'oxygène simulée et mesurée**



## II.3. CONCLUSION

---

La première sous partie de ce chapitre permet d'évaluer les performances du procédé R3F à travers l'étude des charges appliquées et éliminées dans chacun des réacteur, remplis de BMJ40, BMX2 ou de BMX1. D'autre part, la fluidisation des 3 biomédias, le transfert d'oxygène et l'influence du taux de remplissage, et le comportement hydraulique à travers l'analyse d'un traçage, complètent l'étude du procédé R3F.

La seconde sous partie présente la méthodologie pour construire un modèle du pilote. Celle-ci présente une étude de sensibilité identifiant les paramètres directement mesurables, indirectement mesurables après application d'un protocole, et les paramètres non mesurables. Une campagne de mesure intensive et des mesures en laboratoire permettent d'estimer les valeurs des paramètres directement et indirectement mesurables. Un protocole de calage est également élaboré et testé sur les données de la campagne intensive de mesure. Afin de valider le modèle, celui-ci est testé sur une seconde série de données. Enfin, le modèle construit permettra de réaliser des simulations prédictives afin d'analyser le comportement du pilote dans d'autres conditions que celles testées.

Le chapitre III est consacré aux résultats de l'étude du procédé R3F et de ses performances en traitement du carbone et en nitrification. Des études sur la fluidisation des biomédias, le comportement hydraulique, et le transfert de l'oxygène en eau claire et en boue précèdent l'étude des performances proprement dites. Une étude sur la vitesse maximale de nitrification est développée afin d'apporter un éclaircissement sur les performances en nitrification.



# **CHAPITRE III : PERFORMANCES DU PILOTE**



### III.1. LA FLUIDISATION DES BIOMÉDIAS

Des tests de fluidisation ont été menés selon le protocole défini en II.1.3.5 pour les biomédias BMJ40, BMX2, et BMX1. Ces tests consistent à déterminer la vitesse ascensionnelle la plus basse pour laquelle la fluidisation des biomédias est bonne (aucune zone morte observée, Figure 25). Les taux de remplissage respectifs ont été de 35%, 60% et 60%. Les résultats de fluidisation, ainsi que les conditions dans lesquelles ils ont été obtenus, sont rassemblés dans le Tableau 17.

**Tableau 17 : Résultats des tests de fluidisation par type de biomédias**

|                                                                                                      | Réacteur N<br>BMX1 (60%) | Réacteur C<br>BMX2 (60%) | Réacteur N<br>BMJ40 (35%) |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------|---------------------------|
| Débit d'air minimal (m <sup>3</sup> /h)                                                              | 8                        | 14                       | 17                        |
| Vitesse ascensionnelle de l'air (m/h)                                                                | 8,9                      | 11,7                     | 18,9                      |
| Vitesse ascensionnelle de l'air par m <sup>2</sup> développé par les biomédias (m/h.m <sup>2</sup> ) | 0,022                    | 0,009                    | 0,024                     |
| Taux d'ensemencement moyen (gMeS/m <sup>2</sup> )                                                    | 6,9                      | 6,3                      | 6,6                       |
| Erreur moyenne (gMeS/m <sup>2</sup> )                                                                | 0,7                      | 0,3                      | 0,6                       |

Aucune mesure de taux d'ensemencement n'a été réalisée en même temps que les tests de fluidisation. Les valeurs données représentent des taux d'ensemencement mesurés à la même période.

Le taux d'ensemencement a été suivi pendant les tests pour critiquer les résultats de fluidisation. Il est supposé qu'un taux d'ensemencement important alourdi le biomédia et rend sa fluidisation moins facile. Les valeurs moyennes des taux d'ensemencement et l'erreur moyenne induite par la mesure (Tableau 17) sous-entendent que les taux d'ensemencement sont identiques et ne sont pas à prendre en compte pour expliquer les différences de vitesses ascensionnelles entre biomédias.

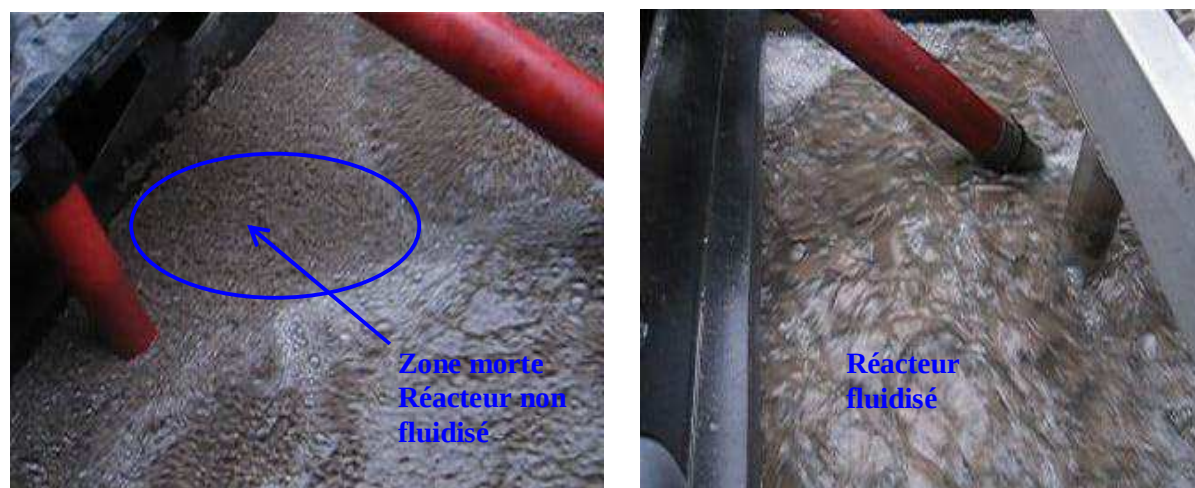
À même taux de remplissage, le BMX1 est plus facilement fluidisé que le BMX2 car il induit des vitesses ascensionnelles de l'air moindres. Les 2 biomédias ayant la même densité (0,96 kg/m<sup>3</sup>), ce résultat est expliqué par leurs dimensions. En effet, pour un même volume, le

volume de BMX1 constitue un ensemble moins dense, donc moins lourd et plus facile à fluidiser, que celui constitué par le BMX2. Concernant le BMJ40, qui est le plus difficile à fluidiser (vitesse en air la plus élevée), la géométrie est supposée expliquée sa fluidisation. En effet, ce biomédia n'étant pas percé, aucun mouvement traversier de l'eau n'a lieu.

Si on compare ces mêmes biomédias par rapport à la vitesse d'air induite pour fluidiser un m<sup>2</sup> de surface de biomédias, le BMX2 présente de meilleures performances, en raison de sa surface spécifique effective plus grande que le BMX1. Par rapport à ce critère, le BMJ40 reste le biomédia le plus difficile à fluidiser.

Ces tests constituent une première approche d'estimation de la fluidisation du biomédia. Étant donné que seule la visualisation de zones mortes en surface du réacteur constitue le critère d'évaluation, d'autres tests doivent à l'avenir confirmer les premiers résultats et approfondir la connaissance sur la caractérisation de la fluidisation.

La Figure 25 illustre un essai de fluidisation des biomédias BMX2 et BMJ40, pour des taux de remplissage de 60% et 35% et des vitesses ascensionnelles de l'air de 10 m/h et 18,9 m/h respectivement.



**Figure 25 : Photos des tests visuels lors de la caractérisation de la fluidisation des biomédias. Cas du BMX2 (photo gauche) et du BMJ40 (photo droite)**

## III.2. LE COMPORTEMENT HYDRAULIQUE

Un traçage hydraulique, dont le protocole est défini en II.1.3.6, a été mené afin de caractériser l'hydrodynamique de chaque réacteur. Celui-ci employant du sel potentiellement bactéricide, il a été décidé de le réaliser à la fin du suivi du pilote. Le traçage permet également d'estimer le temps de séjour hydraulique du réacteur ( $HRT_{exp}$ ), le volume liquide dans le réacteur et ainsi le volume d'eau déplacé par  $m^3$  de biomédias, paramètre du modèle. Les traçages au sel ont été menés dans les conditions rassemblées dans le Tableau 18.

**Tableau 18 : Conditions de réalisation des traçages au sel**

|                                     | Réacteur C - BMX1 - 44% | Réacteur N - BMX1 - 60% |
|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Vitesse ascensionnelle en air (m/h) | 10                      | 13                      |
| Débit de l'eau (L/h)                | 450                     | 450                     |

Pour chaque traçage, la masse de sel récupérée a été calculée puis comparée à celle introduite en entrée du réacteur. Le  $HRT_{exp}$  a également été calculé selon une démarche décrite en Annexe 5 et comparé au  $HRT_{théo}$  calculé en estimant le volume d'eau dans le réacteur. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 19.

**Tableau 19 : Temps de séjour hydraulique et masse de sel récupérée pour chacun des tests de traçage au sel**

|            | Masse introduite | $HRT_{théo}$ | Masse récupérée | $HRT_{exp}$ |
|------------|------------------|--------------|-----------------|-------------|
| Réacteur C | 6273 g           | 193 min      | 5812 g (93%)    | 197 min     |
| Réacteur N | 4273 g           | 143 min      | 3989 g (93%)    | 135 min     |

Pour les 2 traçages, 93% de la masse introduite a été récupérée en sortie. L'étalonnage et le traçage n'ayant pas été fait le même jour, un changement de la nature de l'eau entre les 2 jours a peut-être eu lieu, expliquant l'écart entre la masse introduite et récupérée.

Les données expérimentales de conductivité sont analysées selon la théorie de la distribution des temps de séjour (RTS) décrite en Annexe 5 et comparées aux courbes  $E(\tau)_J$  simulant le comportement hydraulique de J réacteurs en série.

De ce traçage, il en résulte que le comportement hydraulique des réacteurs C et N est le mieux modélisé par un seul réacteur. L'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé faite par le

modèle est donc confirmée. De plus, les temps de séjour hydrauliques expérimental ( $HRT_{\text{exp}}$ ) et théorique ( $HRT_{\text{théo}}$ ) étant égaux, le protocole décrit en II.2.1.2 est suffisant pour estimer le volume d'eau déplacé par  $\text{m}^3$  de biomédias.

### III.3. LE TRANSFERT D'OXYGENE

Les essais de transfert d'oxygène en eau claire et en boue ont été réalisés avec le concours de l'équipe épuration de l'Irstea d'Antony selon le protocole décrit en II.1.3.4. Les essais ont été menés seulement sur le réacteur C sans et avec biomédias BMX1, avec un taux de remplissage de 55%. Les résultats en eau claire sont rassemblés dans le Tableau 20.

**Tableau 20 : Résultat du test de transfert d'oxygène en eau claire dans le réacteur C**

|                                | Sans biomédia | Avec biomédia (BMX1, 55%) |
|--------------------------------|---------------|---------------------------|
| $k_{La20}$ ( $h^{-1}$ )        | 16,9          | 22,3                      |
| AHSt ( $kgO_2/h$ )             | 0,3           | 0,31                      |
| ROSt/m (%/m)                   | 2,6           | 3,5                       |
| Vitesse en air ( $m^3/h.m^2$ ) | 19,6          | 15,0                      |
| $CS_{20}$ ( $mgO_2/L$ )        | 9,3           | 9,5                       |
| Volume d'eau ( $m^3$ )         | 1,8           | 1,4                       |
| Hauteur d'eau (m)              | 1,6           | 1,6                       |

Même avec un débit d'air insufflé inférieur dans le cas de l'essai avec biomédias, la vitesse d'oxygénation ( $k_{La20}$ ) et le rendement d'oxygénation (ROSt/m) sont supérieurs. Il est supposé que les biomédias cassent les bulles et augmentent leur trajet jusqu'à la surface, augmentant ainsi le transfert d'oxygène.

Les travaux de Pham *et al.* (2008) concluent à un ROSt/m de 2,5%/m pour un taux de remplissage de 50%, et un débit en air de 9,9 m/h en moyenne bulle et à un ROSt/m de 5,1%/m pour un taux de remplissage de 50%, et un débit en air de 7,6 m/h en fine bulle. Notre étude conclue à un ROSt/m de 3,5 %/m pour un taux de remplissage de 55% et un débit en air de 15 m/h. Les taux de remplissage entre les 2 études étant sensiblement égaux, l'infériorité du ROSt/m dans notre étude par rapport à celui de l'étude de Pham *et al.* (2008) est imputée à la vitesse en air, supérieure. En effet, avec une vitesse en air supérieure, le temps de contact des bulles avec le volume liquide est inférieur, diminuant d'autant le ROSt/m.

Les mêmes tests ont été réalisés en boue, avec biomédias, selon le protocole décrit en II.1.3.4. Les valeurs moyennes des résultats sont rassemblées dans le Tableau 21. Les valeurs de  $k_{La'20}$  entre parenthèses constituent les valeurs maximale et minimale.

**Tableau 21 : Résultat du test de transfert d'oxygène en boue dans les réacteurs C et N**

|                                                    | Réacteur C (BMX1, 44%) |               | Réacteur N (BMX1, 60%) |                 |
|----------------------------------------------------|------------------------|---------------|------------------------|-----------------|
| Débit d'air (Nm <sup>3</sup> /h)                   | 11,6                   | 5,3           | 7,2                    | 4,8             |
| k <sub>La</sub> ' <sub>20</sub> (h <sup>-1</sup> ) | 7,2 (6,9 - 7,4)        | 2,7 (2,3 - 3) | 5,1 (4,1 - 6,6)        | 5,2 (4,5 - 6,2) |
| AHSt (kgO <sub>2</sub> /h)                         | 0,12                   | 0,05          | 0,06                   | 0,05            |
| ROSt/m (%/m)                                       | 2,2                    | 2,0           | 1,9                    | 2,4             |
| Cs <sub>20</sub> (mgO <sub>2</sub> /L)             | 9,37                   |               | 9,36                   |                 |
| Volume d'eau (m <sup>3</sup> )                     | 1,72                   |               | 1,26                   |                 |
| Hauteur d'eau (m)                                  | 1,49                   |               | 1,45                   |                 |

Comme les tests en eau claire et en boue n'ont pas été menés dans les mêmes conditions (débit d'air, taux de remplissage), une valeur de  $\alpha$  ne peut être extraite en théorie. Cependant, en analysant le test en eau claire avec 55% de BMX1 et le test en boue avec 44% de BMX1, la valeur de 0,4 est retenue pour  $\alpha$ . Cette valeur est à donner dans GPS-X.

La valeur de k<sub>La</sub>'<sub>20</sub> extraite du test sur le réacteur C à un débit de 11,6 Nm<sup>3</sup>/h est retenue pour la modélisation des 2 réacteurs puisque le test a été mené dans les mêmes conditions (débit, taux de remplissage) que pendant la campagne. Cependant, un coefficient de transfert de l'oxygène en boue supérieur dans le réacteur N à celui dans le réacteur C serait logique (meilleure qualité de l'effluent, moins de tensio-actifs). De plus, la vitesse en air et le taux de remplissage étant supérieurs dans le réacteur N, il est supposé qu'à même débit d'air, le coefficient de transfert de l'oxygène en boue est plus élevé.

Les valeurs de ROSt/m relevées sont en adéquation avec la bibliographie. Les travaux de Viswanathan *et al.* (2008) menés sur une unité industrielle IFAS concluent à un ROSt/m de 2,9 %/m pour une vitesse en air de 6,2 m/h, et une hauteur d'immersion des diffuseurs de 4 m. Des diffuseurs à fine et moyenne bulle au fond et sur les côtés du réacteur constituent le système d'aération. Ces tests ont également conclu à un coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue ( $\alpha$ ) de 0,6 dans le réacteur C. L'étude souligne le faible impact du biomédia sur le coefficient  $\alpha$ . Dans la même étude, et dans les mêmes conditions (vitesse en air, hauteur d'immersion), la valeur de 0,64 est mesurée sans biomédia.

Les travaux sur un pilote MBBR de Jing *et al.* (2009) ont conclu à l'augmentation du transfert de l'oxygène en boue avec le taux de remplissage, et la vitesse en air. Cette étude conclue également à l'existence d'un taux de remplissage optimum pour lequel le transfert de l'oxygène en boue est maximal.

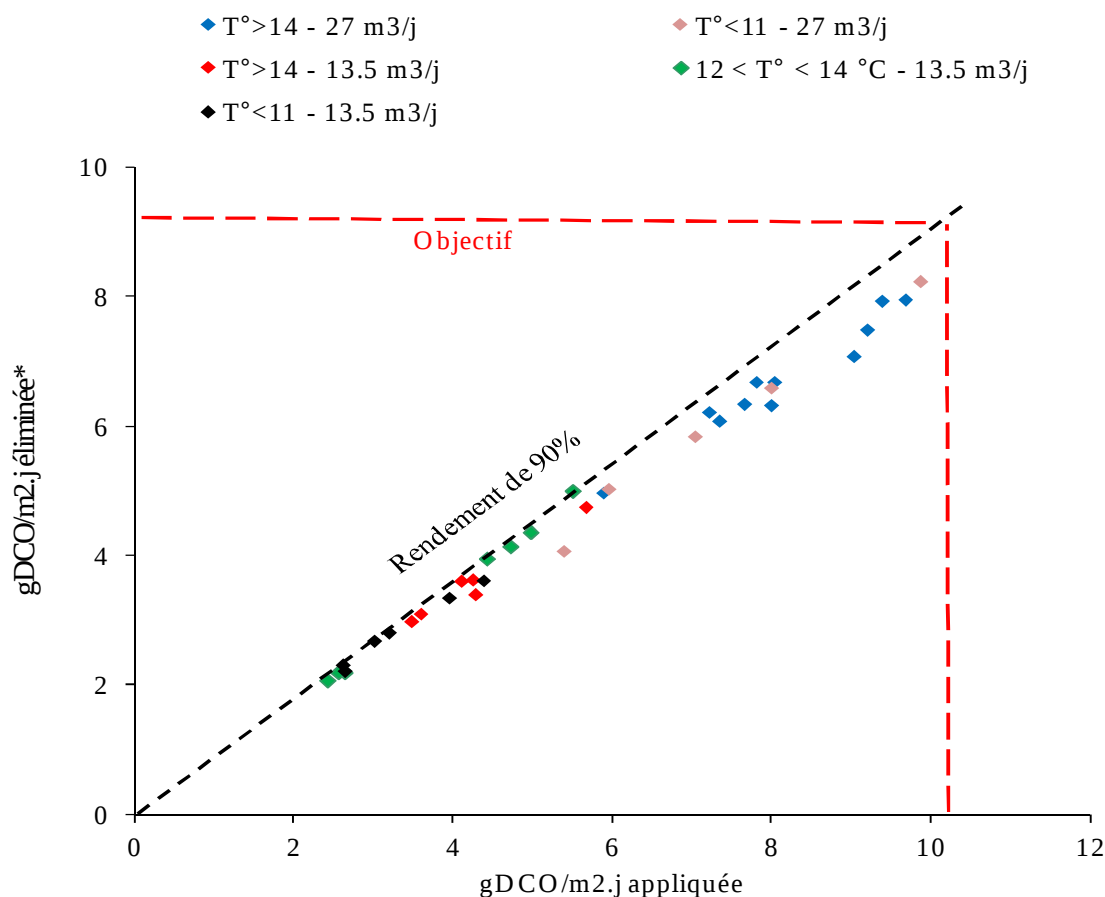
## III.4. PERFORMANCES EPURATOIRES PAR REACTEUR

### III.4.1. Performances du réacteur C

#### III.4.1.1. En fonction de la charge en $\text{DCO}_{\text{totale}}$ - BMX2

Dans un premier temps, le pilote a été étudié en régime constant et pour le taux de remplissage maximum du BMX2. La concentration en DCO variant en entrée, il est difficile de maintenir une charge appliquée constante. Ainsi, deux débits ont été appliqués : 27 et 13,5  $\text{m}^3/\text{j}$ , induisant des temps de séjours hydrauliques de 1h30 et 3h respectivement. La valeur de 2,6  $\text{gDCO} / \text{gDBO}_5$  pour le ratio  $\text{DCO}_{\text{totale}} / \text{DBO}_5$  mesurée pendant la période a permis d'estimer la charge de dimensionnement à 10,1  $\text{gDCO}/\text{m}^2$  interne.j pour l'approche 1 (II.1.3.3). L'objectif de rendement est alors de 90%.

La Figure 26 illustre les performances du réacteur C, rempli à 60% de BMX2, en fonction du débit et de la gamme de température.



\*gDCOéliminée = gDCOt, entrée - gDCOfiltrée, sortie

Figure 26 : Performances du BMX2 en traitement de la  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  - Approche 1

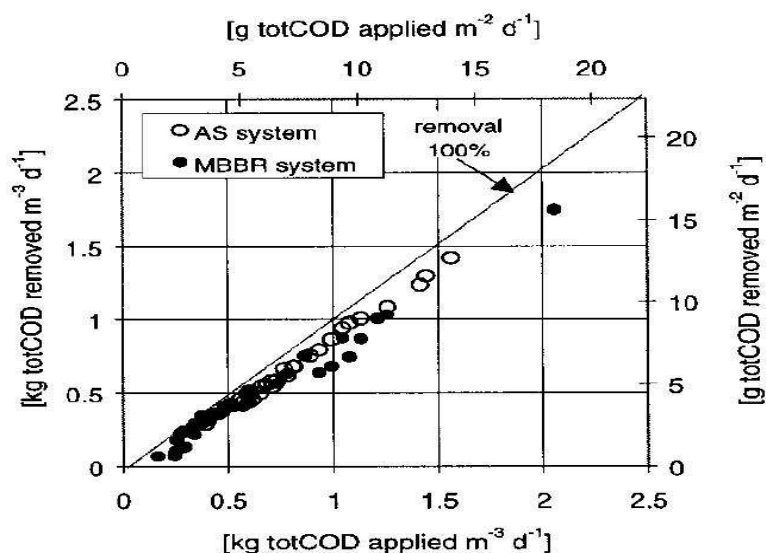
En raison de la surface effective spécifique ( $1200 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3$  ordonné), de la volonté de travailler à un taux de remplissage de 60%, et de la limite des 2 pompes en parallèles ( $2 \text{ m}^3/\text{h}$ ), la charge de dimensionnement à  $10^\circ\text{C}$  n'a pu être atteinte. Toutefois, il est possible de tirer des enseignements de ce suivi.

Premièrement, à débit identique ( $27 \text{ m}^3/\text{j}$  pour les points bleus et violets et  $13,5 \text{ m}^3/\text{j}$  pour les points rouges, noirs et verts), il n'y a pas de tendance forte entre la charge éliminée et la température. La même conclusion peut être formulée pour le temps de séjour hydraulique, bien qu'il n'y ait peu de points pour conclure.

Deuxièmement, à la température de dimensionnement de  $10^\circ\text{C}$  (points noirs et violets), un rendement d'environ 84% est atteint pour des charges appliquées inférieures à  $9,7 \text{ gDCO/m}^2 \text{ interne.j}$ .

On note qu'à partir d'une charge de  $5,5 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  ( $2,1 \text{ gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ), le rendement de 90% n'est plus atteint. Cette performance a été observée pour des températures comprises entre  $12$  et  $14^\circ\text{C}$  (points verts). Moyennant d'autres mesures à  $10^\circ\text{C}$  et à la charge appliquée de  $5,5 \text{ gDCO/m}^2 \text{ interne.j}$ , on peut supposer que cette valeur représente la charge de dimensionnement du BMX2.

Lors de la revue de littérature, aucune étude évaluant les performances en DCO du procédé réacteur par réacteur n'a été trouvée. A titre d'information, on peut citer l'étude d'Andreottola *et al.* (2000). La filière étudiée est 2 réacteurs aérobies en série, de volume 337 L, remplis à 70% de Floccor-Rmp ( $160 \text{ m}^2 \text{ interne/m}^3$  ordonné), et de temps de séjour hydraulique compris entre 3,3 et 7h par réacteur. Ces réacteurs sont suivis d'un clarificateur. Les températures varient de  $5$  à  $21^\circ\text{C}$ . Le rendement atteint est de 76% pour des charges allant jusqu'à  $11,5 \text{ gDCO/m}^2 \text{ interne.j}$  (Figure 27).

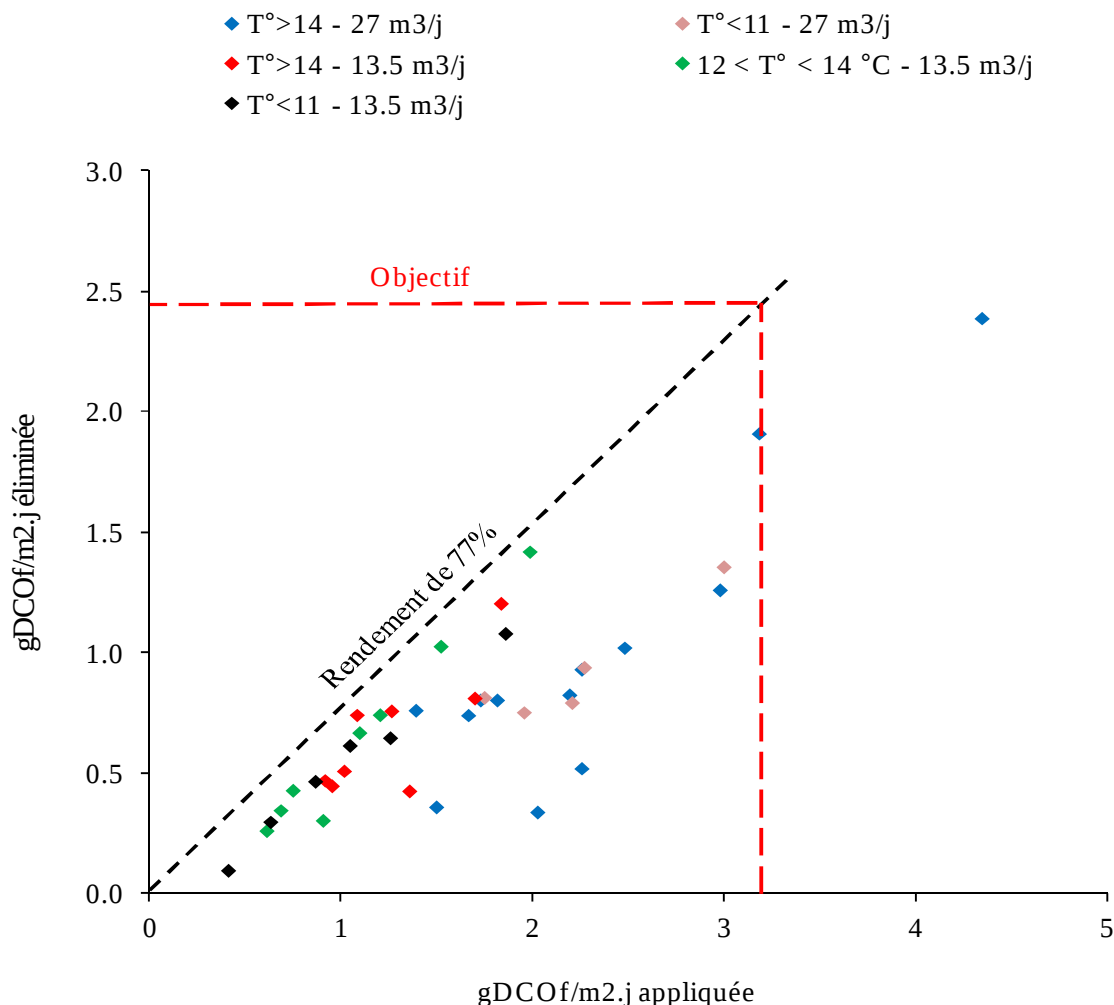


**Figure 27 : Vitesse de traitement de la DCO en fonction de la charge en DCO appliquée (Andreottola *et al.*, 2000)**

Par rapport aux valeurs de performance de la station de Steinsholt (rendement supérieur à 90% pour des charges entre 2,5 et 4 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j et des températures entre 6 et 15°C), le BMX2 est moins performant que le K1.

#### **III.4.1.2. En fonction de la charge en DCO<sub>filtrée</sub> - BMX2**

La valeur de 0,8 gDCO<sub>filtrée</sub> / gDBO<sub>5</sub> pour le ratio DCO<sub>filtrée</sub> / DBO<sub>5</sub> mesurée pendant la période a permis d'estimer la charge de dimensionnement à 3,2 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j pour l'approche 2 (II.1.3.3). L'objectif de rendement est ici de 77%. La Figure 28 illustre les performances du réacteur C en traitement de la DCO<sub>filtrée</sub>, rempli à 60% de BMX2, en fonction du débit et de la gamme de température.



**Figure 28 : Performances du BMX2 en traitement de la DCO<sub>filtrée</sub> - Approche 2**

De même que précédemment, la surface effective spécifique (1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>), la volonté de travailler au taux de remplissage de 60%, et la limite des 2 pompes en parallèle (2 m<sup>3</sup>/h) n'ont pas permis d'atteindre la charge de dimensionnement à 10°C.

À débit identique (27 m<sup>3</sup>/j pour les points bleus et violets et 13,5 m<sup>3</sup>/j pour les points rouges, noirs et verts), il n'y a pas de tendance forte entre la charge éliminée et la température. En revanche, il semble qu'un long temps de séjour hydraulique améliore le traitement de la DCO<sub>filtrée</sub> (comparaison des points bleus et rouges ou noirs et marrons). Cette observation est surprenante étant donné que la consommation de la DCO<sub>filtrée</sub> est un processus rapide bien inférieur aux temps de séjour hydraulique (2h30 ou 1h15).

A la température de dimensionnement de 10°C (points noirs), un rendement d'environ 54% est atteint pour des charges appliquées inférieures à 1,9 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j. Ainsi, aussi

bien au regard du traitement de la DCO totale ou de filtrée, le BMX2 ne satisfait pas aux objectifs de traitement du carbone.

Dans la littérature, Andreottola *et al.* (2000) ont mesurés des rendements bien supérieurs (71%) pour le Floco-rmp et pour des charges appliquées inférieures à  $3,5 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  et des températures comprises entre 5 et 21°C. Pastorelli *et al.* (1997) rapportent les mêmes rendements (70%) pour le biomédia K1, à 20°C et pour des charges supérieures ( $7,5 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ). Pour de plus fortes charges encore (5 - 60  $\text{gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ), Ødegaard *et al.* (2000) ont mesuré des rendements de 50% avec le K1. Ainsi, les performances du BMX2 en traitement de la DCO<sub>filtrée</sub> se situent bien en-dessous des performances d'autres biomédias.

Le faible rendement mesuré (54%) est en partie dû à la nature de l'eau usée brute de Fontaines/Saône, qui présente une importante fraction de DCO<sub>filtrée</sub> non biodégradable par rapport à la DCO<sub>filtrée</sub> biodégradable. Ainsi, pour cet effluent, un rendement de 77% ne peut être dépassé. Toutefois, comme aucun facteur n'était limitant lors du suivi long terme du pilote, la dégradation des 23% de la DCO<sub>filtrée</sub> restants aurait dû se faire. Ainsi, l'hypothèse émise pour expliquer les rendements du BMX2 est le colmatage du biomédia, phénomène qui a été observé. Ce colmatage, dû au faible diamètre du biomédia (4 mm), empêcherait la colonisation de toute la surface interne par les bactéries (Figure 29). En surestimant la surface utile, on sous-estime les performances du biomédia.

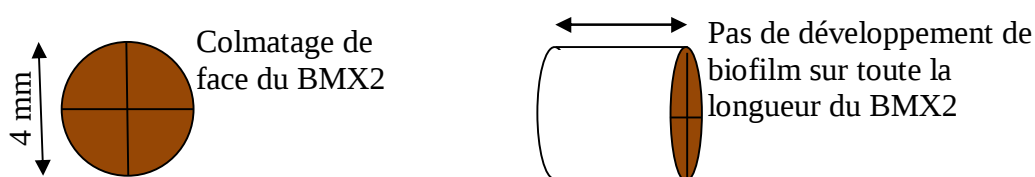
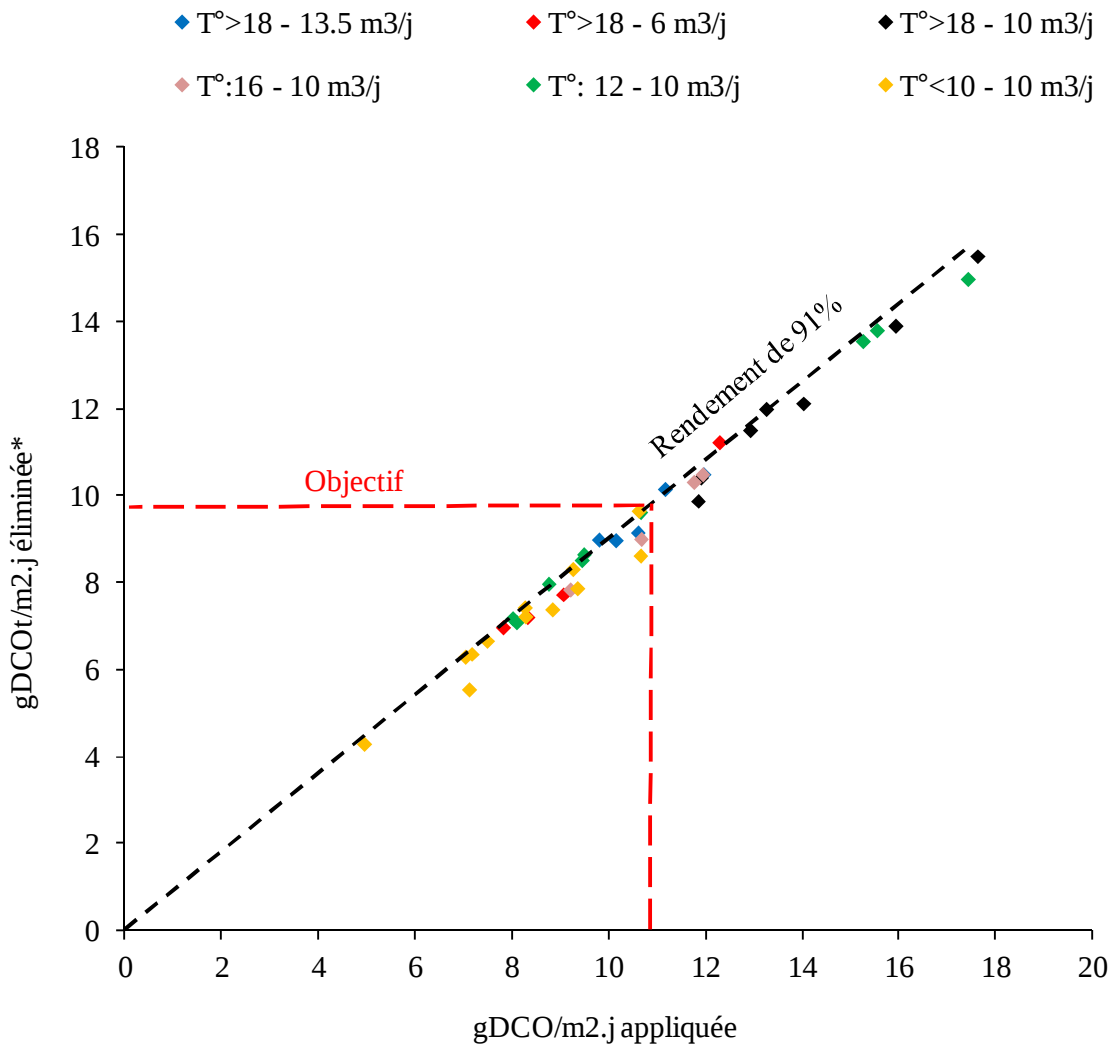


Figure 29 : Hypothèse du développement de la biomasse de face (à gauche) et de côté (à droite)

#### III.4.1.3. En fonction de la DCO<sub>totale</sub> - BMX1

En raison des faibles performances en traitement de la DCO, et des contraintes d'exploitation (dimensions du tamisage) induites par sa petite taille, le BMX2 ( $1200 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ) a été remplacé par le BMX1, de diamètre plus grand et de surface effective utile plus petite ( $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ).

Pour la période de suivi du BMX1, la valeur du ratio  $DCO_{totale} / DBO_5$  vaut 2,8 gDCO / gDBO<sub>5</sub>. La charge de dimensionnement devient donc 10,9 gDCO<sub>totale</sub>/m<sup>2</sup>.j et l'objectif de rendement 91% pour l'approche 1. Le débit appliqué est cette fois-ci une courbe de débit comme décrit en II.1.3.1. La concentration en DCO variant en entrée, différents débits journaliers ont été appliqués dans l'optique d'atteindre la charge de dimensionnement. Ainsi, les débits journaliers moyens sont de 6, 10 et 13,5 m<sup>3</sup>/j induisant des temps de séjour hydrauliques de 5h40, 3h20, et 2h30 respectivement. La Figure 30 illustre les performances du réacteur C, rempli de BMX1 avec différents taux de remplissage, en fonction du débit et de la gamme de température.



\*gDCOéliminée = gDCO<sub>t</sub>, entrée - gDCOfiltrée, sortie

Figure 30 : Performances du BMX1 en traitement de la DCO<sub>totale</sub> - Approche 1

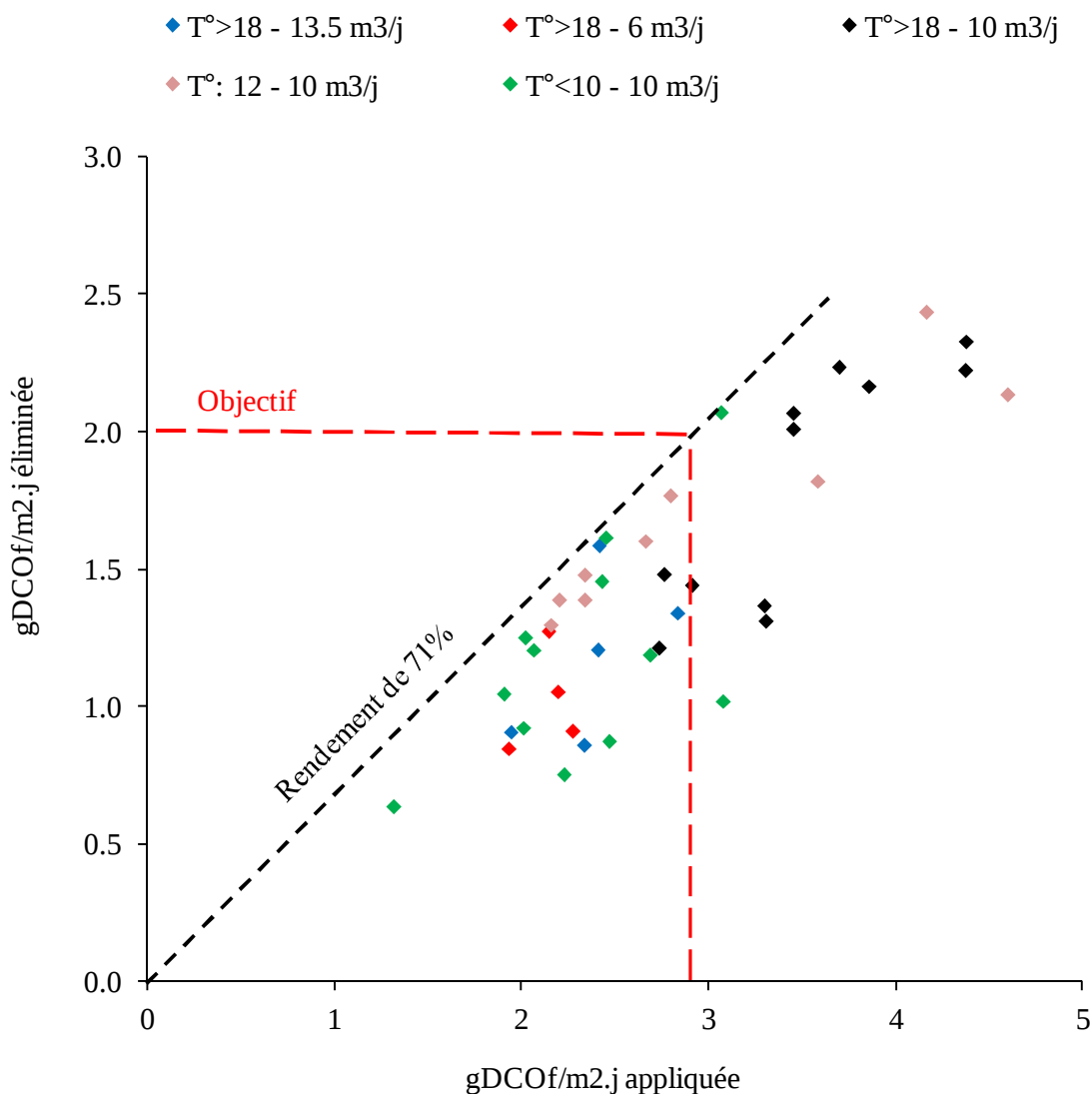
Aucune tendance forte entre la charge éliminée et la température ne peut être extraite. La même conclusion est formulée pour le temps de séjour hydraulique.

On note qu'à la charge de dimensionnement de  $10,9 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  et à  $10^\circ\text{C}$  (points oranges), l'objectif de rendement de 91% est pratiquement atteint par le BMX1. Le biomédia a été testé pour des charges supérieures également, mais à des températures supérieures à  $10^\circ\text{C}$ . Au regard des points verts ( $12^\circ\text{C}$ ), on peut supposer que le rendement de 91% est toujours atteint pour des charges inférieures à  $15,5 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  ( $5,5 \text{ gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ ). Moyennant un suivi à cette charge et à  $10^\circ\text{C}$ , il est supposé que cette mesure représente la nouvelle charge de dimensionnement.

Il est rappelé qu'aucune étude portant sur l'évaluation d'un réacteur en traitement de la DCO n'a été trouvée. Au cours du suivi d'une filière complète, Andreottola *et al.* (2000) ont mesurés des rendements inférieurs (76%) pour des charges allant jusqu'à  $11,5 \text{ gDCO}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  seulement (Figure 27).

#### III.4.1.4. En fonction de la $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ - BMX1

La valeur de  $0,7 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}} / \text{gDBO}_5$  pour le ratio  $\text{DCO}_{\text{filtrée}} / \text{DBO}_5$  mesurée pendant la période a permis d'estimer la charge de dimensionnement à  $2,9 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  pour l'approche 2. L'objectif de rendement est ici de 71%. La Figure 31 illustre les performances du réacteur C en traitement de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ , rempli de BMX1 à différents taux de remplissage, en fonction du débit et de la gamme de température.



**Figure 31 : Performances du BMX1 en traitement de la DCO<sub>filtrée</sub> - Approche 2**

Premièrement, à débit identique (10 m<sup>3</sup>/j pour les points noirs, violets et verts), il n'y a pas de tendance forte entre la charge éliminée et la température. La même conclusion peut être formulée pour le temps de séjour hydraulique.

Secondement, on note qu'à la charge de dimensionnement (2,9 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j) et à 10°C (points vert), l'objectif de rendement n'est atteint que pour un seul point : 67% de rendement pour une charge de 3,07 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j. En raison du faible nombre de données à 10°C et à la charge de dimensionnement, il est difficile de conclure sur les performances du BMX1 en traitement de la DCO<sub>filtrée</sub>, et d'autres mesures à la charge de dimensionnement et à 10°C seraient nécessaires.

Il est rappelé qu'Andreottola *et al.* (2000) ont mesurés des rendements de 71% pour des charges inférieures à 3,5 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j avec le Floco-rmp et pour des températures comprises entre 5 et 21°C. Pastorelli *et al.* (1997) ont rapporté des rendements de 70%, à 20°C, pour des charges inférieures à 7,5 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j avec le K1. Enfin, Ødegaard *et al.* (2000) ont mesuré des rendements de 50% pour des charges comprises entre 5 et 60 gDCO<sub>filtrée</sub>/m<sup>2</sup> interne.j avec le K1. En l'état actuel des choses, le BMX1 semble être moins performant que les autres biomédias de la littérature (Floco-rmp ou K1) mais d'autres mesures permettront de vérifier l'hypothèse.

Le suivi des performances du BMX2 et BMX1 en traitement du carbone a contribué à réévaluer leur charge de dimensionnement. Ainsi, le Tableau 22 rassemble les nouvelles charges de dimensionnement en traitement du carbone à 10°C.

**Tableau 22 : Réévaluation des charges de dimensionnement des biomédias en traitement du carbone**

|                                                                                   | BMX2 (60%)                                                   | BMX1 (44%)        | BMX1 (60%)*       |
|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-------------------|-------------------|
| Charge de dimensionnement initiale                                                | 3,9 gDBO <sub>5</sub> /m <sup>2</sup> interne.j à 10°C (92%) |                   |                   |
| Charge de dimensionnement réévaluée (gDBO <sub>5</sub> /m <sup>2</sup> interne.j) | 2,1                                                          | 5,5 (à confirmer) | 5,5 (à confirmer) |

\*On suppose qu'à un taux de remplissage de 60% la charge surfacique éliminée reste la même qu'à 44%.

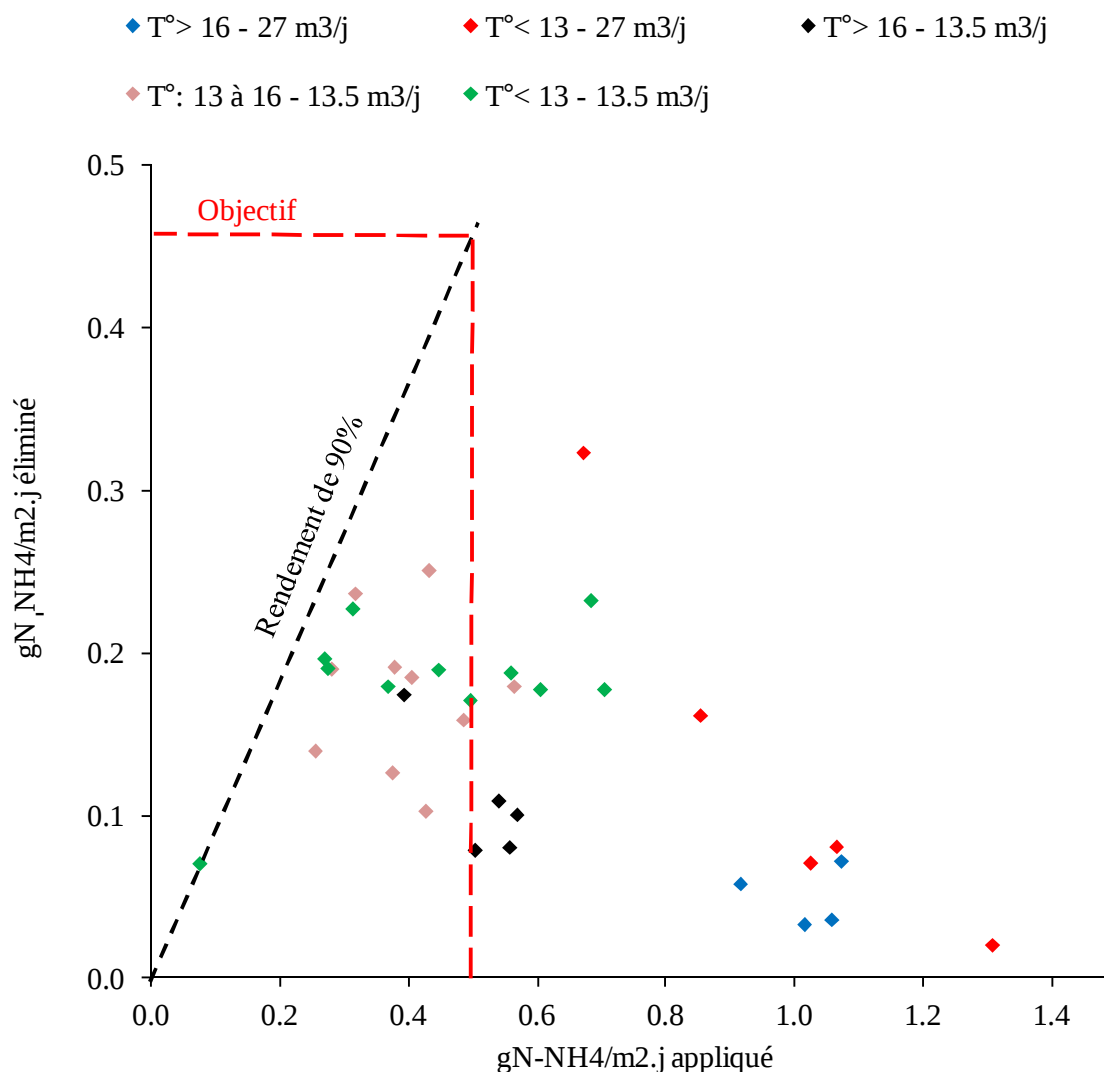
### III.4.2. Performances du réacteur N

#### III.4.2.1. Cas du BMJ40

La charge de dimensionnement à 10°C en traitement de l'azote ammoniacal sur le réacteur N est de 0,5 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j. Pour cette charge, un rejet inférieur à 3 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L est l'objectif de traitement. Ceci correspond environ à un rendement de 90%, sachant que le rendement correspondant à un rejet dépend du débit appliqué.

En parallèle du suivi du BMX2 en traitement du carbone, le suivi du BMJ40 (1700 m<sup>2</sup> interne/m<sup>3</sup> ordonné) en traitement de l'azote ammoniacal a été réalisé. Ainsi, deux débits constants de 13,5 et 27 m<sup>3</sup>/j, induisant un temps de séjour hydraulique de 2h et 1h respectivement, ont été étudiés. Le taux de remplissage maximum de 35% pour ce biomédia a

été étudié. La Figure 32 illustre les performances du réacteur N en traitement de l'azote ammoniacal, rempli à 35% de BMJ40, en fonction du débit et de la gamme de température.



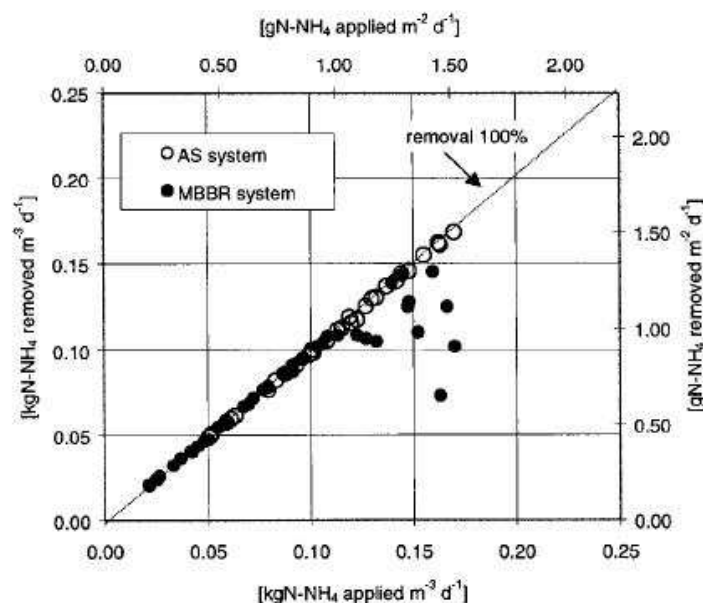
**Figure 32 : Performances du BMJ40 en nitrification**

Premièrement, à débit identique (27 m<sup>3</sup>/j pour les points bleus et rouges et 13,5 m<sup>3</sup>/j pour les points noirs, violets et verts), il n'y a pas de tendance forte entre la charge éliminée et la température. La même conclusion peut être formulée pour le temps de séjour hydraulique.

Deuxièmement, à la température de dimensionnement de 10°C (points rouges et verts), le rejet est toujours supérieur à 3 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L, quelle que soit la charge appliquée. Ainsi, le BMJ40 ne satisfait pas aux objectifs de traitement.

On note qu'à partir d'une charge de  $0,25 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ , le rejet de  $3 \text{ mgN-NH}_4^+/\text{L}$  est dépassé. Moyennant d'autres mesures à  $10^\circ\text{C}$  et à la charge appliquée de  $0,25 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ , on peut supposer que cette valeur représente la charge de dimensionnement du BMJ40.

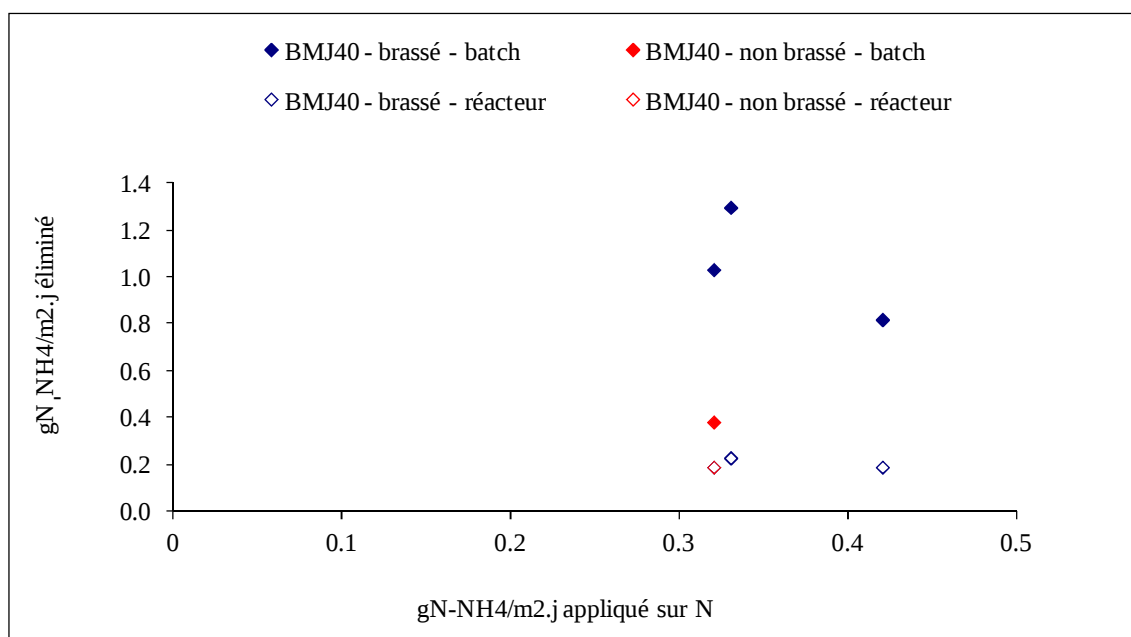
Pendant la revue de littérature, aucune étude évaluant les performances en nitrification du procédé réacteur par réacteur n'a été trouvée. À titre d'information, on peut citer l'étude d'Andreottola *et al.* (2000). La filière étudiée est 2 réacteurs aérobies en série, de volume 337 L, remplis à 70% de Flocor-Rmp ( $160 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ), et de temps de séjour hydraulique compris entre 3,3 et 7h par réacteur. Ces réacteurs sont suivis d'un clarificateur. Les températures varient de 5 à  $21^\circ\text{C}$ . Le rendement atteint est de 98% pour des charges appliquées allant jusqu'à  $1 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  (Figure 33).



**Figure 33 : Élimination de l'azote ammoniacal en fonction de la charge appliquée (Andreottola *et al.*, 2000)**

La charge en  $\text{DBO}_5$  appliquée pendant le suivi du BMJ40 a été estimée grâce au suivi de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  et du ratio  $\text{DBO}_5 / \text{DCO}_{\text{filtrée}}$ . Ainsi, la charge en carbone fluctue de 1,4 à  $7 \text{ gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ . Selon Hem *et al.* (1994), dans les conditions en oxygène ( $\sim 6 \text{ mgO}_2/\text{L}$ ) du réacteur N, et pour des charges inférieures à  $3 \text{ gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ j}$ , la vitesse de nitrification peut être égale à  $0,5 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ . Ainsi, de telles vitesses auraient dû être mesurées dans le réacteur N, rempli de BMJ40.

Pour expliquer ces performances, des vitesses maximales de nitrification, comme décrit en II.2.1.3, ont été réalisées. La Figure 34 illustre ces vitesses en batch (pointeurs pleins) en conditions optimales, en réacteur N le même jour (pointeurs vides) en conditions réelles et selon la charge moyenne appliquée sur le réacteur N en  $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \cdot \text{j}$  les 15 jours précédents le test. En batch, l'effet du brassage mécanique (point rouge plein) a été étudié.



**Figure 34 : Vitesses de nitrification en batch et en réacteur en fonction de la charge appliquée les 15 jours précédents le test**

Entre les vitesses de nitrification réalisées en batch brassé, en conditions optimales ( $\text{N-NH}_4^+ > 30 \text{ mg/L}$ ,  $\text{O}_2 > 6 \text{ mg/L}$ ,  $\text{HCO}_3^- > 350 \text{ mg/L}$ ), et celles réalisées en réacteur, en conditions réelles, un facteur 4, voire 6, est enregistré en faveur des 1<sup>ères</sup> vitesses de nitrification. Le brassage en batch a pour effet de détacher la biomasse du biofilm (concentration finale de  $1717 \text{ mgMeS/L}$  pour une concentration initiale de  $120 \text{ mgMeS/L}$ ) et de la mettre en contact de façon optimale avec le substrat. Sans brassage, la biomasse du biofilm reste attachée aux biomédias (concentrations finale et initiale similaires  $120 \text{ mgMeS/L}$ ). Ainsi, il est supposé que la biomasse autotrophe dans le réacteur est suffisante pour atteindre l'objectif de traitement. Cependant, dans les couches profondes du biofilm, elle ne serait pas atteinte en raison d'une diffusion faible. Ceci serait dû à l'absence de trou dans le BMJ40 qui empêche un mouvement transversier du liquide à travers le biomédia, diminuant de ce fait la diffusion. L'existence d'un facteur 2, voire 3, entre les vitesses de nitrification en batch brassé et non brassé confirme cette hypothèse.

Les travaux de Munz *et al.* (2011) ont conclu à l'influence de l'oxygène sur le taux de mortalité autotrophe. Pour une concentration de 7 mgO<sub>2</sub>/L, le taux de mortalité a été estimé à 0,4 j<sup>-1</sup>. En milieu anaérobie (concentration en oxygène, en nitrate et nitrite nulle), le taux de mortalité a été estimé à 0,03 j<sup>-1</sup>. Ainsi, dans les couches profondes du biofilm, supposées pauvres en oxygène, le taux de mortalité  $b_A$  serait moins élevé que dans les couches externes du biofilm. Ainsi, dans les couches profondes du biofilm, une quantité de biomasse autotrophe non négligeable et avec un taux de mortalité faible serait active, mais participerait peu à la vitesse de nitrification totale (cas du batch non brassé et du réacteur). Une fois détachée (cas du batch brassé), cette quantité de biomasse autotrophe participerait pleinement à la vitesse de nitrification totale.

En raison des faibles performances en nitrification du BMJ40, celui-ci a été remplacé par le BMX1.

#### III.4.2.2. Cas du BMX1

La charge de dimensionnement étudiée reste la même. Le débit appliqué est une courbe de débit comme décrit en II.1.3.1. Selon la concentration en entrée, et dans l'optique d'atteindre la charge de dimensionnement, différents débits journaliers ont été appliqués. Ainsi, les débits moyens journaliers ont été de 10 m<sup>3</sup>/j et 6 m<sup>3</sup>/j, induisant des temps de séjour de 2h30 et 4h40. La Figure 35 illustre les performances du réacteur N, rempli de BMX1 à différents taux de remplissage, et en fonction du débit et de la température.

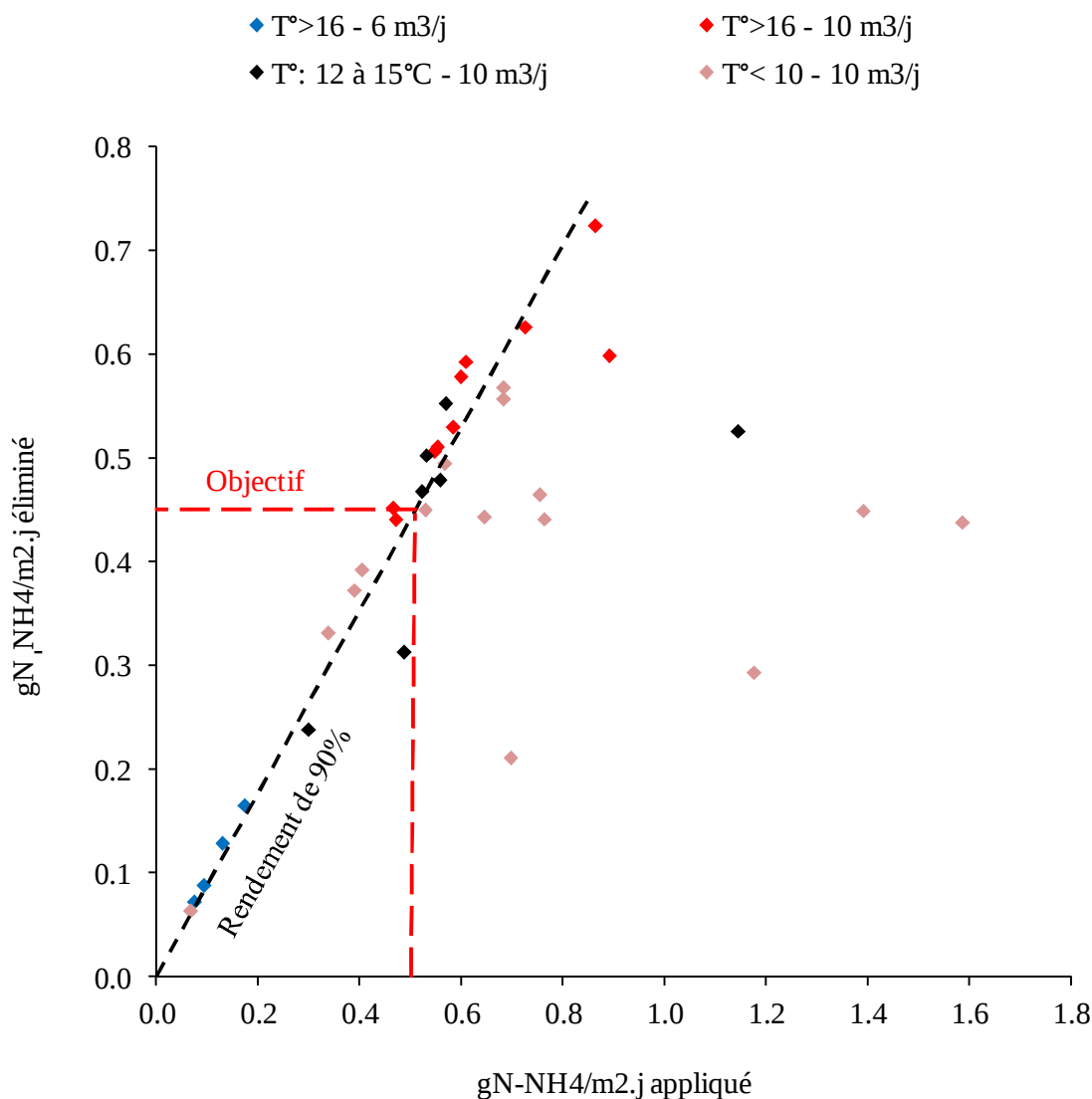


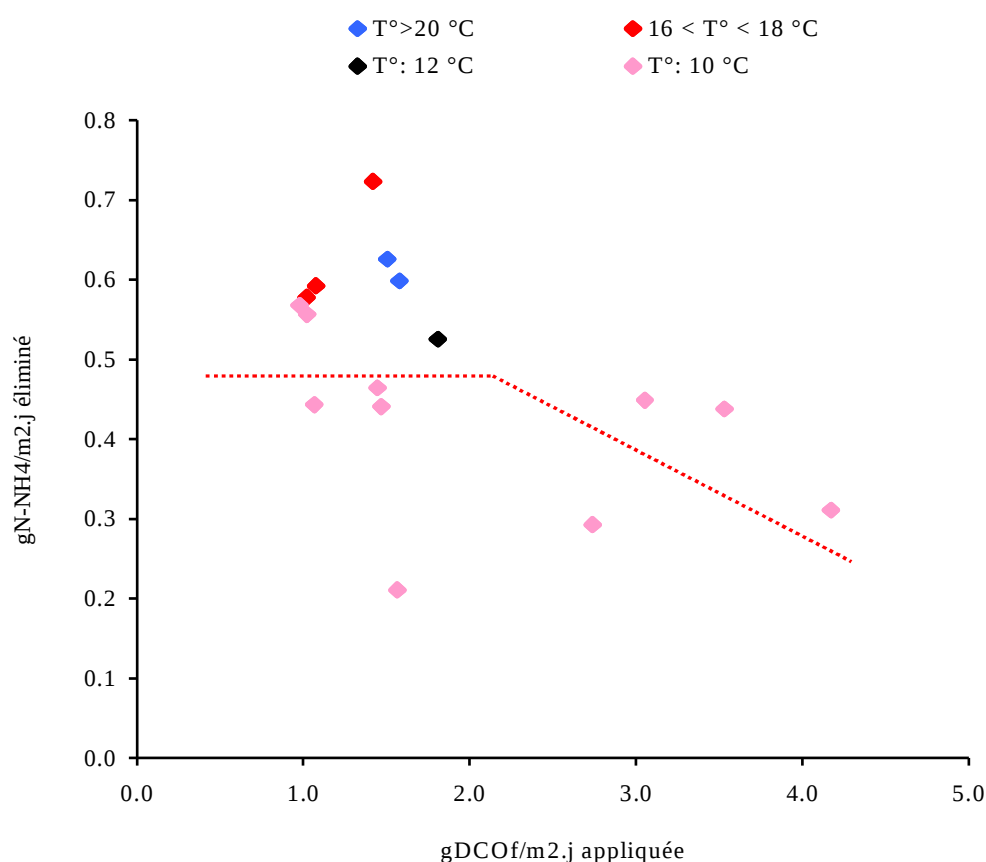
Figure 35 : Performances du BMX1 en nitrification

Premièrement, à débit identique ( $10 \text{ m}^3/\text{j}$  pour les points rouges, noirs, et violets), la température semble favoriser la nitrification. Le temps de séjour hydraulique ne semble pas influencer la nitrification, ce qui est logique puisque le processus est rapide.

Deuxièmement, à la température de dimensionnement de  $10^\circ\text{C}$  (points violets), l'objectif de rejet est atteint pour des charges appliquées inférieures à  $0,65 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ . Ainsi, le BMX1 satisfait aux objectifs de traitement et sa charge de dimensionnement à  $10^\circ\text{C}$  peut être réévaluée. Comme peu de points à cette charge et température ont été testés, il est nécessaire de continuer l'étude d'évaluation des performances pour confirmer la nouvelle charge de dimensionnement.

Il est rappelé qu'Andreottola *et al.* (2000) ont atteint le même objectif de rejet pour des charges appliquées allant jusqu'à  $1 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  (Figure 33).

L'influence de la charge carbonée a été étudiée. Ainsi, la Figure 36 montre la vitesse de nitrification dans le réacteur N en fonction de la charge surfacique appliquée en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ , pour le cas du BMX1. Le débit moyen journalier est de  $10 \text{ m}^3/\text{j}$ , induisant un temps de séjour hydraulique de 2h30.



**Figure 36 : Influence de la charge carbonée sur la nitrification - Cas du BMX1**

On observe que de 0 à 2  $\text{gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ , la vitesse de nitrification n'est pas impactée par la charge en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ . Au-delà, la vitesse de nitrification diminue avec l'augmentation de la charge carbonée. Ainsi, on suppose que pour des charges supérieures à 4  $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ , soit 1,4  $\text{gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ , la biomasse hétérotrophe entre en compétition avec la biomasse autotrophe pour l'oxygène et l'espace, diminuant de ce fait la vitesse de nitrification. Cette conclusion est formulée pour une température de l'effluent à  $10^\circ \text{C}$ . Andreottola *et al.* (2000) rapportent une valeur de 5,4  $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  à partir de laquelle le rendement chute, et ce pour des températures comprises entre 5 et  $21^\circ \text{C}$ . La

différence avec mon étude vient du rapport  $DCO_{totale} / DCO_{filtrée}$  égal à 2,6 dans l'étude d'Andreottola *et al.* et 2 dans mon étude. En termes de  $gDCO_{filtrée}/m^2$  interne.j, la limite de 2 est partagée dans les 2 études.

L'étude de l'influence du ratio  $DCO_{filtrée} / N-NH_4^+$  sur la nitrification n'a pas permis de déterminer une tendance forte pour ce paramètre. De plus, l'interprétation d'un résultat est difficile car l'augmentation du ratio peut venir aussi bien d'une augmentation de la  $DCO_{filtrée}$  que de la diminution du  $N-NH_4^+$ .

### III.4.2.3. Performances du BMX1 pendant la campagne

Les conditions opératoires, du suivi en continu du  $N-NH_4^+$  en entrée et en sortie du réacteur N, sont celles citées en II.2.3.1 pendant la campagne. La Figure 37 représente la charge appliquée et éliminée sur le réacteur N en  $gN-NH_4^+/m^2$  interne.j pendant la campagne. Les 2 pics enregistrés entre le 23 et le 24 mars 2011 correspondent aux à-coups de charge d'un facteur 2,3 provoqués sur le pilote.

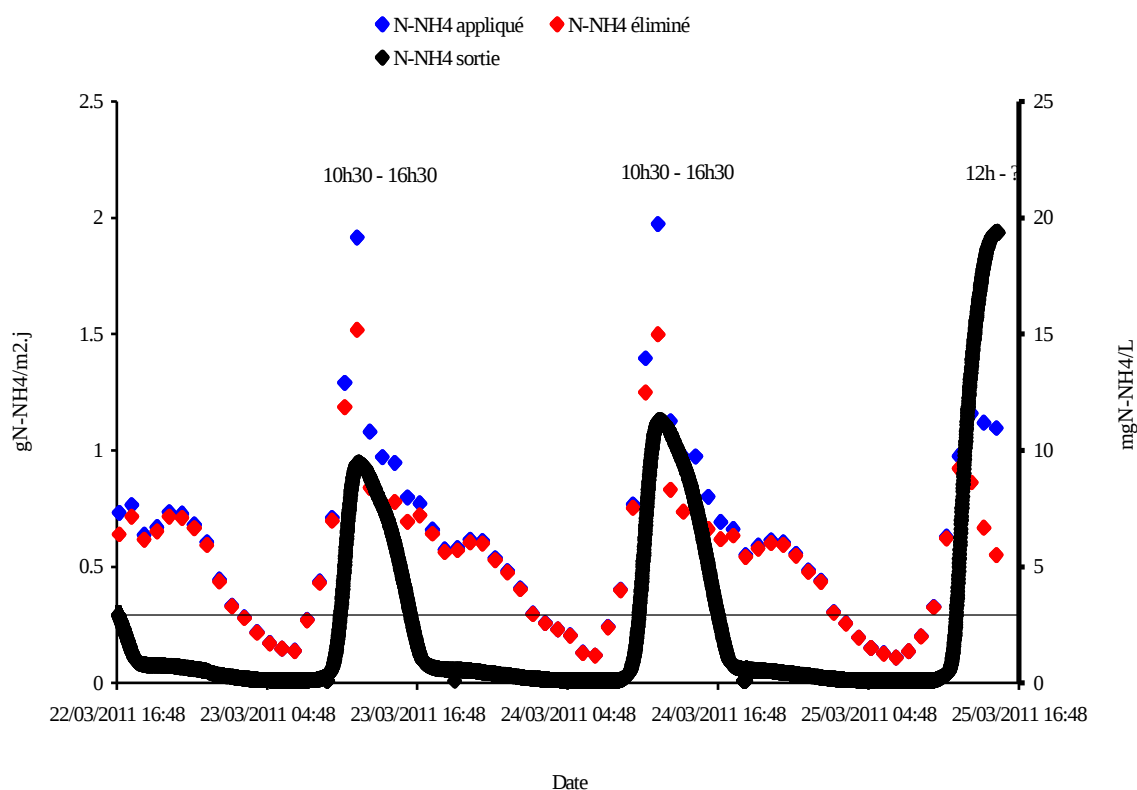


Figure 37 : Charges en  $N-NH_4$  appliquée et éliminée sur le réacteur N - Cas du BMX1, 60%

On note qu'entre 10h30 et 16h30, le rejet en sortie du réacteur N est supérieur à 3 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L. Cette période correspond à l'arrivée du pic de charge hydraulique créé de 7h à 12h sur le réacteur N après avoir traversé la bêche tampon, et le réacteur C. Cependant, la valeur moyenne journalière de la concentration de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> en sortie de la filière est légèrement inférieure à l'objectif de rejet. Ainsi, le procédé est capable de subir des à-coups de charge hydraulique, de facteur 2,3.

La comparaison des performances du procédé avec des valeurs de la bibliographie s'est heurtée à une difficulté : dans la bibliographie, la plupart des résultats sont obtenus pour des filières complètes (2 réacteurs en série, parfois une recirculation pour permettre une pré-dénitrification en tête, terminé par une clarification) au contraire de mon étude qui évalue les performances de chaque réacteur. En ce sens, cette étude est originale, mais se positionne difficilement par rapport aux autres études.



### III.5. VITESSES MAXIMALES DE NITRIFICATION

Pendant tout le suivi des performances du pilote, des vitesses maximales de nitrification ont été réalisées en batch selon le protocole décrit en II.2.1.3. Les résultats sont rassemblés par réacteur et biomédia dans le Tableau 23.

**Tableau 23 : Vitesses de nitrification en batch, en réacteur, et conditions opératoires**

| Réacteur C, BMX1  |                                                                                |                                                                                              |                  |                                                                                |                                                                                 |
|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|--------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| Numéro du test    | Appliqué les 15 jours précédents (gDCO <sub>f</sub> /m <sup>2</sup> interne.j) | Appliqué les 15 jours précédents (gN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /m <sup>2</sup> interne.j) | Température (°C) | NPR <sub>max</sub> (gN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /m <sup>2</sup> interne.j) | NPR <sub>réel</sub> (gN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /m <sup>2</sup> interne.j) |
| 1                 | 2,70                                                                           | 0,79                                                                                         | 10               | 0,79                                                                           | 0,12                                                                            |
| 2                 | 3,50                                                                           | 1,13                                                                                         | 12               | 1,43                                                                           | 0,52                                                                            |
| 3                 | 3,60                                                                           | 0,99                                                                                         | 12               | 1,00                                                                           | 0,38                                                                            |
| 4                 | 2,30                                                                           | 0,82                                                                                         | 14               | 0,89                                                                           | 0,3                                                                             |
| 5                 | 2,20                                                                           | 0,83                                                                                         | 21               | 1,05                                                                           | 0,3                                                                             |
| Réacteur N, BMJ40 |                                                                                |                                                                                              |                  |                                                                                |                                                                                 |
| 6                 | 0,75                                                                           | 0,42                                                                                         | 12               | 0,82                                                                           | 0,19                                                                            |
| 7                 | 0,60                                                                           | 0,33                                                                                         | 10               | 1,30                                                                           | 0,23                                                                            |
| 8                 | 0,75                                                                           | 0,32                                                                                         | 14               | 1,03                                                                           | 0,19                                                                            |
| 9                 | 0,60                                                                           | 0,31                                                                                         | 21               | 0,84                                                                           | 0,18                                                                            |
| Réacteur N, BMX1  |                                                                                |                                                                                              |                  |                                                                                |                                                                                 |
| 10                | 1,30                                                                           | 0,43                                                                                         | 12               | 0,83                                                                           | 0,31                                                                            |
| 11                | 1,65                                                                           | 0,72                                                                                         | 10               | 1,41                                                                           | 0,49                                                                            |
| 12                | 1,00                                                                           | 0,55                                                                                         | 14               | 1,24                                                                           | 0,5                                                                             |

En premier lieu, pour les mêmes températures (10, 12 et 14°C) et biomédia (BMX1), la vitesse maximale de nitrification induite dans le réacteur N est légèrement supérieure ( $1,16 \pm 0,05$  gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j) à celle dans le réacteur C ( $1,03 \pm 0,05$  gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j). L'erreur courante sur cette mesure est de 5%. Cette augmentation de 13% est probablement due à la quantité de biomasse autotrophe plus importante dans le réacteur N que dans le réacteur C.

Ensuite, à mêmes températures (10, 12 et 14°C) et réacteur (N), la vitesse maximale de nitrification induite par le BMX1 ( $1,16$  gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j) est 10% supérieure à celle induite par le BMJ40 ( $1,05$  gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j). Cette augmentation de 10% est imputable

à la mauvaise diffusion du substrat ( $S_{nh}$ ,  $S_o$ ) dans le biofilm du BMJ40, et ce malgré une charge en  $DCO_{filtrée}$  2 fois supérieure pour le BMX1.

Enfin, le ratio  $NPR_{max} / NPR_{réel}$ , calculé pour les températures 10, 12 et 14°C, est le plus faible pour le BMX1 dans le réacteur N (2,7), suivi du BMX1 dans le réacteur C (3,7) et du BMJ40 du réacteur N (5,1). Ainsi, la capacité maximale de nitrification s'exprime le mieux dans le réacteur N pour le BMX1.

L'influence de la température et de la charge en  $N-NH_4^+$  a été étudiée dans le cas du réacteur C et du BMX1 ; les autres données n'étant pas exploitables en raison de la variation constante des conditions opératoires (température, charges) entre chaque test. L'influence du temps de séjour hydraulique, du ratio  $DCO_{filtrée} / N-NH_4^+$  et de la charge en  $DCO_{filtrée}$  n'a pas pu être étudiée en raison du manque de données.

### III.5.1. Influence de la température

La Figure 38 illustre les vitesses de nitrification en batch et dans le réacteur C en fonction de la température.

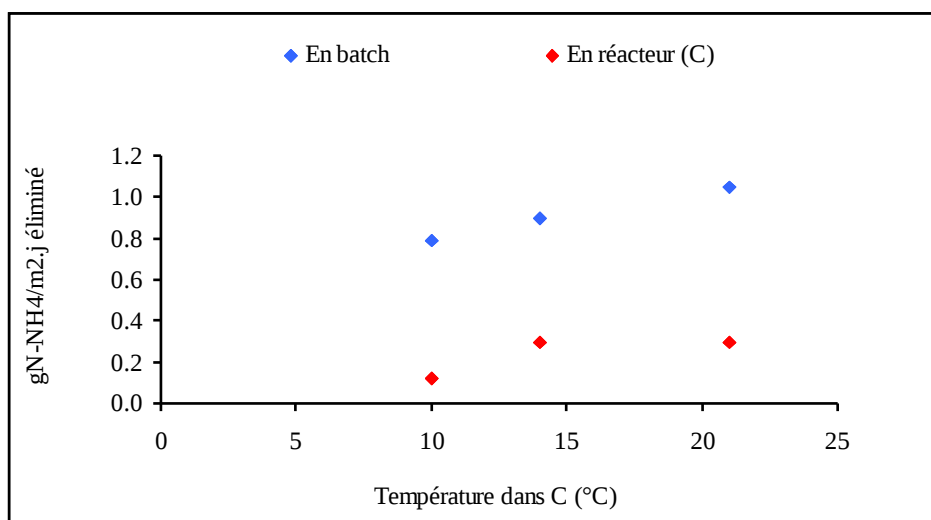


Figure 38 : Vitesses de nitrification en batch et dans le réacteur C en fonction de la température

Seuls les tests 1, 4 et 5 ont été retenus pour voir l'influence de la température. En effet, les charges en  $DCO_{filtrée}$  et en  $N-NH_4$  sont égales. On observe qu'une augmentation de la température implique une augmentation de la vitesse maximale de nitrification. Par rapport à

la vitesse maximale de nitrification mesurée à 10°C, l'augmentation est estimée à 3% par degré supplémentaire.

On note également que le ratio  $\text{NPR}_{\text{max}} / \text{NPR}_{\text{réel}}$  est voisin de 4,5 dans le réacteur C. Si on enlève la valeur atypique du test 1 (6,5), cette moyenne descend à 3,2. Les conditions en  $\text{O}_2$ , en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}} / \text{N-NH}_4^+$ , en pH, moins avantageuses dans le réacteur, expliquent cette différence.

### III.5.2. Influence de la charge en N-NH<sub>4</sub>

Seuls les tests 2 et 3, où la charge en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  et la température sont égales, permettent de voir l'influence de la charge en  $\text{N-NH}_4^+$ . Ainsi, une augmentation de 13% de la charge en  $\text{N-NH}_4$  (0,99 à 1,13  $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2$  interne.j) implique une augmentation de 31% de la vitesse maximale de nitrification (1,00 à 1,31  $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2$  interne.j). Cette augmentation est également observée pour la vitesse de nitrification dans le réacteur C. Cette augmentation est supposée due à la quantité de la biomasse autotrophe, plus importante dans le cas du test 2.



## III.6. CONCLUSIONS PARTIELLES

---

### III.6.1. La fluidisation

Pour la fluidisation d'un volume donné de biomédias, le BMX1 est plus facilement mis en suspension que le BMX2 ou le BMJ40. Dans l'optique de la recherche de la vitesse ascensionnelle la plus faible pour fluidiser les biomédias, il faut rechercher un biomédia aéré, qui constitue un volume le moins dense possible.

Pour la fluidisation d' $1 \text{ m}^2$  de surface utile, le BMX2 est plus facilement mis en suspension que le BMX1 ou le BMJ40. Ici, il semble qu'il faille à la fois rechercher un biomédia aéré, et un biomédia à grande surface spécifique effective.

Pour améliorer ce test de fluidisation du biomédia, on peut imaginer l'utilisation d'un réacteur transparent qui permettrait de voir si la fluidisation du biomédia est homogène dans toute la hauteur du réacteur.

On pourrait également étudier l'influence du type de fluidisation (spiral flow, ...) sur les performances épuratoires du procédé ainsi que l'effet de la géométrie du réacteur sur la fluidisation.

### III.6.2. L'hydrodynamique

Pendant l'étude du procédé, un traçage au sel a été réalisé. Il en résulte que les réacteurs peuvent être considérés comme des réacteurs complètement mélangés, sans zone morte, et sans écoulement préférentiel. De plus, le calcul du temps de séjour hydraulique avec les résultats du traçage a permis de valider un protocole d'estimation du HRT plus simple de mise en œuvre (II.2.1.2).

Dans un souci de compréhension, mais aussi du dimensionnement et de l'exploitation du procédé R3F, il serait intéressant de connaître le lien qui existe entre l'hydrodynamique et les performances, comme semblent l'évoquer Boltz et Daigger (2010).

L'hydrodynamique influence la résistance à la diffusion à l'interface liquide / biofilm et donc la dynamique des processus biologiques. L'augmentation de la vitesse en eau / air diminue cette résistance à la diffusion, la diminution de la vitesse augmente la résistance à la diffusion. Ainsi, il apparaît crucial d'étudier l'influence de l'hydrodynamique sur les performances épuratoires du procédé pour optimiser dans un premier temps le dimensionnement de ce procédé et pour améliorer dans un second temps la robustesse des modèles.

### III.6.3. Le transfert d'oxygène

Pour le taux de remplissage (55%) et le biomédia (BMX1) étudiés, on en déduit que le biomédia a un apport positif sur le transfert d'oxygène en eau claire. En effet, même à un débit inférieur du aux pertes de charge occasionnées par le volume de biomédias, le  $k_{La20}$  avec biomédias vaut  $22,3 \text{ h}^{-1}$  contre  $16,9 \text{ h}^{-1}$  sans biomédia. Ainsi, grâce à l'accroissement du transfert d'oxygène avec le matériau, l'oxygénation du procédé R3F est plus facile que le procédé boues activées.

En boue, on retrouve cet effet d'accroissement du transfert d'oxygène avec le taux de remplissage. En effet, les tests à un taux de remplissage de 44% dans C, et 60% dans N, pratiquement à un débit identique (respectivement  $5,3 \text{ Nm}^3/\text{h}$  et  $4,8 \text{ Nm}^3/\text{h}$ ), ont montré un  $k_{La'20}$  à  $2,7 \text{ h}^{-1}$  et  $5,2 \text{ h}^{-1}$  dans les réacteurs C et N respectivement. Au regard des gammes des  $k_{La'20}$  des 2 tests ( $2,3 - 3 \text{ h}^{-1}$  dans C et  $4,5 - 6,2 \text{ h}^{-1}$  dans N), l'écart n'est peut-être pas si important.

Certaines études en fine et moyenne bulle (Pham *et al.*, 2008; Viswanathan *et al.*, 2008) concluent à des résultats contraires à ceux de cette étude. Pham *et al.* (2008) ont observés en fine bulle une influence négative du taux de remplissage de biomédias sur le transfert en oxygène en eau claire. En moyenne bulle, ils concluent à l'existence d'un taux de remplissage optimum pour lequel le transfert de l'oxygène en eau claire est maximal. Ce taux est compris entre 40 et 50%. Enfin, l'étude de Viswanathan *et al.* (2008) conclut à l'influence nulle du biomédia sur le coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue á, sous-entendant donc que les tests de transfert d'oxygène peuvent être effectués sans biomédia.

Ainsi, il conviendrait de réaliser d'autres tests de transfert d'oxygène en étudiant plusieurs vitesses en air, et plusieurs taux de remplissage en fine et moyenne bulle afin d'optimiser l'exploitation de ce poste qui s'avère être un point coûteux pour ce procédé.

### III.6.4. Les performances épuratoires

Différents types de biomédia (BMX2, BMJ40 et BMX1) ont été étudiés afin d'évaluer leur performance en traitement du carbone et de l'azote ammoniacal vis-à-vis de leur charge de dimensionnement. Il en résulte que les charges de dimensionnement à 10°C du BMX2 et du BMJ40 ont été réévaluées à la baisse : 2,1 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j et 0,25 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j respectivement. Les charges de dimensionnement à 10°C du BMX1 ont été réévaluées à la hausse : 5,5 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j et 0,65 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j. La limite en traitement du carbone n'a pas été estimée lors de cette étude pour le BMX1.

Dans la littérature, il est difficile de trouver des études de performances réacteur par réacteur. En général, les performances sont plutôt calculées sur l'ensemble d'une filière. Ainsi, pour le futur, il serait intéressant d'étudier le procédé R3F intégré à une filière complète (ex : 2 réacteurs aérobies suivis d'un clarificateur ou 1 réacteur anoxie pour la pré-dénitrification en série avec 2 réacteurs aérobies et un clarificateur).

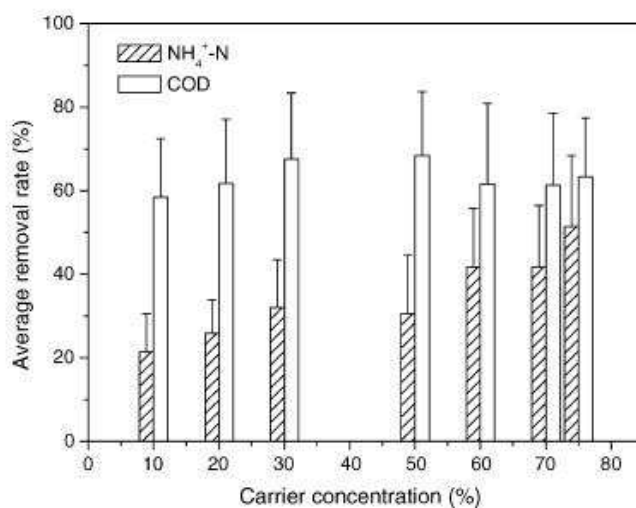
Le suivi du pilote constitue une base de données exploitable pour la construction d'un modèle. La campagne intensive (données expérimentales in situ et en laboratoire) permettra le calage du modèle. Le suivi long terme servira de validation. Dans l'optique du calage du modèle, une étude de sensibilité sera réalisée afin de déterminer les paramètres influençant de façon importante les variables de sorties. Suite à cette étude, un protocole de calage sera établi afin de caler les 2 réacteurs en série. Le jeu de paramètres calé, issu de l'application du protocole, sera testé sur une 2<sup>nd</sup>e série de données pour être validé. Le chapitre suivant rassemble les résultats de modélisation.

Pour confirmer les nouvelles charges de dimensionnement du BMX1, un suivi long terme avec des charges appliquées plus importantes que celles étudiées doit être envisagé.

Les performances épuratoires mesurées en g/m<sup>2</sup> interne.j étant fortement liées à l'estimation de la surface colonisée par la biomasse, ce point doit également être étudié pour le futur. En

effet, il n'existe pas encore de protocole d'estimation de cette surface partagée par la communauté scientifique. L'étude de Levstek *et al.* (2010) propose un protocole avec le logiciel GPS-X combiné à des mesures en laboratoire.

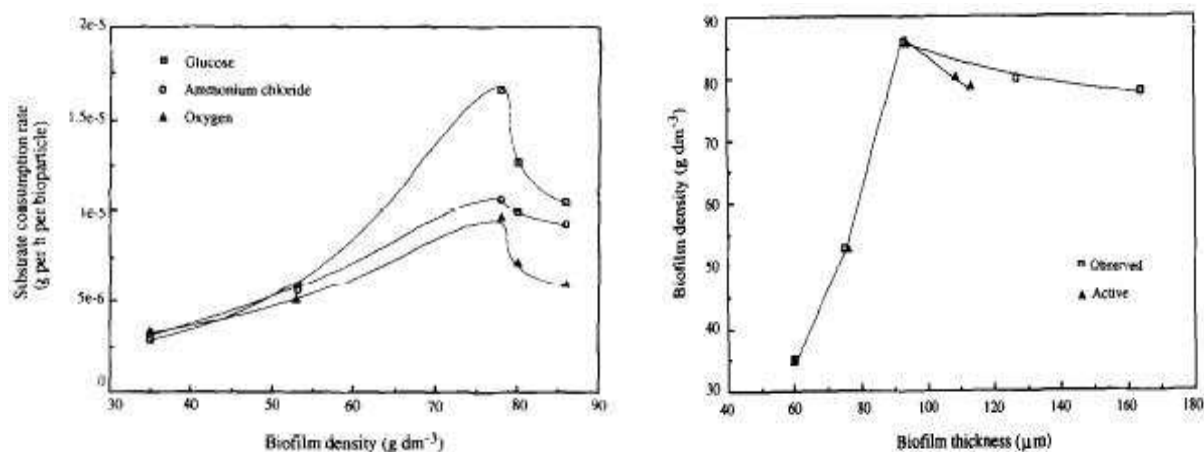
Enfin, une étude poussée sur l'influence du taux de remplissage sur les performances épuratoires du procédé pourrait être menée. En effet, Wang *et al.* (2005) ont souligné l'existence d'un taux de remplissage optimum ( $\sim 50\%$  pour le biomédia étudié), inférieur au taux de remplissage maximum du biomédia, pour lequel le rendement du traitement de la  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  est maximal. En revanche, aucun taux de remplissage optimum ne semble exister pour le traitement de l'azote ammoniacal d'après les résultats de cette même étude (Figure 39).



**Figure 39 : Rendement du traitement de la DCO et du  $\text{N-NH}_4$  en fonction du taux de remplissage (Wang *et al.*, 2005)**

### III.6.5. La diffusion

La diffusion, en plus de l'hydrodynamique, est un processus déterminant pour un tel procédé à biofilm. Les travaux de Seker *et al.* (1995) ont démontré que la vitesse de consommation des composés solubles (glucose, oxygène, chlorure d'ammonium) augmente avec la densité jusqu'à une valeur seuil (78 g/L) puis diminue (Figure 40). Cette densité augmente également avec l'épaisseur du biofilm jusqu'à une valeur critique (90  $\mu\text{m}$ ) puis diminue (Figure 40).



**Figure 40 : Densité du biofilm en fonction de son épaisseur (<sup>a</sup> eker *et al.*, 1995)**

Ainsi, on s'aperçoit que le contrôle de l'épaisseur du biofilm (via le taux de remplissage, la fluidisation, et la charge) permettrait d'optimiser la vitesse de consommation et donc les performances épuratoires du procédé.

Les résultats de modélisation sont décrits dans le chapitre suivant.



# **CHAPITRE IV : MODÉLISATION**



## IV.1. CALAGE DU MODELE MBBR / R3F DE GPS-X

Dans l'optique d'être précis sur la description de la nature de l'influent alimentant le modèle, il a été décidé d'estimer les fractions de la DCO, et de NTK définis en Annexe 2.

### IV.1.1. Fractionnement de la matière organique de l'eau résiduaire urbaine en classe de biodégradabilité (C, N)

Le fractionnement de la matière organique de l'eau résiduaire urbaine en classe de biodégradabilité (carbone et azote) a été réalisé sur 6 échantillons selon le protocole décrit en II.2.1.1. Ces 6 échantillons correspondent à 3 échantillons moyens 2 heures proportionnels au débit prélevés de 1h - 3h, de 11h - 13h et de 18h - 20h, et ce lors de 2 journées différentes (le 29/11/10 et le 10/03/11, une semaine avant le début de la campagne). Les résultats du fractionnement ont été comparés afin de déterminer des relations simples liant les fractions aux paramètres classiques ( $DCO_{totale}$ ,  $DCO_{filtrée}$ ). Les résultats sont présentés à la Figure 41 pour la concentration en DCO filtrée inerte  $S_I$  (à gauche) et la fraction de DCO lentement biodégradable  $\%X_S$  (à droite).

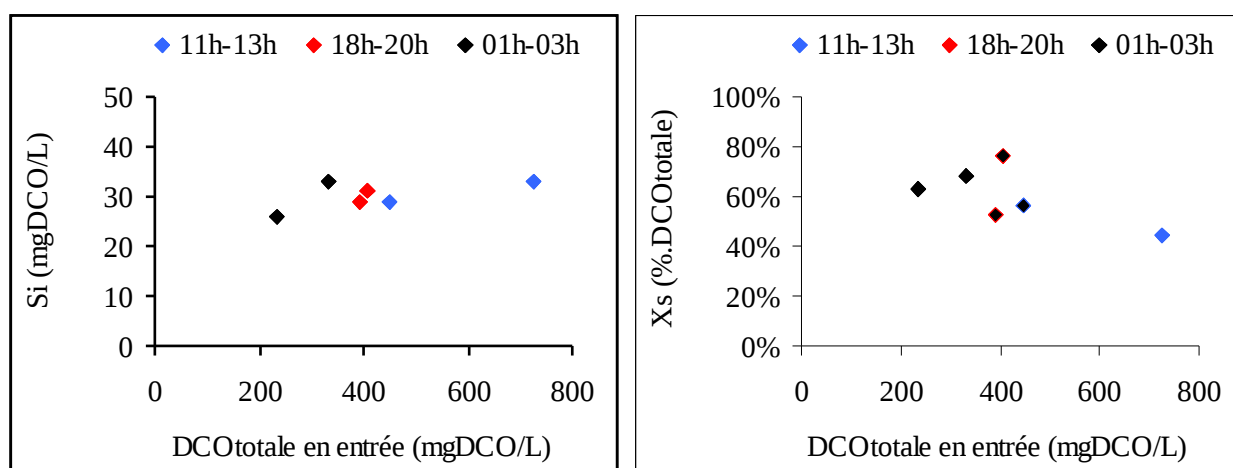


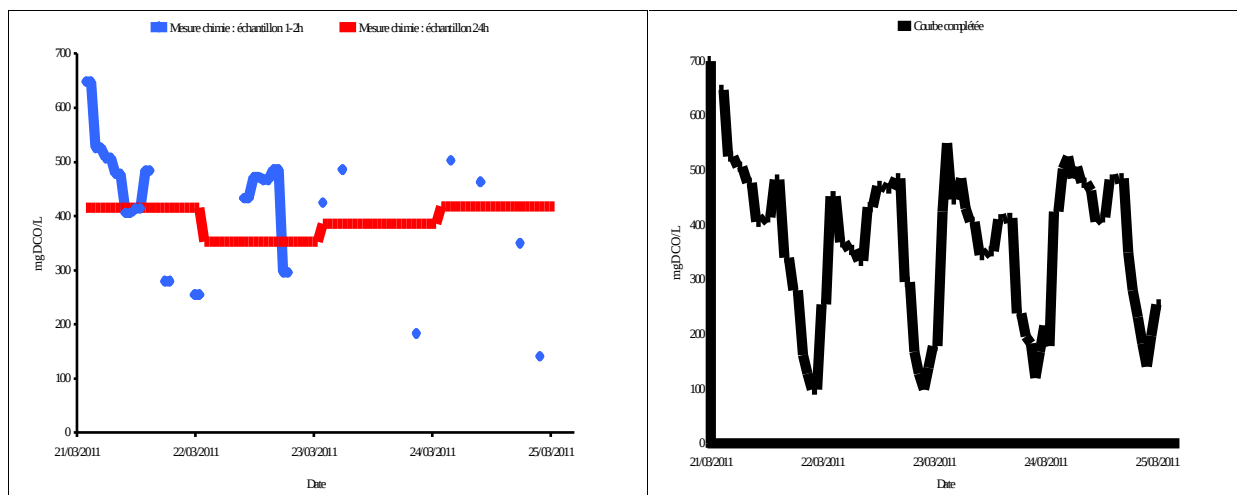
Figure 41 : Représentation graphique de  $S_I$  et  $\%X_S$  en fonction de la DCO totale mesurée en entrée

À la vue de la Figure 41 (graphique de gauche), il est déduit que la matière organique soluble inerte ( $S_I$ ) est constante dans le temps et égale à 30 mgDCO/L. À la vue de la Figure 41 (graphique de droite), il est décidé que le pourcentage de la  $DCO_{particulaire}$  lentement biodégradable par rapport à la  $DCO_{totale}$  est constant dans le temps et égal à 60%. Les autres

fractions ( $S_S$  et  $X_I$ ) s'estiment par différence. Ainsi, le fractionnement retenu pour la campagne est le suivant :

- § La matière organique soluble inerte :  $S_I = 30 \text{ mgDCO/L}$
- § La matière organique soluble biodégradable :  $S_S = \text{DCO}_{\text{filtrée à } 0,7 \text{ } \mu\text{m}} - 30$ . Cette estimation de  $S_S$  par rapport à la DCO filtrée à  $0,7 \text{ } \mu\text{m}$  constitue une différence par rapport à la méthode physico-chimique de Roeleveld et Van Loosdrecht (2002). En effet, Roeleveld et Van Loosdrecht détermine  $S_S$  par rapport à la DCO filtrée à  $0,1 \text{ } \mu\text{m}$  (membrane) ou après une coagulation-floculation et une filtration à  $0,45 \text{ } \mu\text{m}$ . La  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  (et  $S_S$  indirectement) est donc surestimée par rapport à la méthode de Roeleveld et Van Loosdrecht (2002). Cependant, cette surestimation est en partie compensée par celle de  $S_I$  précédemment.
- § La matière organique particulaire biodégradable :  $X_S = 0,6 \times \text{DCO}_{\text{totale}}$
- § La matière organique particulaire inerte :  $X_I = \text{DCO}_{\text{totale}} - X_S - S_S - S_I$
- § La biomasse est considérée négligeable :  $X_{BH} = X_{BA} = 0 \text{ mgDCO/L}$

Pendant la campagne, la DCO totale et filtrée ont été mesurées seulement sur quelques échantillons moyens 1 et 2 heures. À partir de ces heures connues, une courbe de la DCO totale et filtrée a été constituée pendant toute la durée de la campagne. La Figure 42 illustre la construction de la courbe de  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  alimentant le modèle pendant 4 jours.



**Figure 42 : Mesure de la DCO<sub>totale</sub> (gauche) et courbe de la DCO<sub>totale</sub> déduite alimentant le modèle (droite)**

La méthode employée se décompose en 3 étapes :

- § Rapporter les valeurs des concentrations des échantillons 1-2h connues dans les créneaux horaires non connus
- § Pour les concentrations des créneaux horaires toujours non connus, prendre la concentration moyenne des concentrations encadrant le créneau horaire à renseigner
- § Translater la courbe ainsi construite de façon à ce que les concentrations journalières issues de la courbe coïncident avec les concentrations mesurées sur les échantillons 24h

La pollution azotée a été fractionnée de la façon suivante :

- § L'azote ammoniacal :  $S_{nh}$  = mesure de la sonde WTW ou analyse chimique
- § L'azote Kjeldhal :  $NTK = S_{nh} \times 1,42$ . Le ratio, mesuré sur 4 échantillons journaliers pendant la campagne, présente un écart-type de 0,04. Il est donc supposé que le ratio est constant dans le temps

- § L'azote organique soluble et particulaire :  $S_{nd} = X_{nd} = (NTK - S_{nh} - 0,068 \times X_I) / 2$  (fractionnement du modèle Mantis) où  $0,068 \times X_I$  équivaut à l'azote inerte
- § L'azote nitrique et nitreux :  $S_{no}$  = mesure de la sonde WTW ou analyse chimique

Le Tableau 24 rassemble les pourcentages par rapport à la  $DCO_{totale}$  et au NTK des fractions de la matière organique carbonée et azotée respectivement.

**Tableau 24 : Fractions en pourcentage de la  $DCO_{totale}$  et du NTK pendant la campagne. Comparaison avec 2 autres études**

|                  | $S_I$  | $S_S$  | $X_S$   | $X_I$  | $S_{nh}$ | $S_{nd}$<br>$X_{nd}$ | Azote<br>organique<br>inerte | Etude                         |
|------------------|--------|--------|---------|--------|----------|----------------------|------------------------------|-------------------------------|
| % $DCO_{totale}$ | 5 - 30 | 1 - 36 | 60      | 0 - 33 |          |                      |                              | ma thèse                      |
| %NTK             |        |        |         |        | 70       | 5 - 15               | 0 - 20                       |                               |
| % $DCO_{totale}$ | 2 - 15 | 3 - 27 | 28 - 74 | 8 - 39 |          |                      |                              | Pasztor <i>et al.</i> (2009)  |
| %NTK             |        |        |         |        | ?        | ?                    | ?                            |                               |
| % $DCO_{totale}$ | 2 - 6  | 4 - 35 | 35 - 80 | 9 - 21 |          |                      |                              | Choubert <i>et al.</i> (2010) |
| %NTK             |        |        |         |        | ?        | ?                    | ?                            |                               |

Pendant la campagne, les valeurs moyennes de DCO et de NTK ont été respectivement de 393 mgDCO/L [353 - 418] et de 49 mgN/L [49 - 51].

En synthétisant une vingtaine de travaux de modélisation dans le monde, Pasztor *et al.* (2009) ont révélé les gammes de fractions de la  $DCO_{totale}$ . La gamme de  $DCO_{totale}$  pour laquelle ces fractions ont été mesurées n'est pas connue. Il en est déduit que les fractions retenues pour la modélisation de la campagne intensive de mesure sont en adéquation avec l'étude de Pasztor. Seule la gamme de la fraction  $S_I$  est plus étalée. Cela vient du fait que  $S_I$  est considérée constante. Ainsi, pendant la nuit où la DCO est faible, la fraction  $S_I$  est importante.

En se focalisant sur 26 eaux résiduaires urbaines françaises, les travaux de Choubert *et al.* (2010) confirment le choix du fractionnement des eaux alimentant le pilote. La gamme de  $DCO_{totale}$  pour laquelle ces fractions ont été mesurées n'est pas connue.

### IV.1.2. Valeur du jeu de paramètres actualisé

L'épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ ) a été calculée en résolvant les équations 16 et 17, avec les valeurs des constantes définies en II.2.1.2. Selon les valeurs du coefficient de diffusion du composé soluble, de la longueur caractéristique ( $d_p = 9 - 10$  mm) du BMX1 et de la vitesse de l'eau ( $U = 8 - 22$  m/h), les valeurs de  $L_L$  calculées sont [175 - 343  $\mu\text{m}$ ] pour le réacteur C et [152 - 300  $\mu\text{m}$ ] pour le réacteur N (Annexe 8). Pour débiter, la valeur de 200  $\mu\text{m}$  a été retenue pour simuler la campagne de mesure des 2 réacteurs. Cette valeur sera sûrement modifiée au cours du calage du modèle.

La revue de littérature n'a pas permis de trouver des valeurs d'épaisseurs de couche liquide limite pour le procédé MBBR / R3F. À titre d'information, Christensen *et al.* (1995) ont trouvé pour un biofiltre des épaisseurs de 65 à 175  $\mu\text{m}$  à des vitesses en eau comprises entre 1,3 et 11 m/h. Vigne *et al.* (2007) ont trouvé après calage d'un modèle de biofiltre une épaisseur de 120  $\mu\text{m}$  pour une vitesse en eau de 3 m/h. Une valeur de 54  $\mu\text{m}$  est retenue dans le modèle IFAS / MBBR de Boltz *et al.* (2009). Ainsi, comparativement à la bibliographie, la valeur calculée par défaut est supérieure et ce pour une gamme de vitesses en eau supérieure. La formule empirique retenue n'étant pas totalement adaptée au cas du biomédia BMX1, le paramètre peut être amené à être calé.

L'épaisseur maximale du biofilm a été mesurée dans les réacteurs C et N selon le protocole défini en II.2.1.2. Les valeurs retenues pour la simulation de la campagne sont de 63  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  pour les réacteurs C et N.

Ces valeurs sont inférieures à celles trouvées dans la littérature (Vigne, 2007). Cette différence peut venir de l'erreur induite par l'application du protocole ou du procédé. Le prélèvement de 200 BMX1, réalisé à la main, est une source d'erreur difficilement quantifiable en raison du décollement possible du biofilm lors du prélèvement. Enfin, aucun protocole connu n'existe pour l'estimation du contenu en matière sèche du biofilm, de la densité, et de la surface effective utile, paramètres sensibles dans l'estimation de la valeur de  $L_{f,max}$ .

Le volume d'eau déplacé par les biomédias a été mesuré selon le protocole présenté au II.2.1.2. Il en résulte que pour le BMX1, et pour des taux de remplissage de 44% pour le

réacteur C et de 60% pour le réacteur N, les valeurs sont 0,41 et 0,42 m<sup>3</sup> d'eau / m<sup>3</sup> de biomédias respectivement. Il n'existe pas de valeurs dans la littérature.

Le  $k_{La20}$  a été mesuré selon le protocole décrit en II.1.3.4 pour le réacteur C. La valeur déterminée dans le réacteur C (7,2 h<sup>-1</sup>) est décomposée en  $k_{La20}$  de 18 h<sup>-1</sup> et en  $\alpha$  de 0,4 comme paramètres actualisés. Les mêmes valeurs sont prises pour le réacteur N. Malgré leur mesure, le calage de ces paramètres est envisagé si besoin, notamment pour le réacteur N où les paramètres n'ont pas été mesurés.

Le comportement hydraulique du procédé a été évalué à l'aide d'un traçage selon le protocole décrit en II.1.3.6. L'expérimentation a permis de confirmer l'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé. De plus, les données du traçage ont permis de vérifier la conservation des espèces inertes au sein du modèle. La Figure 43 illustre l'évolution de la concentration en sel simulée avec les paramètres par défaut et avec les paramètres calés.

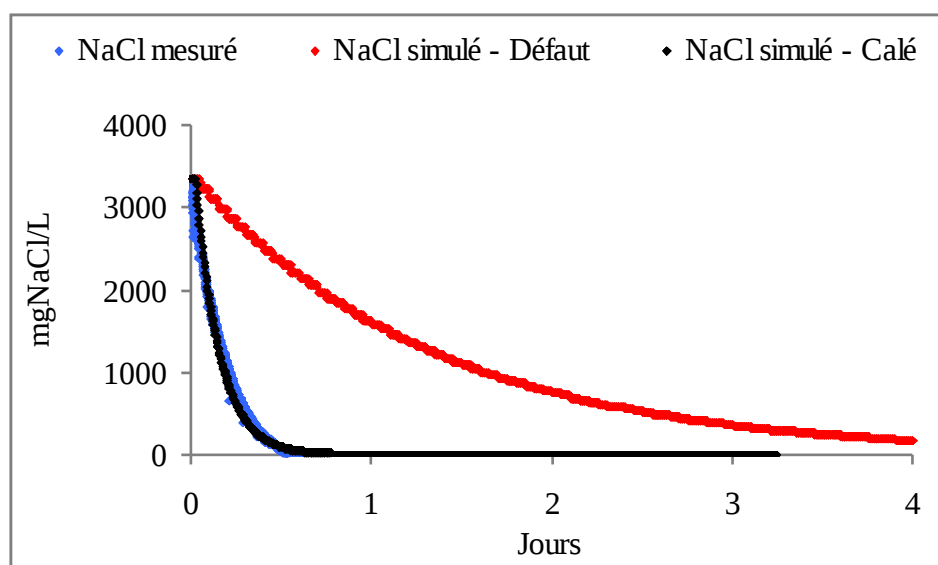


Figure 43 : Exemple de la simulation du traçage hydraulique au sel du réacteur C

Avec les paramètres par défaut du modèle MBBR / R3F de GPS-X, le bilan de matière inerte n'est pas conservé. En effet, par défaut, les paramètres d'intégration des équations différentielles des composés solubles (i.e. période et longueur d'intégration) supposent qu'un état d'équilibre est atteint instantanément. Or, lors de l'application d'un 'pulse test' de très courte durée, utilisée lors de l'opération de traçage, l'état d'équilibre est atteint quelques heures après (~ 20 heures pour ce traçage). Avec les paramètres calés (0,025 j<sup>-1</sup> pour la

période d'intégration, et  $0,025 \text{ j}^{-1}$  pour la longueur d'intégration au lieu de  $0,05 \text{ j}^{-1}$ , et  $0,005 \text{ j}^{-1}$  respectivement), le bilan de matière inerte des composés solubles est conservé. Ce paramétrage est donc retenu pour débiter le calage du modèle.

### IV.1.3. Classification des paramètres de calage

55 paramètres sont impliqués dans le modèle MBBR / R3F. 12 sont directement mesurables, 10 sont indirectement mesurables après application d'un protocole, et 33 ne sont pas mesurables, et sont à modifier à partir des données de fonctionnement d'une installation. Le Tableau 25 classifie les paramètres selon les 3 catégories citées ci-dessus.

**Tableau 25 : Classification des paramètres selon leur mode de détermination**

| Catégories                                                               | Paramètres                                                              | Symboles             | Unités                   |
|--------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|----------------------|--------------------------|
| 1 - Paramètres directement mesurables                                    | Ratio $\text{DCO}_{\text{part}} / \text{MVS}$ de l'influent             | icv                  | $\text{gDCO/gMVS}$       |
|                                                                          | Ratio $\text{DBO}_5 / \text{DBO}_{\text{ultime}}$ de l'influent         | $f_{\text{DBO}}$     | -                        |
|                                                                          | Réacteur en série                                                       | n                    | -                        |
|                                                                          | Hauteur du réacteur                                                     | h                    | m                        |
|                                                                          | Volume du réacteur réel                                                 | V                    | $\text{m}^3$             |
|                                                                          | Fractions des volumes de réacteurs                                      | $f_v$                | -                        |
|                                                                          | Taux de remplissage                                                     | %                    | -                        |
|                                                                          | Surface effective utile du biomédia                                     | $S_{\text{eff}}$     | $\text{m}^2/\text{m}^3$  |
|                                                                          | Volume d'eau déplacée par un $\text{m}^3$ de biomédias                  | $V_{\text{eau}}$     | $\text{m}^3/\text{m}^3$  |
|                                                                          | Densité des biomédias                                                   | d                    | $\text{kg/m}^3$          |
|                                                                          | Ratio $\text{DCO}_{\text{part}} / \text{MVS}$ dans le réacteur          | icv                  | $\text{gDCO/gMVS}$       |
|                                                                          | Ratio $\text{DBO}_5 / \text{DBO}_{\text{ultime}}$ dans le réacteur      | $f_{\text{DBO}}$     | -                        |
| 2 - Paramètres indirectement mesurables après application d'un protocole | Epaisseur de la couche liquide limite                                   | $L_L$                | M                        |
|                                                                          | Epaisseur maximale du biofilm                                           | $L_{f,\text{max}}$   | M                        |
|                                                                          | Coefficient de transfert de l'oxygène en eau claire                     | $k_L a$              | $\text{h}^{-1}$          |
|                                                                          | Coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue                 | $\alpha$             | -                        |
|                                                                          | Rendement hétérotrophe                                                  | $Y_H$                | $\text{gDCO/gDCO}$       |
|                                                                          | Rendement autotrophe                                                    | $Y_A$                | $\text{gDCO/gN}$         |
|                                                                          | Taux maximum de croissance hétérotrophe                                 | $\mu_{H,\text{max}}$ | $\text{j}^{-1}$          |
|                                                                          | Taux de mortalité hétérotrophe                                          | $b_H$                | $\text{j}^{-1}$          |
|                                                                          | Taux maximum de croissance autotrophe                                   | $\mu_{A,\text{max}}$ | $\text{j}^{-1}$          |
|                                                                          | Taux de mortalité autotrophe                                            | $b_A$                | $\text{j}^{-1}$          |
| 3 - Paramètres non mesurables (à caler)                                  | Contenu en azote de la biomasse active                                  | ibhn                 | $\text{gN/gDCO}$         |
|                                                                          | Contenu en azote de la matière provenant de la mortalité de la biomasse | iuhn                 | $\text{gN/gDCO}$         |
|                                                                          | Densité du biofilm mouillé                                              | $\tilde{n}$          | $\text{kg/m}^3$          |
|                                                                          | Contenu en matière sèche du biofilm                                     | MS                   | -                        |
|                                                                          | Facteur de réduction de la diffusion dans le biofilm                    | $r_{\text{diff}}$    | -                        |
|                                                                          | Coefficient d'attachement                                               | $r_{\text{att}}$     | $\text{m/j}$             |
|                                                                          | Coefficient de détachement                                              | $r_{\text{dét}}$     | $\text{kg/m}^2.\text{j}$ |
|                                                                          | Facteur de réduction du détachement en milieu anoxie                    | $\zeta$              | -                        |

|                                                                                              |                               |                        |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|------------------------|
| Coefficient d'échange interne entre les couches du biofilm                                   | $k_{\text{exch}}$             | m/j                    |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de la matière organique soluble non biodégradable        | $D_{W,\text{Si}}$             | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de la matière organique soluble facilement biodégradable | $D_{W,\text{Ss}}$             | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de l'oxygène                                             | $D_{W,\text{So}}$             | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de l'azote ammoniacal                                    | $D_{W,\text{Snh}}$            | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de l'azote organique soluble                             | $D_{W,\text{Snd}}$            | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de l'azote oxydé                                         | $D_{W,\text{Sno}}$            | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau du diazote                                               | $D_{W,\text{Snn}}$            | cm <sup>2</sup> /s     |
| Coefficient de diffusion dans l'eau de l'alcalinité                                          | $D_{W,\text{Salk}}$           | cm <sup>2</sup> /s     |
| Fraction inerte de la biomasse hétérotrophe                                                  | $f_{\text{uh}}$               | gDCO/gDCO              |
| Fraction inerte de la biomasse autotrophe                                                    | $f_{\text{ua}}$               | gDCO/gDCO              |
| Coefficient de demi-saturation de la matière organique soluble facilement biodégradable      | $K_{\text{SH}}$               | mgDCO/L                |
| Coefficient de demi-saturation de l'oxygène en milieu aérobie                                | $K_{\text{OH}}$               | mgO <sub>2</sub> /L    |
| Coefficient de demi-saturation de l'oxygène en milieu anoxie                                 | $K_{\text{AD}}$               | mgO <sub>2</sub> /L    |
| Facteur réduction de la croissance en milieu anoxie                                          | $\zeta_g$                     | -                      |
| Coefficient de demi-saturation de l'azote oxydé                                              | $K_{\text{NO}}$               | mgN/L                  |
| Coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal (comme nutriment)                       | $K_{\text{NH}}$               | mgN/L                  |
| Coefficient de demi-saturation de l'alcalinité                                               | $K_{\text{Alk}}$              | mgCaCO <sub>3</sub> /L |
| Coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal (comme substrat)                        | $K_{\text{NA}}$               | mgN/L                  |
| Coefficient de demi-saturation de l'oxygène                                                  | $K_{\text{OA}}$               | mgO <sub>2</sub> /L    |
| Coefficient de demi-saturation de l'alcalinité pour la croissance autotrophe                 | $K_{\text{Alka}}$             | mgCaCO <sub>3</sub> /L |
| Vitesse spécifique maximale de l'hydrolyse                                                   | $k_{\text{H}}$                | j <sup>-1</sup>        |
| Coefficient de demi-saturation de la matière organique particulaire lentement biodégradable  | $K_{\text{X}}$                | mgDCO/L                |
| Facteur de réduction de l'hydrolyse en milieu anoxie                                         | $\zeta_{\text{H}}$            | -                      |
| Vitesse d'ammonification                                                                     | $k_{\text{A}}$                | L/mgDCO.j              |
| Coefficient de température pour $\mu_{\text{H,max}}$                                         | $\theta_{\mu_{\text{H,max}}}$ | -                      |
| Coefficient de température pour $b_{\text{H}}$                                               | $\theta_{b_{\text{H}}}$       | -                      |
| Coefficient de température pour $\mu_{\text{A,max}}$                                         | $\theta_{\mu_{\text{A,max}}}$ | -                      |
| Coefficient de température pour $b_{\text{A}}$                                               | $\theta_{b_{\text{A}}}$       | -                      |
| Coefficient de température pour $k_{\text{H}}$                                               | $\theta_{k_{\text{H}}}$       | -                      |
| Coefficient de température pour $k_{\text{A}}$                                               | $\theta_{k_{\text{A}}}$       | -                      |

Une étude de sensibilité va permettre de hiérarchiser les paramètres et de définir quels paramètres influencent sensiblement telle ou telle variable.

#### IV.1.4. Étude de sensibilité

Une étude de sensibilité a été menée. Les simulations de référence (avec les paramètres actualisés) et après modification du paramètre ont été réalisées dans les conditions de la campagne : une température de l'eau à 12°C, un débit horaire variable (9 m<sup>3</sup>/j), et des charges surfaciques appliquées moyennes de 8,9 gDCO/m<sup>2</sup> interne.j et 0,55 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j sur les réacteurs C et N respectivement.

Pour la plupart des paramètres du modèle biocinétique, une modification de  $\pm 50\%$  de la valeur par défaut a été appliquée sauf pour l'épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ ), le coefficient de demi-saturation du substrat soluble facilement biodégradable ( $K_{SH}$ ), l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ), et les coefficients de diffusion

Pour l'épaisseur de la couche liquide limite, les valeurs de 50 et 300  $\mu\text{m}$  ont été testées pour être dans la gamme lue dans la bibliographie. Pour le coefficient de demi-saturation du substrat soluble facilement biodégradable ( $K_{SH}$ ), une variation de 400% a été étudiée pour connaître la nécessité d'augmenter sa valeur. En effet, la valeur dans le modèles Mantis (5 mgDCO/L) est très différente de celle de l'ASM1 (20 mgDCO/L).

Les Tableau 26 et 27 présentent le niveau de sensibilité des résultats de simulation à une variation d'un paramètre des réacteurs C et N respectivement.

Tableau 26 : Étude de sensibilité aux paramètres du réacteur C

|                                         |                                         |                      |                                          | Dans l'effluent de C |                                    |                        |    | Réacteur C       |                |                    |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|----------------------|------------------------------------------|----------------------|------------------------------------|------------------------|----|------------------|----------------|--------------------|
|                                         | Paramètres                              | Actualisé            | Modif.                                   | MeS                  | S <sub>nh</sub><br>S <sub>no</sub> | DCO <sub>filtrée</sub> | So | M <sub>bio</sub> | L <sub>f</sub> | NPR <sub>max</sub> |
| Paramètres de la cinétique              | $\mu_{H,max}$ (j <sup>-1</sup> )        | 3                    | 4<br>2                                   | -                    | -                                  | +                      | -  | -                | -              | -                  |
|                                         | $\mu_{A,max}$ (j <sup>-1</sup> )        | 0,45                 | 0,65<br>0,25                             | -                    | ++                                 | -                      | ++ | -                | -              | ++                 |
|                                         | b <sub>A</sub> (j <sup>-1</sup> )       | 0,13                 | 0,2<br>0,06                              | -                    | -                                  | -                      | -  | -                | -              | ++                 |
|                                         | K <sub>SH</sub> (mgDCO/L)               | 5                    | 20<br>10                                 | -                    | -                                  | +                      | -  | -                | -              | -                  |
| Paramètres physiques du biofilm         | f <sub>d</sub> (-)                      | 0,5                  | 0,75<br>0,25                             | -                    | +                                  | ++                     | +  | -                | -              | +                  |
|                                         | L <sub>f,max</sub> (μm)                 | 63                   | 100<br>150                               | -                    | +                                  | -                      | +  | ++               | ++             | -                  |
|                                         | L <sub>L</sub> (μm)                     | 200                  | 300<br>50                                | -                    | +                                  | +                      | +  | -                | -              | -                  |
|                                         | $\tilde{n}_w$ (kg/m <sup>3</sup> )      | 1020                 | 1200<br>800                              | +                    | -                                  | -                      | -  | ++               | -<br>++        | +                  |
|                                         | MS                                      | 0,1                  | 0,15<br>0,05                             | ++                   | +                                  | -                      | +  | ++               | -<br>++        | +                  |
| Paramètres pour le transfert de matière | k <sub>dét</sub> (kg/m <sup>2</sup> .j) | 0,01                 | 0,02<br>0,005                            | -                    | -                                  | -                      | -  | +                | +              | -                  |
|                                         | k <sub>att</sub> (m/j)                  | 0,5                  | 0,75<br>0,25                             | -                    | -                                  | -                      | -  | +                | +              | -                  |
|                                         | k <sub>exch</sub> (m/j)                 | 2.10 <sup>-5</sup>   | 3.10 <sup>-5</sup><br>1.10 <sup>-5</sup> | -                    | -                                  | -                      | -  | -                | -              | ++                 |
|                                         | D <sub>w,ss</sub> (cm <sup>2</sup> /s)  | 1.10 <sup>-5</sup>   | 5.10 <sup>-5</sup><br>5.10 <sup>-6</sup> | -                    | +                                  | ++                     | -  | -                | -              | +                  |
|                                         | D <sub>w,so</sub> (cm <sup>2</sup> /s)  | 2,5.10 <sup>-5</sup> | 1.10 <sup>-4</sup><br>5.10 <sup>-6</sup> | -                    | +                                  | -                      | +  | -                | -              | ++                 |
|                                         |                                         |                      |                                          | -                    | ++                                 | -                      | ++ | -                | -              | ++                 |

- : perturbation inférieure à 5%

+ : perturbation comprise entre 5 et 10%

++ : perturbation supérieure à 10%

Il apparaît que les variables du réacteur C (M<sub>biofilm</sub>, L<sub>f</sub>, et NPR<sub>max</sub>) sont influencées par les paramètres du réacteur C sans que les variables de l'effluent de sortie le soient. Par exemple k<sub>dét</sub> et k<sub>att</sub> n'influencent que M<sub>biofilm</sub> et L<sub>f</sub>. Ainsi, le calage des variables du réacteur C doit se faire prioritairement, avant le calage des variables de l'effluent de sortie.

En remarque, nous pouvons ajouter que l'augmentation de la densité du biofilm mouillé ( $\tilde{n}_w$ ) et du contenu en matière sèche (MS) ne diminue pas l'épaisseur du biofilm (L<sub>f</sub>) ce que suggère l'Équation 30. En revanche, une diminution de ces paramètres augmente fortement L<sub>f</sub>, de telle sorte que L<sub>f</sub> est supérieur à L<sub>f,max</sub>. En effet, si on observe la valeur de L<sub>f</sub> à t = 0, L<sub>f</sub>

est alors supérieur à  $L_{f,max}$  et le reste tout le temps de la simulation du fait de la croissance bactérienne. La modification de ces paramètres pendant le calage sera donc utilisée en dernier recours.

$S_{nh}$  /  $S_{no}$  et  $S_o$  dans l'effluent et  $NPR_{max}$  dans le réacteur sont moins sensibles à une augmentation du coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau ( $D_{w,S_o}$ ) par rapport à une diminution. En effet, l'oxygène dans les couches de biofilm n'étant pas limitant, l'augmentation de sa concentration par le biais de  $D_{w,S_o}$  n'augmente pas significativement l'activité nitrifiante, l'augmentation de l'activité hétérotrophe étant limitée par la concentration du substrat soluble facilement biodégradable.

La faible sensibilité de  $M_{biofilm}$  et  $L_f$  aux coefficients de détachement et d'attachement n'est en fait observable que lors de l'augmentation de  $k_{dét}$  et de la diminution de  $k_{att}$ , c'est-à-dire lors d'une augmentation du détachement des MeS du biofilm. Pour les variations en sens contraire,  $L_f$  ne dépasse pas  $L_{f,max}$ , et  $M_{biofilm}$  n'augmente donc pas.

Tableau 27 : Étude de sensibilité aux paramètres du réacteur N

|                                         |                                         |                      |                                          | Dans l'effluent de N |                                    |                        |    | Réacteur N       |                |                    |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|----------------------|------------------------------------------|----------------------|------------------------------------|------------------------|----|------------------|----------------|--------------------|
|                                         | Paramètres                              | Actualisé            | Modif.                                   | MeS                  | S <sub>nh</sub><br>S <sub>no</sub> | DCO <sub>filtrée</sub> | So | M <sub>bio</sub> | L <sub>f</sub> | NPR <sub>max</sub> |
| Paramètre de la cinétique               | $\mu_{A,max}$ (j <sup>-1</sup> )        | 0,45                 | 0,65<br>0,25                             | -                    | ++                                 | -                      | ++ | -                | -              | ++                 |
|                                         | $b_A$ (j <sup>-1</sup> )                | 0,13                 | 0,2<br>0,06                              | -                    | -                                  | -                      | -  | -                | -              | ++                 |
|                                         | K <sub>SH</sub> (mgDCO/L)               | 5                    | 20<br>10                                 | -                    | -                                  | +                      | -  | -                | -              | -                  |
| Paramètres physiques du biofilm         | $f_d$ (-)                               | 0,5                  | 0,75<br>0,25                             | -                    | +                                  | -                      | ++ | -                | -              | +                  |
|                                         | L <sub>f,max</sub> (μm)                 | 63                   | 100<br>150                               | -                    | +                                  | -                      | ++ | ++               | ++             | -                  |
|                                         | L <sub>L</sub> (μm)                     | 200                  | 300<br>50                                | -                    | -                                  | -                      | -  | -                | -              | -                  |
|                                         | $\tilde{n}_w$ (kg/m <sup>3</sup> )      | 1020                 | 1200<br>800                              | -                    | -                                  | -                      | -  | ++               | -<br>++        | -                  |
|                                         | MS                                      | 0,1                  | 0,15<br>0,05                             | +                    | -                                  | -                      | +  | ++               | -<br>++        | -                  |
| Paramètres pour le transfert de matière | k <sub>dét</sub> (kg/m <sup>2</sup> .j) | 0,01                 | 0,02<br>0,005                            | -                    | -                                  | -                      | -  | +                | +              | -                  |
|                                         | k <sub>att</sub> (m/j)                  | 0,5                  | 0,75<br>0,25                             | -                    | -                                  | -                      | -  | +                | +              | -                  |
|                                         | k <sub>exch</sub> (m/j)                 | 2.10 <sup>-5</sup>   | 3.10 <sup>-5</sup><br>1.10 <sup>-5</sup> | -                    | -                                  | -                      | -  | -                | -              | ++                 |
|                                         | D <sub>w,So</sub> (cm <sup>2</sup> /s)  | 2,5.10 <sup>-5</sup> | 1.10 <sup>-4</sup><br>5.10 <sup>-6</sup> | -                    | +                                  | -                      | +  | -                | -              | -<br>+             |

- : perturbation inférieure à 5%

+ : perturbation comprise entre 5 et 10%

++ : perturbation supérieure à 10%

Les mêmes remarques que précédemment peuvent être formulées pour d, MS, k<sub>dét</sub> / k<sub>att</sub> et D<sub>w,So</sub>.

#### IV.1.5. Détermination des conditions initiales

Les conditions initiales représentent l'état du pilote (X<sub>BH</sub>, X<sub>BA</sub>, S<sub>S</sub>, X<sub>S</sub>, S<sub>I</sub>, X<sub>I</sub>, S<sub>nh</sub>, ...) à l'instant t = 0 de la simulation. Les valeurs de ces variables à l'instant t = 0 conditionnant les résultats de la simulation, il est primordial de les déterminer. Or, pour la plupart de ces variables, leur mesure n'est pas possible. Elles sont obtenues par simulation des données précédant la simulation dynamique à mener, c'est l'étape d'initialisation. En pratique, on simule une vingtaine de jours avec les conditions opératoires de la période à simuler afin d'atteindre à état stabilisé. Ainsi, les concentrations de la biomasse hétérotrophe et autotrophe

sont approchées. La Figure 44 résume l'étape d'initialisation pour approcher l'état dans lequel est le pilote juste avant la période à simuler en régime dynamique.

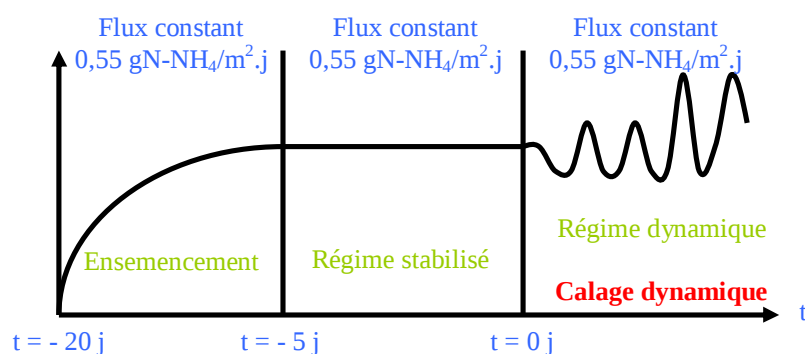
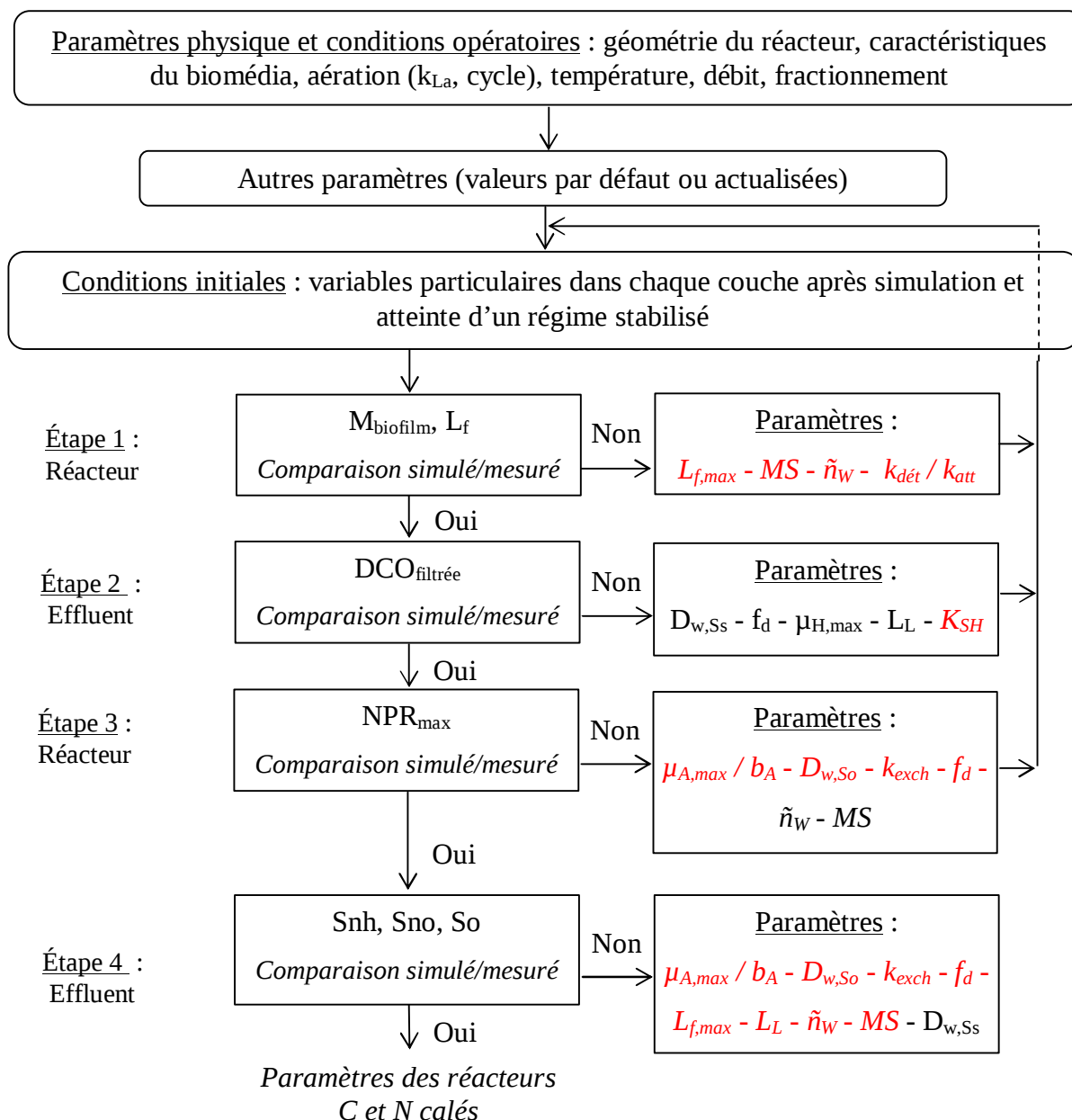


Figure 44 : Étape d'initialisation (adapté de Marquot, 2006)

#### IV.1.6. Protocole de calage et proposition d'un jeu de paramètre calé

Aucun protocole spécifique de calage d'un modèle MBBR / R3F n'existant, un protocole de calage a été élaboré sous forme de diagramme durant cette thèse (Figure 45). Celui-ci précise, pour chaque étape, les mesures expérimentales à réaliser et les paramètres à caler. Ce protocole est à appliquer successivement au réacteur C, et au réacteur N. Les paramètres en rouges sont les paramètres de calage communs aux deux réacteurs. Les noirs sont seulement les paramètres de calage du réacteur C.



**Figure 45 : Protocole proposé pour le calage du modèle**

L'esprit de ce protocole de calage est de d'abord approcher la quantité de biomasse hétérotrophe et autotrophe à travers les réalisations des étapes 1, 2, et 3, avant de simuler les formes azotées (Snh, et Sno), objectif de modélisation de ce travail de thèse. L'article de Boltz *et al.* (2012) recommande également pour le calage d'un procédé à biofilm de simuler la biomasse dans chaque couche, l'épaisseur du biofilm, la matière organique soluble biodégradable, et les formes azotées. Cependant, aucune hiérarchisation de ces étapes n'a été proposée.

Après saisie des conditions opératoires, des valeurs de tous les paramètres physiques et biologiques, et des conditions initiales des variables d'état, la première étape du calage consiste à simuler la quantité de biomasse. La masse du biofilm ( $M_{\text{biofilm}}$ ) et l'épaisseur du biofilm ( $L_f$ ) représentent indirectement la quantité de biomasse. Les valeurs de  $L_{f,\text{max}}$ ,  $MS$ ,  $\tilde{n}_W$ ,  $k_{\text{dét}}$ , et  $k_{\text{att}}$  (par ordre de sensibilité décroissant) sont alors modifiées.

La modification de ces paramètres changeant les conditions initiales, une initialisation est effectuée. Le jeu de paramètres est alors testé et affiné si besoin, tant que l'écart simulé / mesuré n'est pas satisfaisant. Des valeurs calées sont obtenues lorsque les valeurs simulées sont proches des valeurs mesurées avec les mêmes valeurs de paramètres pour l'initialisation et le régime dynamique.

La seconde étape consiste à simuler la  $DCO_{\text{filtrée}}$ . Par ce biais, la quantité de biomasse hétérotrophe est approchée. Les paramètres  $D_{w,SS}$ ,  $f_d$ ,  $\mu_{H,\text{max}}$ ,  $L_L$ ,  $K_{sh}$ , classés par ordre décroissant de sensibilité, permettent l'adéquation de la simulation avec les mesures. Comme précédemment, l'initialisation est faite, et le jeu de paramètres est testé puis affiné si besoin, tant que l'écart simulé / mesuré n'est pas satisfaisant. Des valeurs calées sont obtenues lorsque les valeurs simulées de  $M_{\text{biofilm}}$ ,  $L_f$ , et  $DCO_{\text{filtrée}}$  sont proches des valeurs mesurées avec les valeurs les mêmes valeurs de paramètres pour l'initialisation et le régime dynamique.

La troisième étape a pour ambition de simuler la vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{\text{max}}$ ). Par ce biais, la quantité de biomasse autotrophe est approchée. Les paramètres  $\mu_{A,\text{max}}$ ,  $b_A$ ,  $D_{w,So}$ ,  $k_{\text{exch}}$ ,  $f_d$ ,  $\tilde{n}_W$ , et  $MS$ , classés par ordre décroissant de sensibilité, permettent l'adéquation de la simulation avec les mesures. Un affinement du paramétrage est réalisé en via l'étape d'initialisation. Les paramètres retenus sont ceux pour lesquels la simulation est proche des valeurs mesurées avec le même paramétrage pour l'initialisation et le régime dynamique.

La quatrième et dernière étape consiste à simuler le  $Sn_h$ ,  $Sn_o$  et  $So$ . Ces variables solubles variant rapidement, leurs mesures doivent se faire fréquemment (sonde WTW avec un pas de temps d'1 minute). La modification des paramètres  $\mu_{A,\text{max}}$ ,  $b_A$ ,  $D_{w,So}$ ,  $k_{\text{exch}}$ ,  $f_d$ ,  $L_{f,\text{max}}$ ,  $L_L$ ,  $\tilde{n}_W$ , et  $MS$ , classés par ordre décroissant de sensibilité, permet l'adéquation de la simulation avec les mesures. L'initialisation est faite comme précédemment. Des valeurs calées sont obtenues lorsque les valeurs simulées de  $M_{\text{biofilm}}$ ,  $L_f$ ,  $DCO_{\text{filtrée}}$ ,  $Sn_h$ ,  $Sn_o$ ,  $So$ , et  $NPR_{\text{max}}$  sont proches

des valeurs mesurées avec les mêmes valeurs de paramètres pour l'initialisation et le régime dynamique.

Remarquons que le calage des variables composites MeS et  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  n'apparaît pas dans ce protocole. En effet, dans l'optique d'élaborer un modèle dynamique calé pour la nitrification, le calage de ces variables n'a pas le même degré de priorité que les variables précédentes. De plus, ces variables sont supposées indirectement simulées par le biais du calage de la biomasse hétérotrophe et autotrophe et par le calage des processus de détachement, et d'attachement.

Une fois le réacteur C calé, les concentrations simulées de l'effluent du réacteur C sont employées pour simuler les concentrations de l'influent du réacteur N. Le calage du réacteur N suit les mêmes étapes que celui du réacteur C. Comme nous cherchons un jeu unique de paramètres pour les 2 réacteurs, les modifications de paramétrage lors du calage du réacteur N entraînent la modification des valeurs des paramètres du réacteur C également. À noter que si de telles modifications ont lieu pour le réacteur C, l'étape d'initialisation doit être refaite.

### IV.1.7. Application du protocole de calage

Le Tableau 28 présente les valeurs des paramètres de GPS-X, et les valeurs des paramètres modifiées suite à la revue bibliographique (par défaut).

Les données de concentrations en entrée, et en sortie des réacteurs C et N, ont été collectées du 21 au 25 mars 2011 aux charges surfaciques de  $8,9 \text{ gDCO/m}^2 \text{ interne.j}$  sur le réacteur C, et de  $0,55 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  sur le réacteur N, à une température de  $12^\circ\text{C}$ .

Deux phases de débit ont été appliquées : un régime pseudo-permanent (courbe hydraulique de Fontaines/Saône) les jours 1 et 2, puis un régime dynamique (courbe hydraulique de Fontaines/Saône avec une pointe de 2,3 entre 7h et 12h) les jours 3 et 4.

Les paragraphes suivants présentent les étapes du calage et les valeurs des paramètres obtenues. Après une brève conclusion, une validation du paramétrage sur d'autres données est présentée.

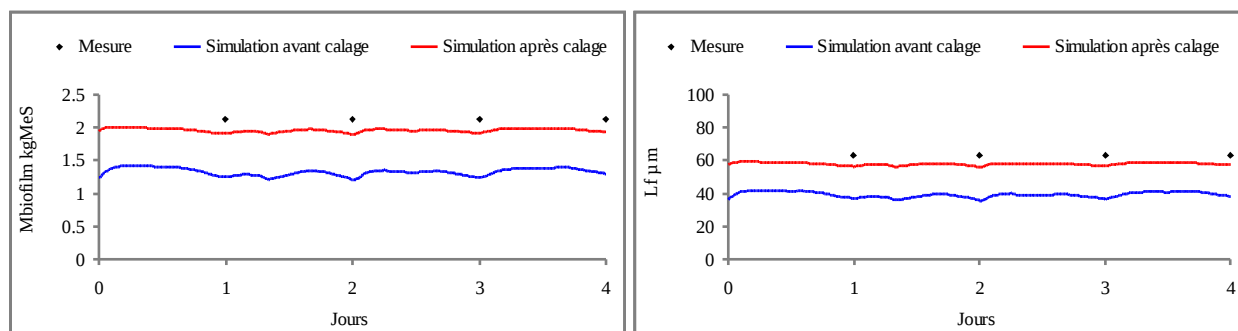
**Tableau 28 : Valeurs des paramètres de par défaut et actualisées**

| Paramètres                                        | Unité                          | Réacteur C<br>Défaut - Actualisé            | Réacteur N<br>Défaut - Actualisé            |
|---------------------------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------------|---------------------------------------------|
| Surface effective utile                           | m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> | 500 - 431                                   | 500 - 431                                   |
| Eau déplacé par les biomédias                     | m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> | 0,18 - 0,41                                 | 0,18 - 0,41                                 |
| Epaisseur de la couche liquide limite             | µm                             | 50 - 200                                    | 50 - 200                                    |
| Epaisseur maximale du biofilm                     | µm                             | 500 - 63                                    | 500 - 50                                    |
| Période d'intégration des composés solubles       | j                              | 0,05 - 0,025                                | 0,05 - 0,025                                |
| Longueur d'intégration des composés solubles      | j                              | 0,005 - 0,025                               | 0,005 - 0,025                               |
| Coefficient de transfert d'oxygène en eau claire  | h <sup>-1</sup>                | 4,2 - 18                                    | 4,2 - 18                                    |
| Facteur á                                         | -                              | 0,4 - 0,4                                   | 0,4 - 0,4                                   |
| Couche liquide limite (L <sub>L</sub> )           | µm                             | 50 - 200                                    | 50 - 200                                    |
| Taux de détachement                               | kg/m <sup>2</sup> .j           | 0,07 - 0,07                                 | 0,07 - 0,07                                 |
| Taux d'échange interne                            | m/j                            | 2×10 <sup>-5</sup> - 2×10 <sup>-5</sup>     | 2×10 <sup>-5</sup> - 2×10 <sup>-5</sup>     |
| Coefficient de diffusion de S <sub>s</sub>        | cm <sup>2</sup> /s             | 1×10 <sup>-5</sup> - 1×10 <sup>-5</sup>     | 1×10 <sup>-5</sup> - 1×10 <sup>-5</sup>     |
| Coefficient de diffusion de S <sub>o</sub>        | cm <sup>2</sup> /s             | 2,5×10 <sup>-5</sup> - 2,5×10 <sup>-5</sup> | 2,5×10 <sup>-5</sup> - 2,5×10 <sup>-5</sup> |
| Taux maximum de croissance X <sub>BH</sub> à 12°C | j <sup>-1</sup>                | 1,8 - 3                                     | 1,8 - 3                                     |
| Taux de mortalité de X <sub>BH</sub> à 12°C       | j <sup>-1</sup>                | 0,49 - 0,2                                  | 0,49 - 0,2                                  |
| Coefficient de demi-saturation de S <sub>s</sub>  | mgDCO/L                        | 5 - 5                                       | 5 - 5                                       |
| Taux maximum de croissance X <sub>BA</sub> à 12°C | j <sup>-1</sup>                | 0,52 - 0,55                                 | 0,52 - 0,55                                 |
| Taux de mortalité de X <sub>BA</sub> à 12°C       | j <sup>-1</sup>                | 0,14 - 0,13                                 | 0,14 - 0,13                                 |
| Vitesses maximum d'hydrolyse                      | j <sup>-1</sup>                | 1,72 - 1                                    | 1,72 - 1                                    |
| Coefficient de demi-saturation de X <sub>s</sub>  | gDCO/gDCO                      | 0,1 - 0,15                                  | 0,1 - 0,15                                  |
| Coefficient de réduction de l'hydrolyse en anoxie | -                              | 0,6 - 0,37                                  | 0,6 - 0,37                                  |
| Vitesse d'ammonification                          | m <sup>3</sup> /gDCO.j         | 0,08 - 0,04                                 | 0,08 - 0,04                                 |

**IV.1.7.1. Réacteur C***Etape 1 : M<sub>biofilm</sub> et L<sub>f</sub>*

Avec les paramètres par défaut du modèle (courbe bleue, Figure 46), la masse moyenne de biofilm sec (M<sub>biofilm</sub>) vaut 1,33 kg soit 41% inférieure à la masse mesurée. L'épaisseur moyenne du biofilm (L<sub>f</sub>) vaut 36 µm soit 41% inférieure à l'épaisseur mesurée. Ainsi, un calage des paramètres s'impose pour améliorer les prédictions du modèle.

Il est à préciser que les valeurs de M<sub>biofilm</sub> et L<sub>f</sub> mesurées ne représentent qu'une seule mesure (réalisée le jour 0 de la période de simulation) qui a été répétée les autres jours de la simulation dans un souci visuel pour la lecture des graphiques. Le pas de temps des valeurs simulées est de 5 minutes.



**Figure 46 :  $M_{\text{biofilm}}$  et  $L_f$  mesurées et simulées dans le réacteur C avant et après calage**

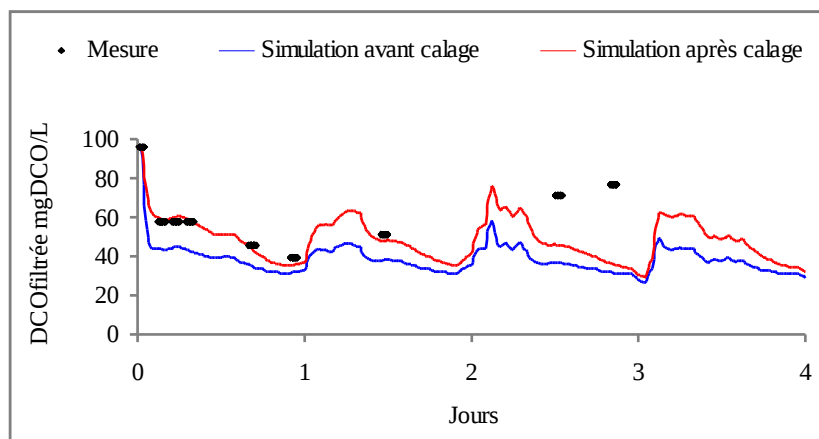
En suivant le protocole de calage, les paramètres à modifier sont par ordre décroissant d'influence  $L_{f,\text{max}}$ ,  $MS$ ,  $\tilde{n}_w$ ,  $k_{\text{dét}}$ , et  $k_{\text{att}}$ . Le paramètre  $L_{f,\text{max}}$  ayant fait l'objet d'une mesure (IV.1.2), celui-ci n'a pas été modifié. Les paramètres  $MS$  et  $\tilde{n}_w$  n'ont pas été modifiés également, en raison de leur trop grande influence sur  $M_{\text{biofilm}}$ , et  $L_f$  (IV.1.4). De plus, dans la plupart des travaux de modélisation de procédé à biofilm (Mannina *et al.*, 2007; Plattes *et al.*, 2006), ces paramètres ne sont pas modifiés et prennent la valeur par défaut du modèle. Ici, seul le coefficient de détachement  $k_{\text{dét}}$  a été diminué de 0,07 à 0,01  $\text{kg/m}^2\cdot\text{j}$  afin de diminuer la vitesse de détachement du biofilm et ainsi augmenter sa masse et son épaisseur.

Malgré une diminution par rapport à la valeur par défaut, la valeur de  $k_{\text{dét}}$  est 10 fois supérieure à celle retenue par Vigne *et al.* (2007) pour la modélisation d'un biofiltre. Cela est justifié par des vitesses en eau supérieures, et des biomédias mobiles qui s'entrechoquent, induisant un détachement plus important. Hormis les travaux de Vigne *et al.* (2007), peu de valeurs en  $\text{kg/m}^2\cdot\text{j}$  de ce paramètre existent du fait de la multitude des modélisations différentes pour décrire ce phénomène.

Après une étape d'initialisation avec le nouveau jeu de paramètres (Figure 46, courbe rouge), la masse moyenne de biofilm sec ( $M_{\text{biofilm}}$ ) est de 1,96 kg soit 10% inférieure à la masse mesurée. L'épaisseur moyenne du biofilm ( $L_f$ ) est de 58  $\mu\text{m}$  soit 10% inférieure à l'épaisseur mesurée. L'erreur induite par les mesures des 2 variables étant de l'ordre de grandeur de l'erreur relative de la simulation, il est considéré que la simulation est correcte et que l'on peut passer à l'étape suivante.

DCO<sub>filtrée</sub>

Avant calage (Figure 47, courbe bleue), la DCO<sub>filtrée</sub> moyenne est inférieure de 17,6 mgDCO/L par rapport aux valeurs mesurées, soit une erreur relative simulée de 28%. Pendant les à-coups de charge hydraulique (jours 2 et 3 de la simulation), l'erreur absolue moyenne est même de 38 mgDCO/L. Ainsi un calage s'impose. Il est rappelé que les valeurs mesurées représentent des concentrations moyennes 1 heure.



**Figure 47 : DCO<sub>filtrée</sub> mesurée et simulée dans le réacteur C avant et après calage**

En suivant le protocole de calage, les paramètres à modifier sont par ordre décroissant d'influence  $D_{w,Ss}$ ,  $f_d$ ,  $\mu_{H,max}$ ,  $L_L$ , et  $K_{SH}$ . Une diminution de  $D_{w,Ss}$  induit une diffusion moins importante de  $S_s$  dans le biofilm, diminue donc l'activité hétérotrophe et augmente in fine la concentration de DCO<sub>filtrée</sub> dans le volume liquide. Ainsi, le coefficient de diffusion du substrat facilement biodégradable ( $D_{w,Ss}$ ) a été diminué de  $1.10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$  à  $1.10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$ . Boltz *et al.* (2011) prennent la valeur  $1,2.10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$  pour  $D_{w,Ss}$  dans leur modèle MBBR. Toutefois, comme la pénétration d'un substrat au sein d'un biofilm est le résultat de la valeur du coefficient de diffusion de ce substrat dans l'eau, du facteur de correction de la diffusion au sein du biofilm ( $f_d$ ), et de la densité du biofilm ( $\tilde{n}_w$ ), on ne peut conclure que la valeur de  $D_{w,Ss}$  retenue dans cette étude est aberrante.

Pour anticiper sur les étapes 3 et 4 (So et  $NPR_{max}$  notamment), et malgré l'augmentation de la diffusion des substrats au sein du biofilm attendu par cette modification, l'épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ ) a été abaissée de 200 à 30  $\mu\text{m}$ . La DCO<sub>filtrée</sub> est alors légèrement inférieures aux valeurs mesurées. Dans la littérature, Christiansen *et al.* (1995) ont calculé pour un biofiltre des épaisseurs de  $L_L$  dans une gamme de 65 - 175  $\mu\text{m}$  pour des vitesses en

eau comprises entre 1,3 et 11 m/h. Vigne *et al.* (2007) ont retenu une épaisseur de 120  $\mu\text{m}$  pour des vitesses en eau voisines de 3 m/h. Enfin, une valeur de 54  $\mu\text{m}$  est retenue dans le modèle IFAS / MBBR de Boltz *et al.* (2009). Pour le pilote R3F, les vitesses en eau sont supérieures (10 m/h), et il est donc normal d'avoir une épaisseur de la couche liquide limite inférieure.

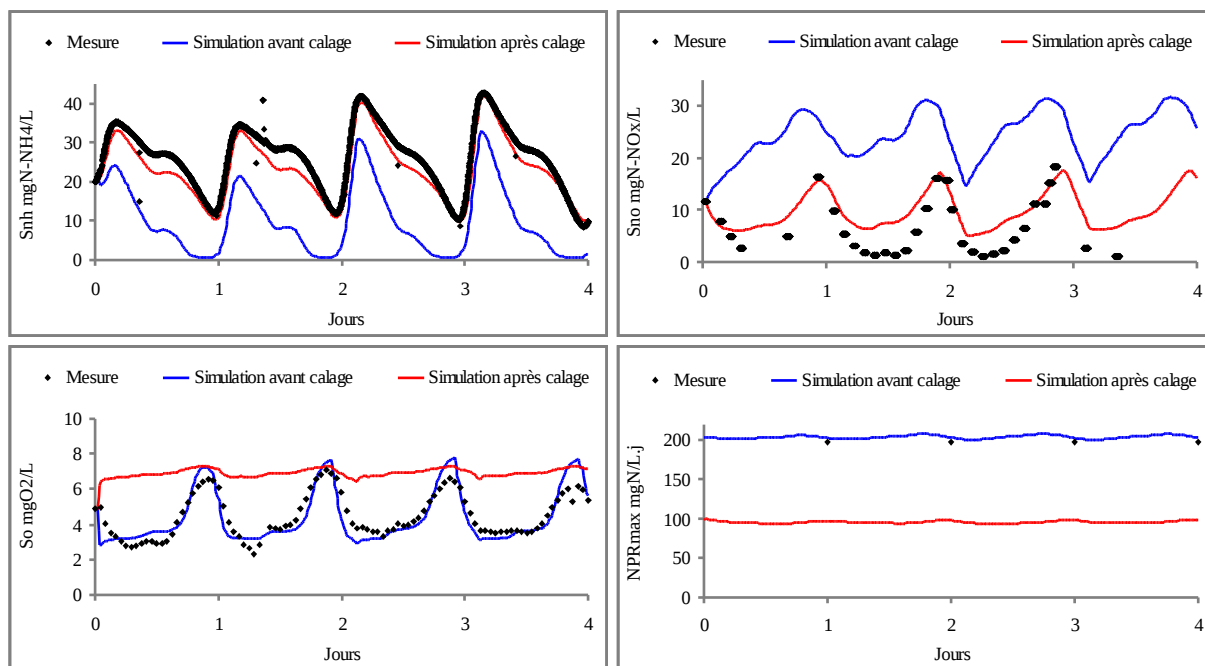
Enfin, pour augmenter les variations journalières simulées de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ , il a été décidé d'augmenter le coefficient de demi-saturation du substrat soluble facilement biodégradable ( $K_{\text{SH}}$ ) de 5 à 20 mgDCO/L. Ce paramètre agit comme une fonction interrupteur : en-deçà de 20 mgDCO/L, l'activité hétérotrophe est partiellement inhibée, au-delà de 20 mgDCO/L, l'activité hétérotrophe est importante. Henze *et al.* (2000a) retiennent la même valeur pour le modèle ASM1.

Pendant le jour 3, la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  simulée est très inférieure aux mesures (20 à 30 mgDCO/L de différence). La concentration de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  diminuant également dans l'eau résiduaire urbaine, la diminution est logique. La seule hypothèse possible est que la courbe de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  dans l'eau résiduaire urbaine déduite des valeurs mesurées a été mal construite. Sur les 10 mesures de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ , plus de 70% sont correctement simulées.

Après une étape d'initialisation avec le nouveau jeu de paramètres (Figure 47, courbe rouge), la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  est inférieure de 9,0 mgDCO/L en moyenne, soit une erreur relative de 13%. L'incertitude de mesure de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  étant comprise entre 11 et 18% pour les valeurs de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  inférieures à 80 mgDCO/L, on peut considérer que la simulation est correcte et qu'on peut passer aux 2 dernières étapes du calage du réacteur C.

#### $S_{\text{nh}}$ , $S_{\text{no}}$ , $S_{\text{o}}$ et $\text{NPR}_{\text{max}}$

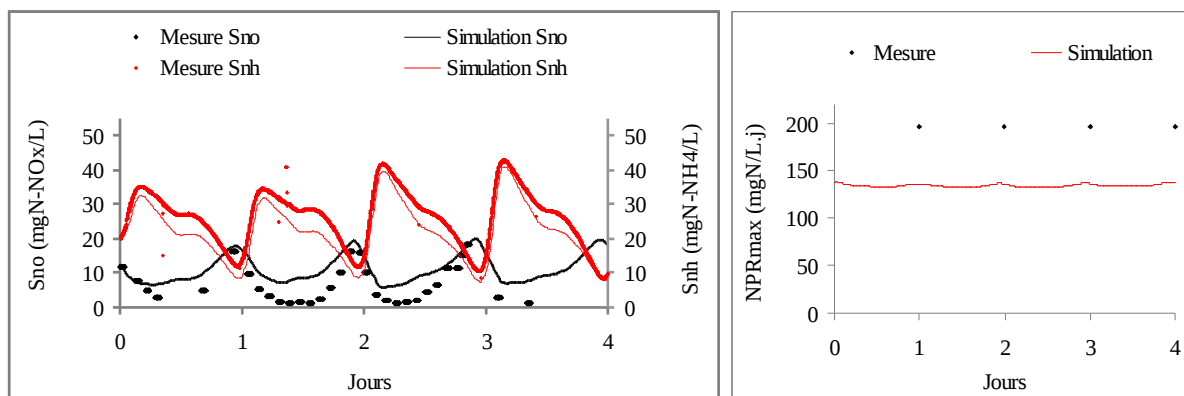
Avant calage (Figure 48, courbe bleue), l'azote ammoniacal simulé ( $S_{\text{nh}}$ ) est inférieur de 16,1 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L aux valeurs mesurées, soit une erreur relative de 68%. L'azote nitrique et nitreux ( $S_{\text{no}}$ ) est supérieur de 17 mgN-NOx/L, soit une erreur relative de 591%. L'oxygène ( $S_{\text{o}}$ ) et la vitesse maximale de nitrification ( $\text{NPR}_{\text{max}}$ ) sont correctement simulés. Ainsi, un calage s'impose afin de mieux simuler les formes azotées en sortie du réacteur C.



**Figure 48 : Snh, Sno, So, et NPR<sub>max</sub> mesurés et simulés dans le réacteur C avant et après calage**

En suivant le protocole, les paramètres à ajuster sont  $\mu_{A,max}$ ,  $b_A$ ,  $D_{W,So}$ ,  $D_{W,Ss}$ ,  $k_{exch}$ ,  $f_d$ ,  $L_{f,max}$ ,  $L_L$ ,  $\tilde{n}_W$ , et  $MS$ . Pour les mêmes raisons que précédemment,  $f_d$ ,  $L_{f,max}$ ,  $\tilde{n}_W$  et  $MS$  n'ont pas été ajustés. Les paramètres  $L_L$  et  $D_{W,So}$  n'ont également pas été ajustés en raison de leur calage à l'étape précédente. La modification des paramètres cinétiques  $\mu_{A,max}$  et  $b_A$  n'ayant pas donné satisfaction, il a été décidé de diminuer  $D_{W,So}$  de  $2,5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$  à  $4 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$  afin de diminuer la diffusion de l'oxygène dans le biofilm. Ceci a eu pour effet de diminuer la nitrification, en diminuant directement l'oxygène dans les couches du biofilm, et donc d'augmenter la concentration de Snh et de diminuer la concentration de Sno dans l'effluent. Dans l'étude de modélisation de Boltz *et al.* (2011), la valeur de  $2,4 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$  est prise. Pour les mêmes raisons évoquées pour  $D_{W,Ss}$ , on ne peut pas conclure que la valeur du coefficient de diffusion de l'oxygène dans l'eau est aberrante. Pour éviter une diminution de la biomasse autotrophe, le taux de mortalité autotrophe  $b_A$  a été diminué de  $0,13 \text{ j}^{-1}$  à  $0,1 \text{ j}^{-1}$ .

Les résultats de simulation des formes azotées dérivent des mesures expérimentales seulement au moment des à-coups de charge, et seulement pour le réacteur C. L'exemple de la simulation de Snh est illustré à la Figure 49.



**Figure 49 : Concentrations des formes azotées mesurées et simulées (gauche) et de la  $NPR_{max}$  (droite) dans le réacteur C après calage**

En effet, malgré une concentration en biomasse autotrophe simulée inférieure à la mesure (via  $NPR_{max}$ ), la vitesse de nitrification pendant les à-coups de charge hydrauliques (pente de la courbe rouge dans les rectangles transparents, Figure 49), est trop importante. Ceci est imputé à une mauvaise simulation de la diffusion de l'azote ammoniacal et / ou de l'oxygène dans le biofilm. Le calage des coefficients de diffusion de l'azote ammoniacal et / ou de l'oxygène n'ayant pas permis de meilleures simulations, la raison évoquée serait une mauvaise modélisation de la diffusion.

Après une étape d'initialisation avec le nouveau jeu de paramètres (courbe rouge, Figure 48), la concentration moyenne de Snh est inférieure de  $2,8 \text{ mgN-NH}_4^+/\text{L}$ , soit une erreur relative de 11%. Pour une gamme de concentration comprise entre 10 et  $30 \text{ mgN-NH}_4^+/\text{L}$ , l'incertitude de mesure varie de 5 à 9%, soit  $0,5$  à  $2,5 \text{ mgN-NH}_4^+/\text{L}$ . Ainsi, l'erreur relative courante sur la simulation de Snh peut être imputée à l'incertitude de mesure. La concentration moyenne de Sno est supérieure de  $3,3 \text{ mgN-NO}_x/\text{L}$ , soit une erreur relative de 139%. L'erreur sur Sno peut être considérée comme importante, mais elle surtout due à la dérivation de la simulation au moment des pics de charge arrivant à 7h le matin, lors des concentrations basses en Sno. En dehors de ces pics de charge, la simulation de Sno est bonne. Malgré la mauvaise simulation de So et de  $NPR_{max}$  avec le nouveau jeu de paramètres, il a été décidé de retenir ce calage pour le réacteur C. En effet, les autres modifications effectuées pendant le calage n'ont pas permis d'améliorer les prédictions du modèle sur ces variables (So et  $NPR_{max}$ ) sans diminuer celles sur les formes azotées.

Les valeurs des variables simulées dans l'effluent du réacteur C avec le nouveau jeu de paramètres sont utilisées en tant que variables de l'influent du réacteur N. Le calage du

réacteur N débute avec le jeu de paramètres calé pour le réacteur C (comme présenté dans le Tableau 29).

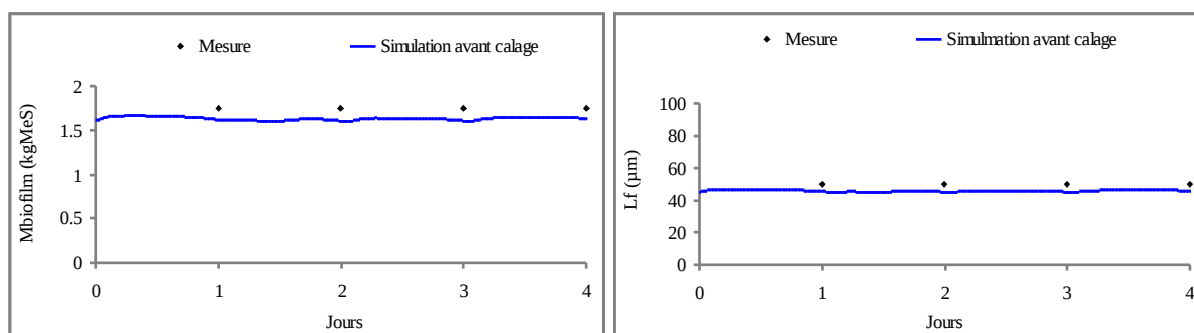
**Tableau 29 : Valeurs des paramètres du réacteur C après application du protocole de calage et jeu de paramètres par défaut en vue du calage du réacteur N**

| Paramètres                                  | Unité                    | Réacteur C<br>Avant - Après calage | Réacteur N<br>Avant calage |
|---------------------------------------------|--------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| Épaisseur de la couche liquide limite       | $\mu\text{m}$            | 200 - 30                           | 30                         |
| Taux de détachement                         | $\text{kg/m}^2.\text{j}$ | 0,07 - 0,01                        | 0,01                       |
| Coefficient de diffusion de Ss              | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $1.10^{-5}$ - $1.10^{-6}$          | $1.10^{-6}$                |
| Coefficient de diffusion de So              | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $2,5.10^{-5}$ - $4.10^{-6}$        | $4.10^{-6}$                |
| Coefficient de demi-saturation de Ss        | $\text{mgDCO/L}$         | 5 - 20                             | 20                         |
| Taux de mortalité de $X_{\text{BA}}$ à 12°C | $\text{j}^{-1}$          | 0,13 - 0,1                         | 0,1                        |

#### IV.1.7.2. Réacteur N

##### $M_{\text{biofilm}}$ et $L_f$

Avec les paramètres par défaut (courbe bleue), la masse de biofilm sec ( $M_{\text{biofilm}}$ ) et l'épaisseur du biofilm sont de 1,6 kg et 46  $\mu\text{m}$  respectivement. Cela induit une erreur relative de 8% et 9% respectivement (Figure 50). Pour les mêmes raisons qu'à l'étape 1 du calage du réacteur C, il a été décidé que la simulation des 2 variables est correcte et qu'on peut passer à l'étape suivante.



**Figure 50 :  $M_{\text{biofilm}}$  et  $L_f$  mesurées et simulées dans le réacteur N avant et après calage**

##### $S_{\text{nh}}$ , $S_{\text{no}}$ , $S_{\text{o}}$ et $\text{NPR}_{\text{max}}$

Avant l'application du protocole de calage (Figure 51, courbe bleue), l'azote ammoniacal est en moyenne supérieur de 9,7  $\text{mgN-NH}_4^+/\text{L}$ , soit une erreur relative de 1474%. Le  $S_{\text{no}}$  est en moyenne inférieur de 7,2  $\text{mgN-NO}_x/\text{L}$ , soit une erreur relative de 25%. L'oxygène  $S_{\text{o}}$  est en moyenne inférieur de 2,6  $\text{mgO}_2/\text{L}$ , soit une erreur relative de 28%. Enfin, la  $\text{NPR}_{\text{max}}$  est en

moyenne inférieure de 220 mgN/L.j, soit une erreur relative de 63%. Un calage est donc à réaliser pour améliorer l'activité nitrifiante dans le réacteur N.

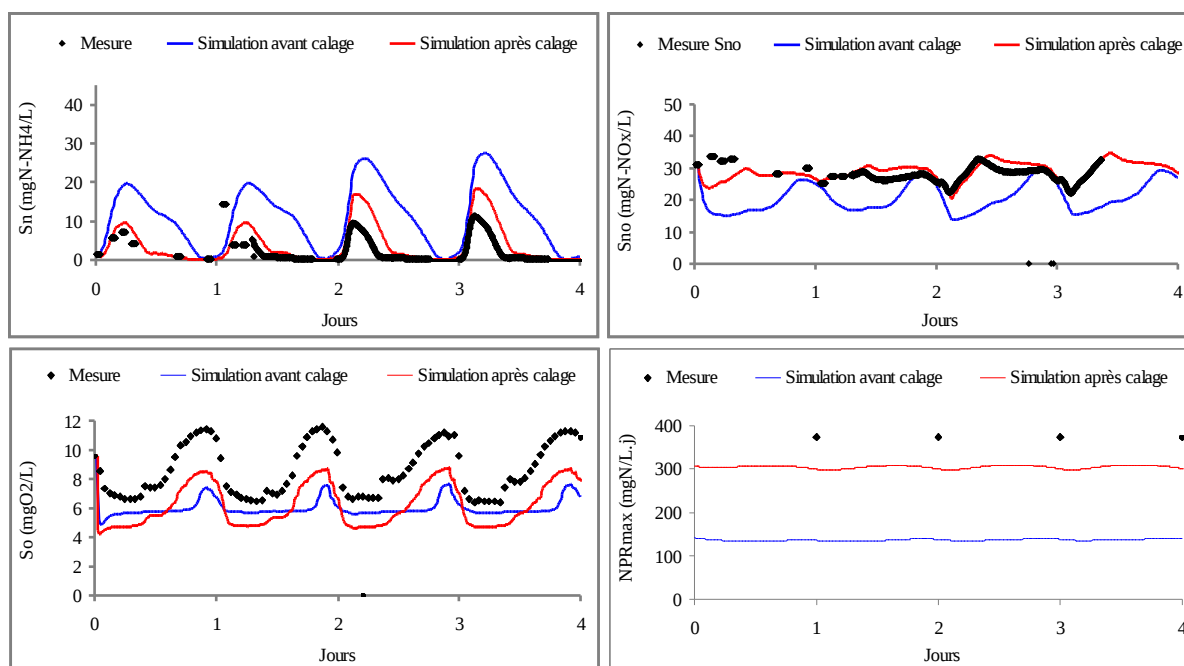
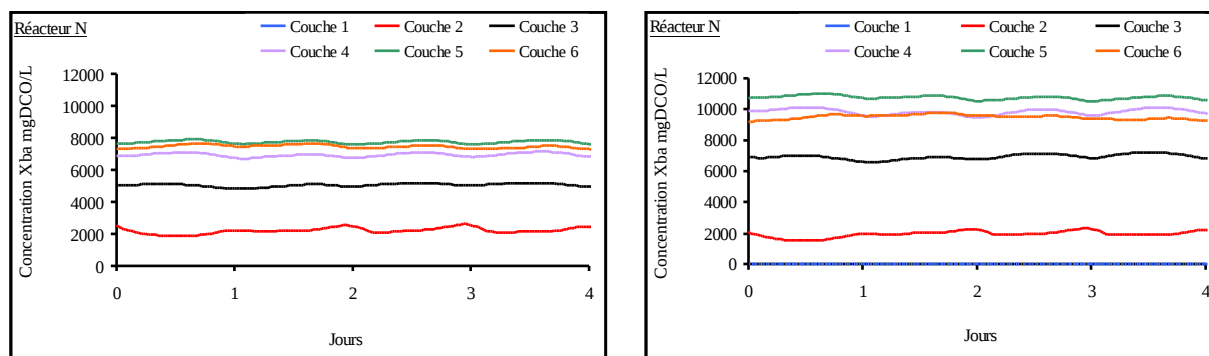


Figure 51 :  $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $S_o$  et  $NPR_{max}$  mesurés et simulés dans le réacteur N avant et après calage

La vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ ) et les concentrations simulées des formes de l'azote suggèrent que la concentration de la biomasse autotrophe est sous-estimée. En effet, le flux entrant d'azote ammoniacal dépasse la capacité de nitrification simulée induisant un pic d'azote ammoniacal ( $S_{nh}$ ) de 19,7 mgN-NH<sub>4</sub>/L contre un pic mesuré de 7,3 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L. Il est supposé qu'une augmentation du transfert d'oxygène en boue et de la diffusion de l'oxygène au sein du biofilm permettrait le développement de la biomasse autotrophe. Les formes azotées évolueraient alors dans le bon sens, ainsi que  $NPR_{max}$ . Le coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue ( $\alpha$ ) a donc été augmenté de 0,4 à 0,6 et le coefficient de diffusion de l'oxygène de  $4 \cdot 10^{-6}$  cm<sup>2</sup>/s à  $1 \cdot 10^{-5}$  cm<sup>2</sup>/s. Le coefficient d'échange interne ( $k_{exch}$ ) a également été diminué de  $2 \cdot 10^{-5}$  m/j à  $1 \cdot 10^{-5}$  m/j. Ces modifications de paramètres ont eu pour effet d'augmenter la vitesse de nitrification et de redistribuer la biomasse autotrophe dans les couches profondes du biofilm (Figure 52).



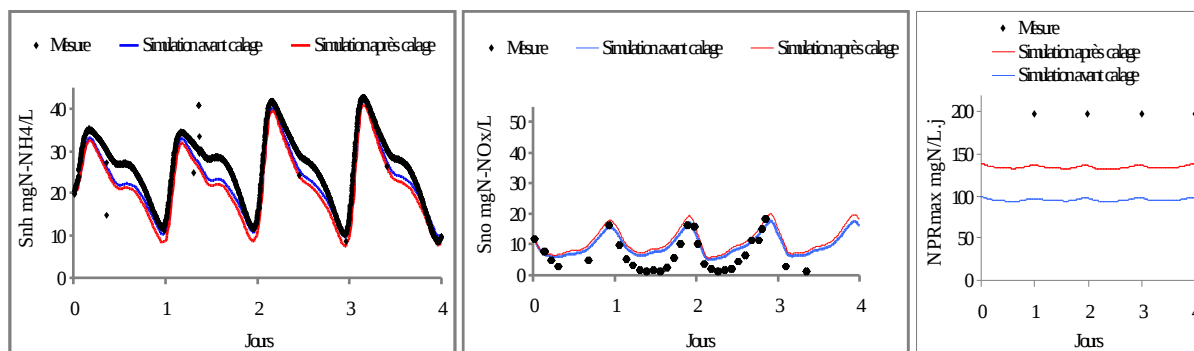
**Figure 52 : Concentrations en biomasse autotrophe simulées dans les couches du biofilm du réacteur N avant (gauche) et après modification de  $k_{exch}$  (droite)**

La seule modification de  $k_{exch}$  a eu pour effet d'augmenter la concentration en bactérie autotrophe de 33% dans le biofilm, principalement dans les couches profondes du biofilm (3, 4, et 5). Une hypothèse serait qu'en redistribuant la biomasse autotrophe dans les couches profondes du biofilm, celle-ci serait moins détachée, d'où l'augmentation globale de la concentration en biomasse autotrophe dans le biofilm. Cette hypothèse n'a pu être vérifiée. Dans la littérature, peu de valeurs de ce dernier paramètre ( $k_{exch}$ ) existent, d'autant plus que le mécanisme de transfert des composés particuliers d'une couche à une autre n'est pas modélisé dans certains modèles (Lin, 2008; Mannina *et al.*, 2007; Plattes *et al.*, 2008; Sen and Randall, 2008a; Takács *et al.*, 2007).

Après calage, les erreurs absolues sont de 2,4 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L pour le Snh, soit une erreur relative de 196%, de 2,0 mgN-NOx/L pour le Sno, soit une erreur relative de 7%, de 2,4 mgO<sub>2</sub>/L pour le So, soit une erreur relative de 28%, et de 60 mgN/L.j pour la NPR<sub>max</sub>, soit une erreur relative de 20%. Pendant les pics de charge, l'erreur absolue devient importante pour Snh (jusqu'à 9 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L), dégradant de façon importante l'erreur absolue moyennée sur les 4 jours de simulation. En dehors des pics de charge, la simulation est bonne. L'erreur absolue sur Sno est proche de l'incertitude de mesure pour la gamme de concentration mesurée [20 - 30 mgN-NOx/L]. En moyenne sur 4 jours, la simulation de So n'a pas été améliorée par les modifications des paramètres, cependant les variations journalières des amplitudes sont plus proches de celles mesurées après calage.

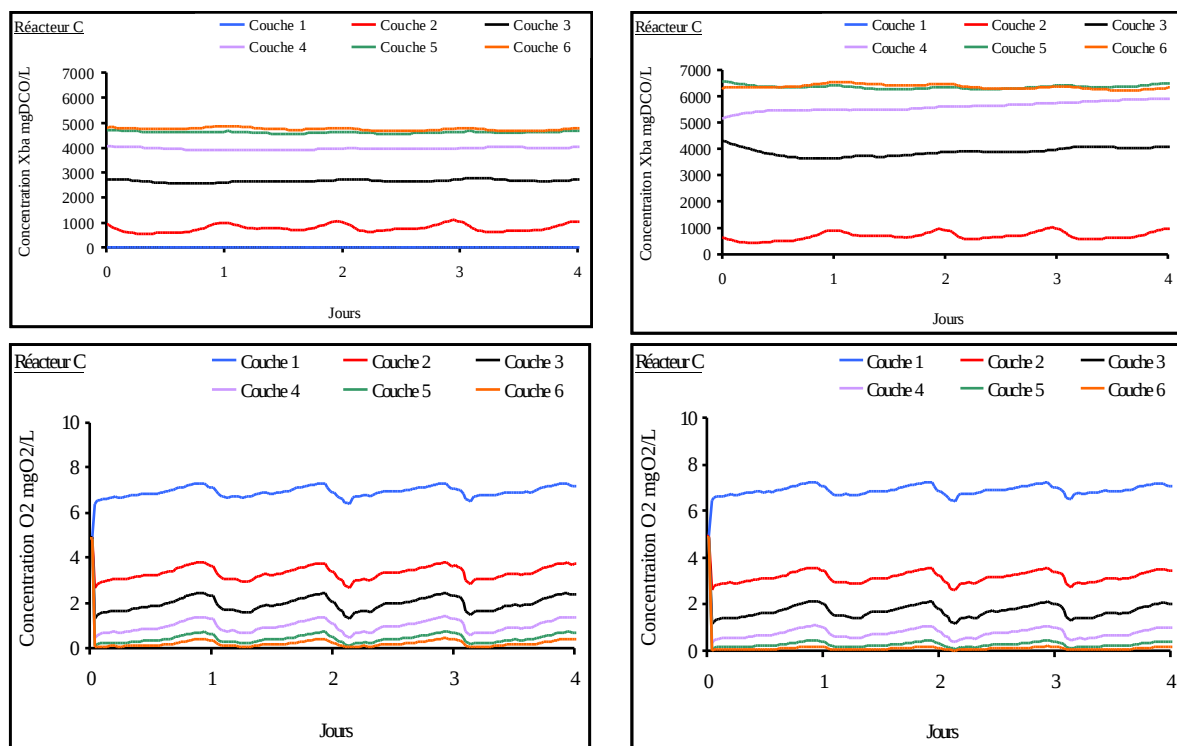
Afin d'augmenter la cohérence du paramétrage entre les 2 réacteurs, la valeur de  $k_{exch}$  dans le réacteur C a été ajustée à la même valeur que celle dans le réacteur N. Cette modification a entraîné une légère diminution de l'adéquation entre les concentrations des formes azotées

simulées et mesurées dans le réacteur C. La simulation de la vitesse maximale de nitrification est améliorée ( $\text{NPR}_{\max}$ ) (Figure 53).



**Figure 53 : Effet de la modification de  $k_{\text{exch}}$  sur  $\text{Snh}$ ,  $\text{Sno}$ , et  $\text{NPR}_{\max}$  dans le réacteur C**

L'erreur relative de la simulation de  $\text{NPR}_{\max}$  diminue de 50% à 30% en raison de l'augmentation de la concentration en bactérie autotrophe dans le biofilm (17000 à 24000 mgDCO/L, soit une augmentation de 38%). Cependant, cela ne se traduit pas par une augmentation de la nitrification au sein du réacteur C. Il est fait l'hypothèse que cette augmentation de la concentration en biomasse autotrophe a surtout concerné les couches profondes du biofilm (Figure 54, colonne de gauche : avant modification de  $k_{\text{exch}}$ , colonne de droite : après modification de  $k_{\text{exch}}$ ). Or, à partir de la couche 3, l'oxygène est inférieur à 2 mgO<sub>2</sub>/L et devient donc limitant pour le traitement de l'azote ammoniacal.



**Figure 54 : Effet de la modification de  $k_{exch}$  du réacteur C sur les concentrations en biomasse autotrophe (haut) et en oxygène (bas) dans le biofilm**

L'erreur relative de  $S_{nh}$  augmente de 11% avant modification à 17% après modification. L'erreur relative de  $S_{no}$  augmente de 139% à 167%. Enfin, l'erreur relative de la  $NPR_{max}$  diminue de 50% à 31%.



## IV.2. VALIDATION DU MODÈLE MBBR / R3F DE GPS-X

Le jeu de paramètres calés, obtenu à partir d'une 1<sup>ère</sup> série de données (campagne du 21 au 25 mars 2011) a été testé sur une 2<sup>nde</sup> série de données collectée au cours de la période du 14 janvier au 15 février 2010. Cette période correspond à une période où les biomédias employés et les charges appliquées sont différents. Ainsi, pendant cette période, le BMX2 et le BMJ40 remplissent à 60% et 35% les réacteurs C et N respectivement. Des échantillons moyens journaliers ont été constitués proportionnellement au débit pour le suivi de cette période. Les charges appliquées sont rassemblées dans le Tableau 30.

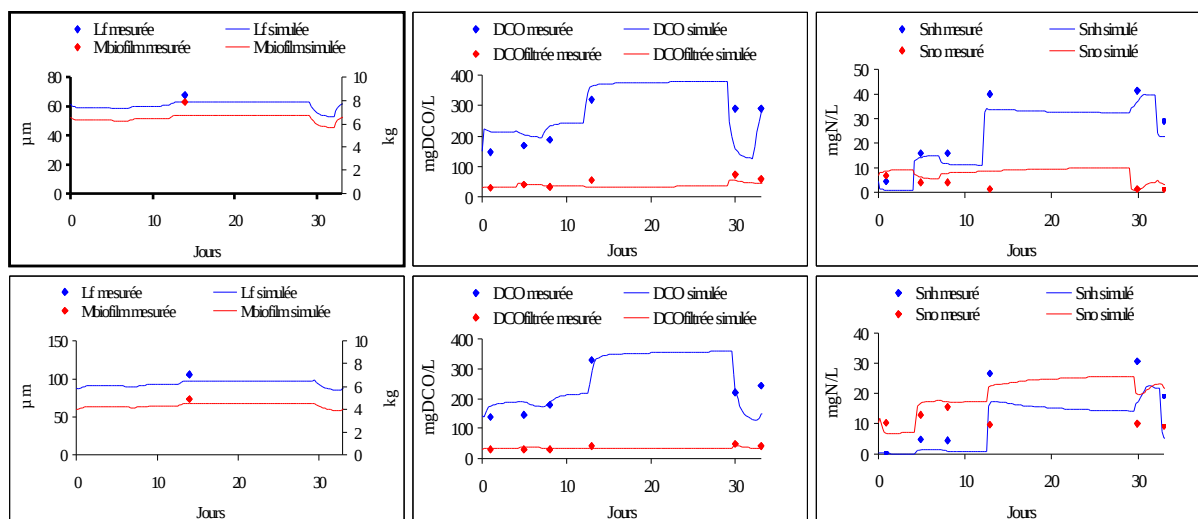
**Tableau 30 : Charges et concentrations en entrée du réacteur N pendant la 2<sup>nde</sup> campagne**

|                                       | 14-01-10 | 18-01-10 | 21-01-10 | 26-01-10 | 12-02-10 | 15-02-10 |
|---------------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Jours                                 | 1        | 5        | 8        | 13       | 30       | 33       |
| Réacteur C                            |          |          |          |          |          |          |
| gDCO/m <sup>2</sup> .j                | 2,62     | 2,64     | 3,01     | 4,30     | 4,39     | 3,95     |
| mgDCO/L                               | 248      | 250      | 285      | 407      | 415      | 374      |
| Réacteur N                            |          |          |          |          |          |          |
| gN-NH <sub>4</sub> /m <sup>2</sup> .j | 0,08     | 0,27     | 0,27     | 0,68     | 0,7      | 0,5      |
| mgN-NH <sub>4</sub> /L                | 4,4      | 16,1     | 15,8     | 40,1     | 41,3     | 29,1     |

Pendant la période, le débit appliqué est constant et égal à 13,5 m<sup>3</sup>/j, et la température vaut 10°C.

### IV.2.1. Résultats de simulation avec le jeu de paramètres tiré de la 1<sup>ère</sup> série de données

Les résultats de simulation avec le jeu de paramètres calés (i.e. proposé au IV.2) sont présentés à la Figure 55, avec en haut les résultats de simulation pour le réacteur C, et en bas les résultats de simulation pour le réacteur N.



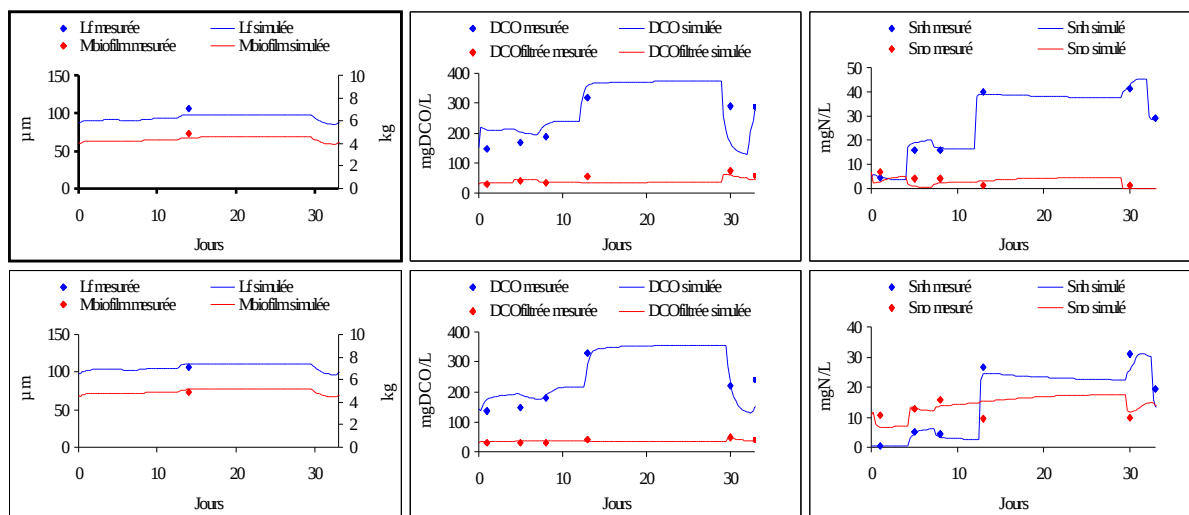
**Figure 55 : Variables mesurées et simulées ( $L_f$ ,  $M_{biofilm}$ ,  $DCO$ ,  $DCO_{filtrée}$ ,  $Snh$ ,  $Sno$ ) dans le réacteur C (haut) et N (bas) avec les paramètres calés de la campagne 1**

Les variables simulées suivent des évolutions similaires à celles des valeurs mesurées. Cependant, la masse de biofilm ( $M_{biofilm}$ ) et l'épaisseur du biofilm ( $L_f$ ) dans les réacteurs C et N sont inférieures aux mesures. Il en va de même de l'azote ammoniacal ( $Snh$ ), et de l'azote nitrique et nitreux ( $Sno$ ) dans les 2 réacteurs. Ainsi, l'activité nitrifiante est supérieure dans les réacteurs par rapport à la réalité. La  $DCO$  est assez bien simulée avec les paramètres calés. Seuls les résultats de simulation du début ( $t < 5$  jours), imputés à des valeurs aberrantes des conditions initiales, sont bien supérieurs (de 20 à 70  $mgDCO/L$ ) aux valeurs mesurées.

La mesure de  $L_{f,max}$  induisant une certaine erreur ( $\pm 10\%$ ), une augmentation de quelques micromètres de cette valeur pour les réacteurs C et N permettrait d'améliorer la simulation de  $L_f$  et  $M_{biofilm}$ . Concernant l'amélioration de la prévision des concentrations des formes azotées, plusieurs pistes sont possibles. La température moyenne de l'effluent étant 2 degré inférieures à celle mesurée pendant la campagne 1, une baisse de l'activité nitrifiante ( $\mu_{A,max} - b_A$  plus faible) est possible. Le taux de remplissage de biomédias dans le réacteur C (60%) étant plus important que pendant la campagne 1 (33%), et comme l'a souligné les études de Pham *et al.* (2008) et Jing *et al.* (2009) en fine bulle, une baisse du transfert d'oxygène ( $k_{La}$ ) est également possible, influençant indirectement l'activité nitrifiante de façon négative. Autre paramètre susceptible d'être modifié, l'épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ ) qui est fonction de la géométrie du biomédia et de la vitesse en air localement (Annexe 7).

## IV.2.2. Résultats de simulation après ajustement sur la 2<sup>nd</sup>e série de données

Après ajustement des valeurs des paramètres, sur la base des pistes proposées ci-dessus (température inférieure, transfert d'oxygène différent, hydrodynamique changée), les résultats de simulation pour le réacteur C (en haut), et pour réacteur N (en bas) sont présentés à la Figure 56.



**Figure 56 : Variables mesurées et simulées ( $L_f$ ,  $M_{biofilm}$ ,  $DCO$ ,  $DCO_{filtrée}$ ,  $Snh$ ,  $Sno$ ) dans le réacteur C (haut) et N (bas) après calage**

Concernant le réacteur C, la simulation de  $M_{biofilm}$  a été améliorée (RSD à 15% avant calage réduit à 6% après calage) en augmentant la valeur de  $L_{f,max}$  à 75  $\mu m$ , soit une augmentation de 10% par rapport à la mesure (68  $\mu m$ ), écart compatible avec l'incertitude courante sur la mesure de l'épaisseur maximale du biofilm. Le transfert d'oxygène en eau claire ( $k_{La}$ ) a également été diminué à 12  $h^{-1}$ , soit une diminution de 30% par rapport à la valeur estimée pendant la campagne 1 (18  $h^{-1}$ ) afin de diminuer l'activité nitrifiante simulée. Cette diminution, justifiée par l'augmentation du taux de remplissage du réacteur et le changement de biomédia entre les 2 périodes, améliore la simulation de  $Snh$  et  $Sno$  (RSD à 27% et 162% respectivement avant calage réduit à 7% et 88% après calage). En revanche, ces 2 modifications des paramètres n'apportent pas une grande amélioration à la simulation de la  $DCO$ .

Concernant le réacteur N, la simulation de  $M_{biofilm}$  a été légèrement améliorée (RSD réduit de 4%) en augmentant la valeur de  $L_{f,max}$  à 120  $\mu m$ , soit une augmentation de 10% par rapport à la mesure (106  $\mu m$ ), écart compatible avec l'erreur induite par la mesure de l'épaisseur

maximale du biofilm. L'épaisseur de la couche liquide limite a été augmentée à 90  $\mu\text{m}$  (30  $\mu\text{m}$  pour la campagne 1). Il est fait l'hypothèse qu'à même débit en air, la vitesse d'un volume de BMJ40 de 35% du réacteur N est inférieure à celle d'un volume de BMX1 de 60% du réacteur. Cette hypothèse est fondée sur une observation visuelle de la fluidisation de ces 2 volumes de biomédias. La vitesse de l'eau autour des biomédias BMX1 est supposée inférieure, augmentant l'épaisseur de la couche liquide limite. Le nouveau jeu de paramètres obtenu est rappelé au Tableau 31.

**Tableau 31 : Jeu de paramètres retenu pour la campagne 2**

| Paramètres                                                    | Unité           | Réacteur C<br>Avant - Après | Réacteur N<br>Avant - Après |
|---------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ )                 | $\mu\text{m}$   | 68 - 75                     | 106 - 120                   |
| Coefficient de transfert d'oxygène en eau claire ( $k_{La}$ ) | $\text{h}^{-1}$ | 18 - 12                     | Pas de changement           |
| Épaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ )               | $\mu\text{m}$   | Pas de changement           | 30 - 90                     |

Pour estimer l'apport du nouveau jeu de paramètres sur la qualité de la simulation par rapport au jeu de paramètres issu de la campagne 1, les critères globaux SD et RSD ont été calculés par jour où ont été prélevés les échantillons, par réacteur, et par variable observée. Le Tableau 32 rassemble ces valeurs.

**Tableau 32 : Valeurs des critères d'évaluation des résultats de simulation avant et après validation**

|                                         | Réacteur C       |         |                  |         | Réacteur N       |         |                  |         |
|-----------------------------------------|------------------|---------|------------------|---------|------------------|---------|------------------|---------|
|                                         | Avant validation |         | Après validation |         | Avant validation |         | Après validation |         |
|                                         | SD               | RSD (%) | SD               | RSD (%) | SD               | RSD (%) | SD               | RSD (%) |
| $M_{\text{biofilm}}$ (gMeS)             | 1,2              | 15      | 0,5              | 6       | 0,4              | 8       | 0,2              | 4       |
| $L_f$ ( $\mu\text{m}$ )                 | 5                | 7       | 1                | 2       | 8                | 8       | 4                | 4       |
| $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ (mgDCO/L) | 11               | 20      | 10               | 19      | 6                | 15      | 5                | 14      |
| $\text{Snh}$ (mgN- $\text{NH}_4^+$ /L)  | 4,3              | 27      | 1,2              | 7       | 7,2              | 57      | 2,4              | 16      |
| $\text{Sno}$ (mgN- $\text{NOx}$ /L)     | 2,9              | 162     | 2,2              | 88      | 7,5              | 75      | 3                | 30      |

Globalement, la modification des valeurs des paramètres a seulement amélioré de façon importante la qualité de simulation des variables  $M_{\text{biofilm}}$ ,  $L_f$ ,  $\text{Snh}$  et  $\text{Sno}$  dans les 2 réacteurs, la prédiction de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  n'ayant que très peu été améliorée. Ainsi, après calage du modèle, une simple mesure de l'épaisseur du biofilm, du coefficient de transfert de l'oxygène en boue, et de l'épaisseur de la couche liquide limite suffirait à adapter le modèle aux nouvelles conditions opératoires du procédé R3F.

### IV.3. CONCLUSIONS PARTIELLES

Suite au calage du modèle MBBR / R3F de GPS-X, il apparaît indispensable d'estimer un certain nombre de paramètres, dont un protocole de mesure a été proposé au II.2.1. Il s'agit des fractions de l'eau résiduaire urbaine du réacteur C pour la DCO et l'azote, de l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,max}$ ), du coefficient de transfert de l'oxygène en boue ( $k_{La'}$ ) comme produit du coefficient de transfert de l'oxygène en eau claire ( $k_{La}$ ) et du facteur de conversion en boue ( $\alpha$ ), du volume d'eau déplacé par  $m^3$  de biomédias, de la masse du biofilm sec ( $M_{biofilm}$ ), et des vitesses maximales de nitrification ( $NPR_{max}$ ) dans les réacteurs.

Un traçage hydraulique au sel a été mené et a permis de confirmer l'hypothèse d'un réacteur complètement mélangé. Sa simulation avec le modèle a également permis de caler les paramètres d'intégration des équations différentielles des composés solubles afin de conserver le bilan de matière.

Une étude de sensibilité aux paramètres a permis d'identifier les paramètres les plus influençant sur les variables de sortie du modèle. Sur la base de cette étude de sensibilité, un protocole de calage décrivant les étapes à suivre pour caler un modèle MBBR / R3F a été élaboré. Ce protocole de calage a été éprouvé sur une campagne de mesure intensive de 4 jours, en condition dynamique. Avec le jeu de paramètres calé, l'objectif d'élaboration d'un modèle dynamique du procédé R3F en nitrification est atteint. Seules les concentrations dans le réacteur C de la DCO<sub>filtrée</sub> pendant le jour 3, de l'oxygène pendant les 4 jours, et des formes azotées pendant les à-coups de charge hydraulique sont mal reproduites. Le Tableau 33 rassemble les valeurs des erreurs absolues (SD) et relatives (RSD) pour chaque variable et chaque réacteur avant et après application du protocole de calage.

**Tableau 33 : Valeurs des critères d'évaluation des résultats de simulation avant et après calage**

|                                              | Réacteur C   |         |              |         | Réacteur N   |         |              |         |
|----------------------------------------------|--------------|---------|--------------|---------|--------------|---------|--------------|---------|
|                                              | Avant calage |         | Après calage |         | Avant calage |         | Après calage |         |
|                                              | SD           | RSD (%) | SD           | RSD (%) | SD           | RSD (%) | SD           | RSD (%) |
| $M_{biofilm}$ (gMeS)                         | 0,9          | 41      | 0,2          | 10      | 0,1          | 8       | 0,1          | 8       |
| $L_f$ ( $\mu m$ )                            | 26           | 41      | 6            | 10      | 5            | 9       | 5            | 9       |
| DCO <sub>filtrée</sub> (mgDCO/L)             | 17,5         | 28      | 9,1          | 13      | 27,6         | 39      | 28,0         | 39      |
| $Sn_h$ (mgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L) | 16,1         | 68      | 4,1          | 17      | 9,7          | 1474    | 2,4          | 196     |
| $Sn_o$ (mgN-NO <sub>x</sub> /L)              | 17,0         | 591     | 4,2          | 167     | 7,2          | 25      | 2,0          | 7       |
| $So$ (mgO <sub>2</sub> /L)                   | 0,6          | 12      | 2,4          | 64      | 2,6          | 28      | 2,4          | 28      |
| $NPR_{max}$ (mgN/L.j)                        | 6,1          | 3       | 60           | 31      | 236          | 63      | 73           | 20      |

À l'issue de l'application du protocole de calage, un jeu de paramètres unique a été adopté (Tableau 34). Il est rappelé que le réacteur C (BMX1, 44%) et N (BMX1, 60%) sont aux charges surfaciques de 8,9 gDCO/m<sup>2</sup> interne.j, et de 0,55 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j respectivement, et à une température de 12°C. Un débit moyen journalier de 9 m<sup>3</sup>/j alimente le pilote.

**Tableau 34 : Jeu de paramètres retenu pour la campagne 1**

| Paramètres                                                           | Unité                    | Réacteur C  | Réacteur N  |
|----------------------------------------------------------------------|--------------------------|-------------|-------------|
| Epaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ )                      | $\mu\text{m}$            | 30          | 30          |
| Taux de détachement ( $k_{\text{dét}}$ )                             | $\text{kg/m}^2.\text{j}$ | 0,01        | 0,01        |
| Taux d'échange interne ( $k_{\text{exch}}$ )                         | $\text{m/j}$             | $1.10^{-5}$ | $1.10^{-5}$ |
| Coefficient de diffusion de Ss ( $D_{W,Ss}$ )                        | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $1.10^{-6}$ | $1.10^{-6}$ |
| Coefficient de diffusion de So ( $D_{W,So}$ )                        | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $4.10^{-6}$ | $1.10^{-5}$ |
| Coefficient de demi-saturation de Ss ( $K_{SH}$ )                    | $\text{mgDCO/L}$         | 20          | 20          |
| Taux de mortalité de $X_{BA}$ à 12°C ( $b_A$ )                       | $\text{j}^{-1}$          | 0,1         | 0,1         |
| Coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue ( $\alpha$ ) | -                        | 0,4         | 0,6         |

Les valeurs des paramètres  $\alpha$  et  $D_{W,So}$  du réacteur N sont différentes de celles du réacteur C. Cette différence de paramétrage est justifiée par des conditions hydrodynamiques différentes entre les 2 réacteurs, une qualité de l'effluent supérieure, et moins de tensio-actif, qui tous améliorent le transfert de l'oxygène au sein du biofilm du réacteur N. Les autres valeurs des paramètres, laissés par défaut, sont déjà mentionnées au Tableau 28.

## IV.4. ANALYSE CRITIQUE DU PROTOCOLE

---

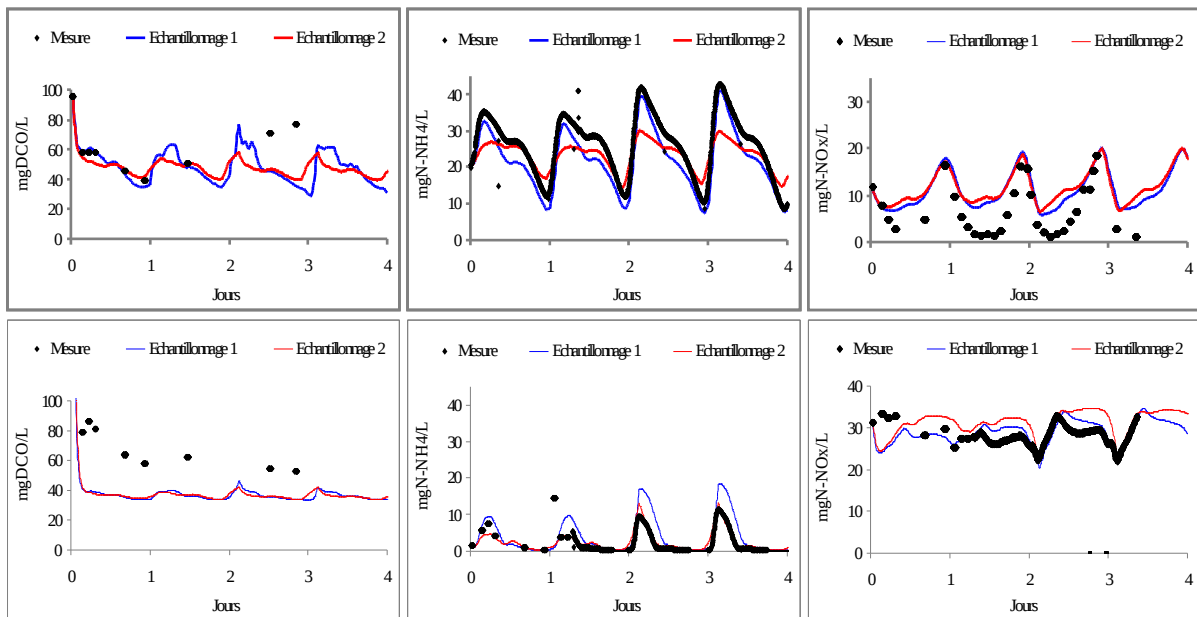
### IV.4.1. Connaissance du fractionnement de l'eau résiduaire urbaine en classe de biodégradabilité

Le protocole de fractionnement employé (II.2.1.1), fondé sur un protocole normalement appliqué aux boues activées, a fourni des résultats utilisables pour la simulation du procédé R3F. Le procédé 'boues activées' ayant des temps de séjour hydrauliques importants (quelques jours), il n'était pas évident que l'application d'un protocole similaire à un procédé aux temps de séjour hydrauliques plus courts (quelques heures) fonctionne.

Comme décrit en II.2.3.2, l'échantillonnage de l'eau usée brute pour le fractionnement en classe de biodégradabilité a été réalisé à différentes fréquences :

- § Fractionnement d'échantillons moyens 24h, proportionnels au débit
- § Fractionnement d'échantillons moyens 2 heures (IV.1.1). C'est cette dernière méthode qui a été retenue pour la simulation de la campagne 1

Cette diversité de méthodologie soulève la question de l'impact du niveau de connaissance des différentes fractions de l'eau usée brute sur la qualité des simulations du modèle MBBR / R3F. Pour y répondre, les résultats des 2 séries de simulations ont été comparés (Figure 57) sur les réacteurs C (graphes du haut) et N (graphes du bas). La courbe bleue 'Echantillonnage 1' représente la simulation obtenue avec des fractions de l'eau usée brute variant toute les 2 heures (campagne 1). La courbe rouge 'Echantillonnage 2' représente la simulation obtenue avec un fractionnement unique par jour issu de la campagne 1. Dans les 2 cas, les simulations ont été réalisées avec le jeu de paramètres calé présenté au paragraphe IV.2.



**Figure 57 : Évolution des variables DCO<sub>filtrée</sub>, Snh et Sno simulés dans le réacteur C (haut) et dans le réacteur N (bas) pour 2 fréquences d'échantillonnage de l'eau usée brute**

Les flux journaliers entrants dans chacun des réacteurs ont été calculés avec les valeurs issues du fractionnement pour le réacteur C et issues de la simulation pour le réacteur N. Ces flux sont regroupés dans le Tableau 35, et sont différenciés selon l'échantillonnage sur lequel a été appliqué le fractionnement. Les valeurs des flux pour chaque fraction sont moyennées sur les 4 jours de simulation.

**Tableau 35 : Flux appliqués aux réacteurs C et N pour 2 fréquences d'échantillonnage**

|                                        | Réacteur C        |                   | Réacteur N        |                   |
|----------------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|                                        | Echantillonnage 1 | Echantillonnage 2 | Echantillonnage 1 | Echantillonnage 2 |
| Ss (gDCO)                              | 638 ± 30          | 616 ± 40          | 187 ± 25          | 175 ± 17          |
| Xs (gDCO)                              | 2062 ± 200        | 2090 ± 150        | 1677 ± 250        | 1812 ± 100        |
| X <sub>BA</sub> (gDCO)                 | 0                 | 0                 | 16 ± 1            | 17 ± 1            |
| X <sub>BH</sub> (gDCO)                 | 0                 | 0                 | 468 ± 30          | 380 ± 40          |
| Snh (gN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> ) | 305 ± 12          | 318 ± 10          | 220 ± 10          | 213 ± 10          |
| Snd (gN)                               | 46 ± 4            | 42 ± 6            | 10 ± 1            | 9 ± 1             |
| Xnd (gN)                               | 46 ± 4            | 42 ± 6            | 39 ± 2            | 39 ± 2            |
| Sno (gN-NOx)                           | 4 ± 0,5           | 5,8 ± 0,5         | 82 ± 6            | 97 ± 5            |

Quelle que soit la fréquence d'échantillonnage retenue pour l'application du fractionnement, les flux journaliers appliqués à chaque réacteur sont égaux. En effet, les écarts entre les flux sont négligeables au regard du flux journalier lui même. Ainsi, les écarts de flux pour les 2 fréquences d'échantillonnage n'ont pas d'influence sur les résultats de simulations.

On remarque que les données simulées avec ‘l’Échantillonnage 2’ suivent l’évolution des mesures expérimentales. L’amplitude des variations journalières est cependant amortie par rapport à celle obtenue avec ‘l’Échantillonnage 1’. En effet, ‘l’Échantillonnage 2’ ne permet pas de simuler des variations journalières supérieures à 20 mg/L (exemples de la DCO<sub>filtrée</sub> et de Snh dans C). Les amplitudes journalières des flux entrants issues de ‘l’Echantillonnage 2’ étant elles mêmes faibles, ceci explique les faibles amplitudes des variations en sortie. En complément des évolutions temporelles des concentrations, le Tableau 36 présente les critères d’évaluation globaux des valeurs simulées avec les 2 types d’échantillonnage.

**Tableau 36 : Critères SD et RSD selon les 2 fréquences d’échantillonnage de l’eau usée brute**

|                                           | Réacteur C        |         |                   |         | Réacteur N        |         |                   |         |
|-------------------------------------------|-------------------|---------|-------------------|---------|-------------------|---------|-------------------|---------|
|                                           | Echantillonnage 1 |         | Echantillonnage 2 |         | Echantillonnage 1 |         | Echantillonnage 2 |         |
|                                           | SD                | RSD (%) | SD                | RSD (%) | SD                | RSD (%) | SD                | RSD (%) |
| M <sub>biofilm</sub> (gMeS)               | 0,2               | 10      | 0,2               | 8       | 0,1               | 8       | 0,1               | 7       |
| L <sub>f</sub> (µm)                       | 6                 | 10      | 5                 | 8       | 5                 | 9       | 4                 | 7       |
| DCO <sub>filtrée</sub> (mgDCO/L)          | 9,1               | 13      | 9,5               | 14      | 28                | 39      | 27,6              | 39      |
| Snh (mgN-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L) | 4,1               | 17      | 4,5               | 18      | 2,4               | 196     | 1                 | 179     |
| Sno (mgN-NOx/L)                           | 4,2               | 167     | 4,7               | 199     | 2                 | 7       | 3,7               | 13      |
| So (mgO <sub>2</sub> /L)                  | 2,4               | 64      | 2,3               | 64      | 2,4               | 28      | 2,4               | 28      |
| NPR <sub>max</sub> (mgN/L.j)              | 60                | 31      | 59                | 30      | 73                | 20      | 72                | 19      |

À la vue des valeurs SD et RSD, les qualités des simulations sont équivalentes. La simulation de Snh dans le réacteur N est même mieux réalisée pour la simulation issue de ‘l’Echantillonnage 2’.

Sur la base de ces critères globaux, on en déduit qu’un échantillonnage journalier (‘Echantillonnage 2’) permet d’obtenir la même qualité de simulation qu’un échantillonnage plus fréquent (‘Echantillonnage 1’). Toutefois, en comparant les amplitudes des variations des concentrations de sortie, on observe que la qualité de simulation est moins bonne avec ‘l’Échantillonnage 2’ qu’avec ‘l’Échantillonnage 1’.

En conclusion, l’utilisation d’un fractionnement établi sur un échantillon moyen journalier serait suffisante pour un calage sur des critères globaux (types SD et RSD) mais ne l’est pas pour caler sur l’évolution dynamique des concentrations. L’acquisition à une fréquence élevée des fractions de l’eau résiduaire urbaine par le biais de sondes par exemple s’avère indispensable pour le calage du procédé R3F, procédé à temps de séjour hydraulique court.

#### IV.4.2. Estimation de la biomasse autotrophe dans l'influent du réacteur N

Une étude de sensibilité des variables de sortie du réacteur N ( $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $S_o$ ,  $NPR_{max}$ ,  $X_{BA}$ ) au flux de  $X_{BA}$  entrant sur le réacteur N a été menée avec les paramètres calés. Les différents scénarios étudiés sont :

- § La concentration de  $X_{BA}$  dans l'influent d'entrée du réacteur N correspond à celle simulée en sortie du réacteur C avec les paramètres calés ( $X_{ba}(t)$ ) : Simulation 1 (Simulation de référence)
- § La concentration de  $X_{BA}$  dans l'influent d'entrée du réacteur N est nulle ( $X_{ba}=0$ ) : Simulation 2
- § La concentration de  $X_{BA}$  dans l'influent d'entrée du réacteur N correspond à celle simulée en sortie du réacteur N avec les paramètres calés augmentée de 6 mgDCO/L ( $X_{ba}(t)+6$ ) : Simulation 3

Une étape d'initialisation a été menée avant d'obtenir les résultats de simulation. Les valeurs maximales des écarts absolus entre les résultats des simulation 2 vs 1, et 3 vs 1 ont été calculées pour les variables  $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $S_o$ ,  $NPR_{max}$  et  $X_{BA,k=1}$  (Tableau 37).

**Tableau 37 : Valeurs des écarts absolus maximaux des simulations 2, 3 vs 1**

|                                   | Simulation 1<br>Moyenne des<br>concentrations | Simulation 2<br>Ecart absolu<br>maximum | Simulation 3<br>Ecart absolu<br>maximum |
|-----------------------------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| $S_{nh}$ (mgN-NH <sub>4</sub> /L) | 3,9                                           | 0,5                                     | 1,6                                     |
| $S_{no}$ (mgN-NO <sub>x</sub> /L) | 28,9                                          | 0,5                                     | 1,4                                     |
| $S_o$ (mgO <sub>2</sub> /L)       | 6,2                                           | 0,1                                     | 0,3                                     |
| $NPR_{max}$ (mgN/L.j)             | 304                                           | 10                                      | 35                                      |
| $X_{BA,k=1}$ (mgDCO/L)            | 4,6                                           | 1,9                                     | 6,3                                     |

À la vue des résultats obtenus sur la concentration de la biomasse autotrophe dans l'effluent de sortie ( $X_{BA,k=1}$ ), tout se passe comme si le flux entrant de biomasse autotrophe traverse le réacteur sans s'attacher. En effet, pour les simulations 2 et 3, l'écart absolu maximum de concentration de  $X_{BA,k=1}$  par rapport à la concentration moyenne de la simulation 1 correspond à la variation de flux testée.

À la vue des résultats obtenus sur les autres variables, l'écart absolu maximal induit par la variation de flux est inférieur à 2 mgN/L pour les variables  $S_{nh}$  et  $S_{no}$ . Cet écart a lieu au moment des pics de charges où la concentration est d'environ 15 mgN-NH<sub>4</sub>/L et 30 mgN-NO<sub>x</sub>/L respectivement (données de la simulation 1).

Pour cette étude, il a été conclu que la variation de flux de biomasse autotrophe entrant sur le réacteur N n'a pas d'influence sur les sorties de celui-ci. Ainsi, la mesure par une vitesse de nitrification maximale ( $NPR_{max}$ ) de  $X_{BA,k=1}$  dans les eaux de sortie du réacteur C n'est pas nécessaire, d'autant plus que les scénarios étudiés (Simulation 2 et 3) sont des cas extrêmes par rapport à la Simulation 1.

### IV.4.3. Estimation des variables $NPR_{max}$ et $M_{biofilm}$

#### IV.4.3.1. Estimation de la vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ )

La mesure de  $NPR_{max}$  dans le réacteur C est proposée dans le protocole de calage. Cette mesure permet d'estimer la concentration en biomasse autotrophe ( $X_{BA}$ ) dans le réacteur ( $NPR_{max} = \mu_{A,max} \times X_{BA} / Y_A$ ).

Toutefois, il a été remarqué pendant le calage du réacteur C, que la simulation de  $NPR_{max}$  n'est pas nécessaire à la simulation de la DCO<sub>filtrée</sub>,  $S_{nh}$ , et  $S_{no}$  en sortie du réacteur C. En effet, les Figures 47 et 48 montrent que la simulation de ces variables est correcte alors que la simulation de  $NPR_{max}$  est 2 fois moins grande que la valeur mesurée.

Ainsi, on peut conclure que la mesure de  $NPR_{max}$  dans le réacteur C et dans les eaux de sortie n'est pas nécessaire pour obtenir les concentrations de sortie (DCO<sub>filtrée</sub>,  $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $S_o$ ) du réacteur C dans les conditions opératoires testées. Néanmoins, pour la modélisation du réacteur N et la simulation des flux azotés en sortie du réacteur N, la mesure de  $NPR_{max}$  dans le réacteur semble indispensable comme le suggère l'étude de sensibilité précédente.

### IV.4.3.2. Estimation de la masse de biofilm ( $M_{\text{biofilm}}$ )

La mesure de  $M_{\text{biofilm}}$  est indiquée dans le protocole de calage. Cependant, cette variable présente un inconvénient majeur, à savoir que la mesure est associée à une incertitude importante.

Le protocole de mesure préconise de réaliser 4 mesures individuelles et de prendre une moyenne de ces résultats obtenus. De fait, il a été observé qu'une grande variabilité de masse entre ces 4 mesures ( $\pm 30\%$ ) existe. Cela est certainement dû à la variabilité du décrochage du biofilm lors de la prise des échantillons. Ainsi, lors du calage du modèle, cette mauvaise estimation de  $M_{\text{biofilm}}$  implique une erreur sur l'estimation de la biomasse dans le réacteur, et donc des capacités épuratoires.

Une mesure des MeS en continu à la sortie des réacteurs peut se substituer à la mesure de  $M_{\text{biofilm}}$  et donner une image de l'évolution du stock de biofilm contenu dans le réacteur.

## IV.5. SIMULATIONS PREDICTIVES

---

Le modèle s'avère très utile pour réaliser des simulations prédictives permettant d'évaluer les performances du procédé dans différentes conditions de fonctionnement : autre emplacement dans la filière, autre rythme d'alimentation en eau et en air. Les résultats de simulation donnent alors des éléments de réponse pour éventuellement aider les ingénieurs et décideurs au choix des filières, dimensionnement, exploitation.

Dans cette partie, nous avons étudié successivement les réponses du modèle MBBR / R3F, dans le cas où :

- § Le R3F est alimenté avec une eau décantée primaire, au lieu d'une eau usée brute
- § Le R3F est soumis à un à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6 pendant 2 jours, par comparaison à l'à-coup de charge de 2,3 déjà testé expérimentalement
- § Le R3F est soumis à un débit d'air inférieur d' , afin de limiter la dépense énergétique

### IV.5.1. Simulation d'une alimentation par une eau décantée primaire

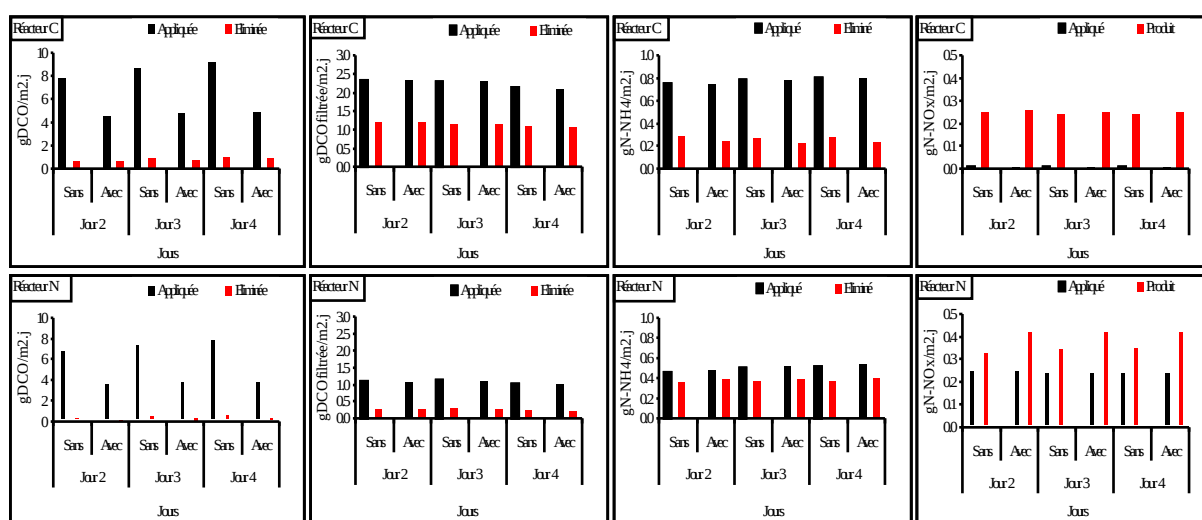
L'alimentation d'une eau usée décantée primaire a été fournie au modèle en amont des réacteurs C et N. La nature de l'eau usée brute a été modifiée en supposant des rendements de 60% sur les MeS et 43% sur la DCO. Les rendements de 60% ont été appliqués aux fractions particulières ( $X_S$ ,  $X_I$ , et  $X_{II}$ ) déterminées lors de la campagne 1 IV.1.1), et de 0% donc aux fractions dissoutes.

Le fractionnement qui en découle par rapport à une concentration moyenne en DCO de 213 mgDCO/L ( $S_I = 17\%$  [9 - 54],  $X_I = 9\%$  [0 - 29],  $S_S = 29\%$  [2 - 78],  $X_S = 38\%$  [0 - 51], les fractions  $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $X_{nd}$ ,  $S_{nd}$  restant identiques à celles de la campagne 1) a été utilisé pour simuler l'effet d'un décanteur primaire en amont du pilote. La courbe de débit utilisée lors de

la simulation est celle utilisée lors de la campagne 1. Les paramètres sont ceux issus du calage du modèle.

Les conditions de fonctionnement (matériau, taux de remplissage, température) sont celles de la campagne 1 (II.2.3).

La Figure 58 illustre les flux appliqués et éliminés de DCO,  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ ,  $\text{N-NH}_4$ , et de  $\text{N-NOx}$  sur les réacteurs C (graphes du haut) et N (graphes du bas) sans décanteur primaire (noté ‘Sans’) et avec décanteur primaire (noté ‘Avec’) en amont des réacteurs.



**Figure 58 : Flux simulés appliqués et éliminés de DCO (gauche),  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  (milieu gauche),  $\text{N-NH}_4^+$  (milieu droit) et  $\text{N-NOx}$  (droite) sur les réacteurs C (haut) et N (bas) sans et avec décanteur primaire**

#### IV.5.1.1. Résultats de simulation dans le réacteur C

Le décanteur primaire diminue de moitié (-45%) la charge de DCO entrante, et n’a aucun effet sur les composés solubles ( $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ ,  $\text{N-NH}_4$ , et  $\text{N-NOx}$ ).

L’abattement de la DCO et de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  sont similaires dans les 2 cas (différence < 5%). Ainsi, on peut dire que le processus d’hydrolyse est négligeable puisque même avec une charge plus importante en  $\text{DCO}_{\text{particulaire}}$  (non illustrée) dans le cas du pilote sans décanteur primaire, et à charge éliminée en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  égale, l’élimination de la DCO n’est pas plus élevée. Les raisons évoquées sont soit un temps de séjour hydraulique trop court dans le réacteur C ( $\sim 4\text{h} < 0,33 - 2$  jours (Plattes *et al.*, 2006)), soit une adsorption insuffisante, ne permettant pas le contact entre la biomasse hétérotrophe et la DCO particulaire lentement

biodégradable. La concentration en biomasse hétérotrophe reste identique, alors que la concentration en biomasse autotrophe passe de 30500 mgDCO/L à 24700 mgDCO/L au sein du biofilm (-20%) (non illustrée). Cependant, la production de N-NO<sub>x</sub> reste identique, (différence < 5%). Une diminution de l'élimination de l'azote ammoniacal (-15%) est simulée. Les flux de DCO<sub>particulaire</sub> lentement biodégradable n'ayant pu être étudiés, la part de l'assimilation dans l'élimination de l'azote ammoniacal n'a pu être calculée. Une assimilation diminuée dans le cas d'un décanteur primaire en raison d'un flux de DCO<sub>particulaire</sub> lentement biodégradable diminué pourrait expliquer ce résultat sur l'élimination de l'azote ammoniacal.

#### IV.5.1.2. Résultats de simulation dans le réacteur N

Dans le réacteur N, le décanteur primaire diminue de moitié (-49%) la charge en DCO entrante, et a un effet négligeable sur les charges entrantes en DCO<sub>filtrée</sub> et N-NO<sub>x</sub>. La charge entrante en N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> est légèrement supérieure (5%).

L'élimination de la DCO<sub>filtrée</sub> est identique dans les 2 cas (différence < 5%). Cependant, on observe une diminution importante (-45%) de l'élimination de la DCO, accompagnée d'une baisse de la concentration en biomasse hétérotrophe (-14%). La raison évoquée est que la concentration en DCO<sub>particulaire</sub> étant plus faible du fait du décanteur primaire en amont, la croissance de la biomasse hétérotrophe issue de l'hydrolyse de la DCO<sub>particulaire</sub> lentement biodégradable est inférieure. On suppose ici que le processus d'hydrolyse s'exprime dans le réacteur N. En effet, le temps de séjour hydraulique sur les 2 réacteurs de 7h est dans l'ordre de grandeur de la cinétique de la réaction (0,33 - 2 jours) évoquée par Plattes *et al.* (2006). La concentration en oxygène et la charge appliquée en N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> étant identique, cette diminution de la concentration en biomasse hétérotrophe se fait à l'avantage de la concentration en biomasse autotrophe (+40%). L'élimination du N-NH<sub>4</sub> est donc plus importante (+11%), ainsi que la production de N-NO<sub>x</sub> (+23%).

En termes de concentration en azote ammoniacal en sortie de la filière R3F, le décanteur primaire a pour effet d'augmenter légèrement la qualité du rejet: 3,7 mgN-NH<sub>4</sub>/L contre 4,5 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L sans décanteur primaire. La concentration en DCO<sub>filtrée</sub> en sortie est considérée identique dans les 2 cas (36 mgDCO/L avec décanteur contre 38 mgDCO/L sans). En résumé, l'ajout d'un décanteur primaire n'augmente pas sensiblement les performances des réacteurs et n'a donc pas plus d'utilité que sa fonction de séparation solide / liquide.

### IV.5.2. Simulation d'un à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6

L'application d'un à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6 entre 7h et 12h a été simulé à l'aide du modèle dans la configuration d'une filière composée seulement des réacteurs C et N. La courbe de débit est celle appliquée lors du calage du modèle, augmentée du facteur de pointe de 4,6. Le débit et les flux appliqués journaliers ont été augmentés de 24%.

La Figure 59 illustre les flux appliqués et éliminés de DCO, DCO<sub>filtrée</sub>, N-NH<sub>4</sub>, et de N-NOx sur les réacteurs C et N, sans (noté 'Q×1') et avec l'à-coup de charge hydraulique (noté 'Q×2').

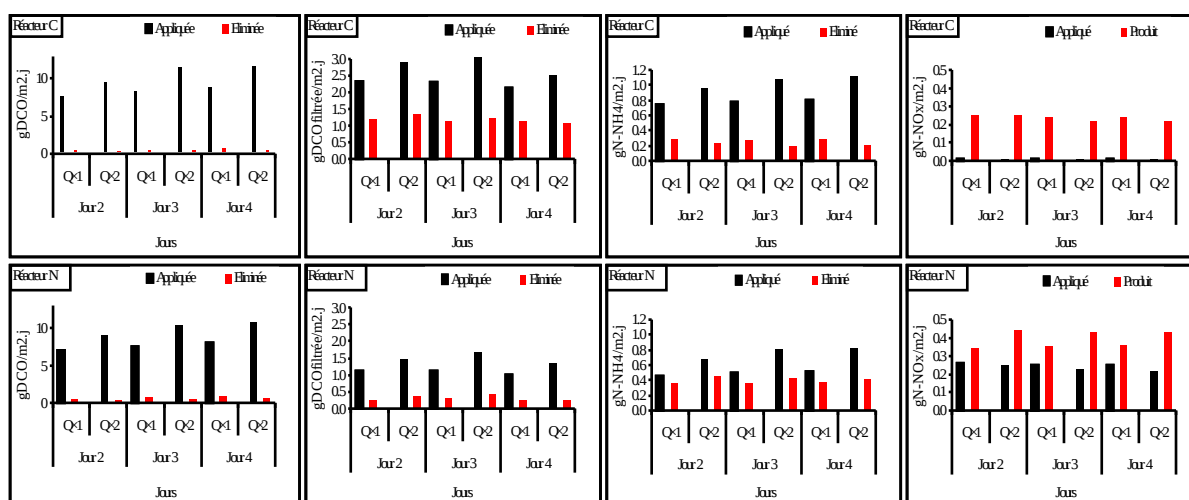


Figure 59 : Flux simulés appliqués et éliminés de DCO (gauche), DCO<sub>filtrée</sub> (milieu gauche), N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (milieu droit), et N-NOx (droite) sur le réacteur C (haut) et N (bas) sans et avec à-coup de charge

#### IV.5.2.1. Résultats de simulation dans le réacteur C

Sur le réacteur C, l'à-coup de charge implique une augmentation de la charge appliquée en DCO (+32%), en DCO<sub>filtrée</sub> (+25%), et en N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (+34%).

La charge en DCO éliminée est similaire (différence ~ 6%, mais grandes variations), sous-entendant que la DCO<sub>particulaire</sub> supplémentaire ne fait que traverser le réacteur, sans s'attacher au biofilm. L'élimination de la DCO<sub>filtrée</sub> suit une autre tendance (+9%), induisant une légère augmentation de la concentration en biomasse hétérotrophe (+4%). Deux hypothèses sont avancées pour expliquer cette observation : une amélioration de la diffusion induite par l'augmentation soudaine de la concentration en DCO<sub>filtrée</sub> dans le volume liquide lors de l'à-

coup de charge (voir l'Équation 25 de diffusion entre le volume liquide et la surface du biofilm) et / ou les charges appliquées en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  avec l'à-coup de charge restent inférieures ou égales à la charge de dimensionnement mesurée pour le BMX1 au paragraphe III.4 (2,9  $\text{gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{m}^2$  interne.j). Les charges de  $\text{N-NH}_4^+$  éliminé (-24%) et de  $\text{N-NOx}$  produit (-8%) diminuent, et s'accompagnent d'une baisse de la concentration en biomasse autotrophe (-22%). Cette diminution de l'activité nitrifiante s'explique par l'augmentation de la charge carbonée sur le réacteur.

#### IV.5.2.2. Résultats de simulation dans le réacteur N

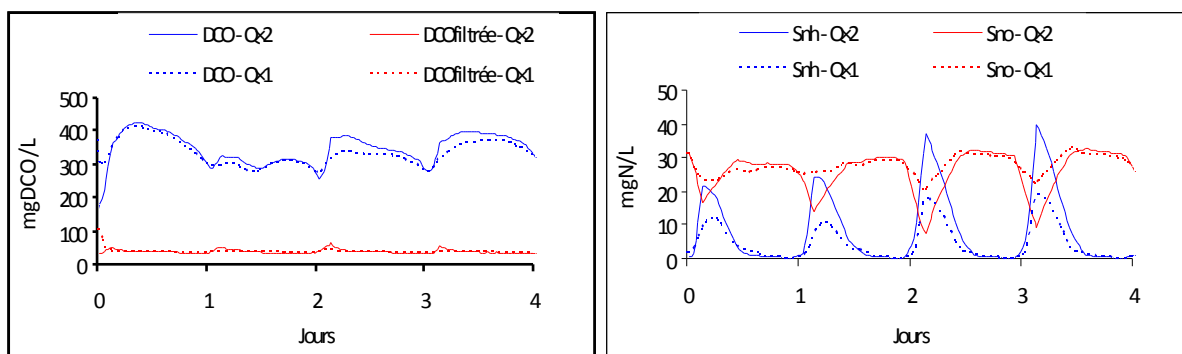
L'à-coup de charge implique une augmentation de la charge appliquée en DCO (+33%), en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  (+37%), et en  $\text{N-NH}_4^+$  (+57%) sur le réacteur N.

La charge de DCO éliminée est moins importante (-24%), comme si le processus d'hydrolyse s'exprimait moins en raison du raccourcissement du temps de séjour hydraulique. En revanche, la charge de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  éliminée augmente (+24%). La même raison que précédemment est évoquée, à savoir une meilleure diffusion de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  au sein du biofilm. La charge de  $\text{N-NH}_4^+$  éliminée augmente (+17%), ainsi que la charge de  $\text{N-NOx}$  produite (+25%). Ceci se traduit par une augmentation de la concentration en biomasse autotrophe (+32%). Sachant que l'oxygène n'est pas limitant ( $> 6 \text{ mg O}_2/\text{L}$ , non illustré), la concentration en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  dans le réacteur est identique dans les 2 cas (Figure 60), et que les charges appliquées en  $\text{N-NH}_4$  sont limitantes dans le cas où il n'y a pas d'à-coup de charge hydraulique.

En sortie de filière, et avec un à-coup de charge, la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  est de 39  $\text{mgDCO}/\text{L}$ , le  $\text{N-NH}_4^+$  est de 10,2  $\text{mg N-NH}_4^+/\text{L}$ , et le  $\text{N-NOx}$  est de 23,4  $\text{mg N-NOx}/\text{L}$  contre 38  $\text{mgDCO}/\text{L}$ , 5,5  $\text{mg N-NH}_4^+/\text{L}$ , et 26,6  $\text{mg N-NOx}/\text{L}$  sans à coup de charge.

En résumé, l'à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6 entraîne l'augmentation de la concentration en biomasse hétérotrophe dans C (+4%) et autotrophe dans N (32%). Les raisons seraient une amélioration de la diffusion des composés solubles et des charges appliquées limitantes dans le cas où il n'y a pas d'à-coup de charge hydraulique. La matière particulaire supplémentaire ne fait que traverser la filière sans s'attacher au biofilm. Toutefois, cette augmentation des performances sur la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  dans C et sur le  $\text{N-NH}_4$  dans

N s'accompagne d'une dégradation du rejet pendant une durée de 12 heures suivant le début de l'à-coup de charge, comme illustré à la Figure 60.



**Figure 60 : Concentrations simulées en DCO, DCO<sub>filtrée</sub> (gauche) et N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, N-NO<sub>x</sub> (droite) en sortie du réacteur N sans et avec à-coup de charge**

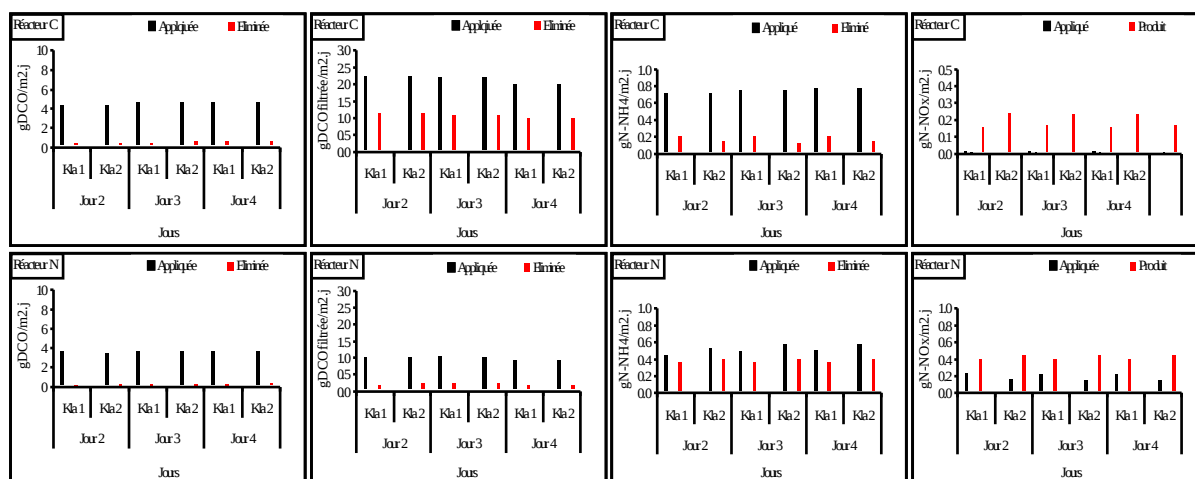
Il est à noter que ces conclusions ont été faites pour un à-coup de charge hydraulique de coefficient de pointe 4,6 induisant une augmentation de 24% des flux journaliers. On peut ajouter que ces résultats sont peut-être sous-estimés. En effet, le développement du biofilm, en terme d'épaisseur et de masse, et donc de concentration en biomasse, est bridé par l'épaisseur maximale du biofilm qui ne peut être dépassée. Il est observé que, malgré l'augmentation de la charge en entrée et dans des conditions non limitante en oxygène ( $> 6 \text{ mgO}_2/\text{L}$  dans les 2 réacteurs), l'épaisseur et la masse du biofilm simulées ne progressent pas.

#### IV.5.3. Simulation d'un fonctionnement à débit d'air plus faible

L'étude expérimentale du pilote R3F a été réalisée sans rechercher le meilleur compromis coût / efficacité, en particulier celui lié au poste aération. Le fonctionnement des surpresseurs ont été réglé à leur maximum, sans asservissement à l'oxygène dans les réacteurs ou sans diminution du débit d'air pendant les heures de faibles charges appliquées. À l'heure actuelle, cette optimisation du poste aération (en plus du poste brassage) est un défi pour toutes les stations d'épuration.

Lors de la campagne 1, les coefficients de transfert d'oxygène en boue ( $k_{La}'$ ) sont de 7,2 et 10,8  $\text{h}^{-1}$  dans les réacteurs C et N respectivement. Afin d'évaluer le comportement du procédé sous une aération plus faible, un abaissement du  $k_{La}'$  du réacteur C à 4,8  $\text{h}^{-1}$  a été simulé. Il est supposé, compte tenu des tests de fluidisation préalablement réalisés, que cet abaissement du débit d'air ne modifie pas les conditions hydrodynamiques du réacteur.

La Figure 61 illustre les flux appliqués et éliminés de DCO, DCO<sub>filtrée</sub>, N-NH<sub>4</sub>, et de N-NOx sur les réacteurs C et N aux 2 débits d'air (noté kLa 1 pour le k<sub>La</sub>' : 7,2 h<sup>-1</sup> et kLa 2 pour le k<sub>La</sub>' : 4,8 h<sup>-1</sup>). Il est rappelé que ces 2 débits d'air ne sont testés que sur le réacteur C. Aucun changement de l'aération n'est testé sur le réacteur N. En amont de la filière, un décanteur primaire est simulé de la même manière qu'au chapitre IV.5.1.



**Figure 61 : Flux simulés appliqués et éliminés de DCO (gauche), DCO<sub>filtrée</sub> (milieu gauche), N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (milieu droit), et N-NOx (droite) sur les réacteurs C et N sans et avec réduction du débit d'air sur le réacteur C**

#### IV.5.3.1. Résultats de simulation dans le réacteur C

La diminution du coefficient de transfert d'oxygène en boue (k<sub>La</sub>') dans le réacteur C a pour effet de diminuer l'oxygène dissous de 6,7 à 5,5 mgO<sub>2</sub>/L en moyenne dans le volume liquide. Cette diminution de la concentration en oxygène dissous entraîne une influence négligeable sur l'élimination de la DCO, de la DCO<sub>filtrée</sub>, et de la concentration en biomasse hétérotrophe (différence < 5%), l'oxygène restant non limitant (> 2 mgO<sub>2</sub>/L). En revanche, l'élimination de l'azote ammoniacal et la production de N-NOx diminuent significativement (-30%), du fait de la baisse de la concentration en oxygène. En effet, la nitrification est une réaction fortement liée à la concentration en oxygène. Comme l'évoquent Ødegaard *et al.* (1999), pour des concentrations en N-NH<sub>4</sub> supérieures à 3 - 4 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L comme c'est le cas pour ces simulations, la cinétique de la réaction de nitrification est d'ordre 1 selon l'oxygène. Cette diminution de la nitrification s'accompagne d'une baisse de la concentration en biomasse autotrophe dans le biofilm (-20%).

#### IV.5.3.2. Résultats de simulation dans le réacteur N

En diminuant le débit d'air appliqué au réacteur C, les flux appliqués au réacteur N restent inchangés, à l'exception du flux d'azote ammoniacal qui est supérieur de 14% du fait du moins bon traitement sur le réacteur C.

Les charges de DCO et  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  éliminées sur le réacteur N restent donc inchangées. Les charges éliminées de  $\text{N-NH}_4^+$  (+12%) et produites de  $\text{N-NO}_x$  (+10%) augmentent en s'accompagnant d'une augmentation de 6% de la concentration en biomasse autotrophe. La raison évoquée est que les concentrations en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  et en oxygène restent inchangées et que les charges appliquées en  $\text{N-NH}_4^+$  sont limitantes dans le cas de la simulation K1a 1.

En termes de rejet, la qualité de l'effluent diminue légèrement puisque la concentration en  $\text{N-NH}_4$  augmente de 3,7 à 4,5  $\text{mgN-NH}_4^+/\text{L}$ .

## IV.6. PERSPECTIVES

### IV.6.1. Modélisation de l'épaisseur de la couche liquide limite

L'étude de sensibilité a montré que l'épaisseur de la couche liquide limite est un paramètre clef, et a permis de quantifier son influence sur les variables. Lors de l'application du protocole de calage, l'ajustement de ce paramètre a été essentiel. Ainsi, il est évident qu'une estimation de ce paramètre est essentielle.

Dans la majorité des travaux de modélisation d'un procédé à biofilm (Boltz *et al.*, 2010; Sen and Randall, 2008c; Vigne *et al.*, 2007), le paramètre est considéré constant. Aujourd'hui, il est prouvé que l'épaisseur de la couche liquide limite varie avec les conditions hydrodynamiques (Boltz and Daigger, 2010). Ainsi, une première amélioration serait de faire de ce paramètre une variable, d'expression mathématique la formule empirique de Frössling (1938) décrite en II.2.1.2.

### IV.6.2. Modélisation de l'épaisseur du biofilm

Il est rappelé à l'Équation 31 l'expression de l'épaisseur du biofilm ( $L_f$ ) en fonction notamment de l'épaisseur maximale ( $L_{f,max}$ ). L'expérience en modélisation, acquise durant ce travail de thèse, a permis de s'apercevoir que l'épaisseur du biofilm tend inexorablement vers la valeur maximale, quelles que soient les conditions opératoires étudiées. La Figure 62 illustre la simulation de l'épaisseur du biofilm ( $L_f$ ) et de la masse du biofilm ( $M_{biofilm}$ ), dans les cas où l'épaisseur maximale du biofilm vaut 250  $\mu m$  (à gauche) et 120  $\mu m$  (à droite). Les charges appliquées sont les mêmes que pendant la campagne 1.

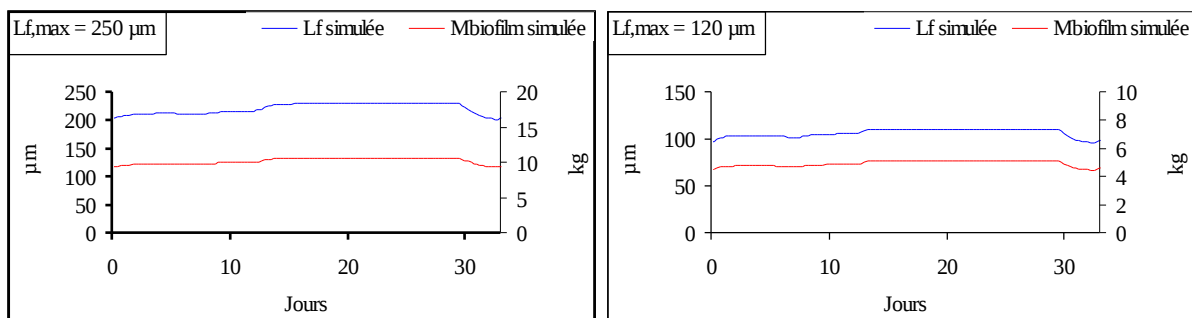


Figure 62 : Simulation de  $L_f$  et  $M_{biofilm}$  avec  $L_{f,max} = 250 \mu m$  (à gauche), et  $L_{f,max} = 120 \mu m$  (à droite)

Une façon d'améliorer la simulation de ces 2 variables, qui contrôle la quantité de biomasse et donc les performances épuratoires, est de retirer le paramètre  $L_{f,max}$  des paramètres du modèle. L'épaisseur du biofilm doit seulement être le résultat de la charge appliquée et des conditions hydrodynamiques. Dans ce sens, l'expression de Sen *et al.* (2008b) est une bonne solution. L'expression est un algorithme, fonction du substrat facilement biodégradable ( $S_s$ ), de l'azote nitrique ( $N-NO_3$ ), de l'azote ammoniacal ( $N-NH_4^+$ ), et de l'oxygène ( $O_2$ ) selon le milieu anoxie ou aérobie. Un coefficient constant, lié aux conditions hydrodynamiques, apparaît dans l'expression.

### IV.6.3. Modélisation de la diffusion

L'application du protocole de calage a permis d'obtenir des coefficients de diffusion du substrat facilement biodégradable ( $D_{W,S_s}$ ) et de l'oxygène ( $D_{W,S_o}$ ) bien différents de ce que l'on peut trouver dans d'autres travaux de modélisation du procédé MBBR / R3F (Boltz *et al.*, 2011; Mannina *et al.*, 2007). La mauvaise modélisation de ce processus ayant été incriminée pour expliquer la dérivation des concentrations de l'azote ammoniacal et de l'azote oxydé pendant les à-coups de charge hydraulique dans le réacteur C, son amélioration doit être envisagée.

Une étude de Khlebnikov *et al.* (1998) a démontré la relation entre la diffusion et la densité du biofilm. Une autre étude de Paul *et al.* (2012) souligne l'influence des conditions hydrodynamiques et de croissance (intensité de l'érosion, nature de l'effluent, milieu aérobie ou anoxie) sur la structure du biofilm et sa densité. Cette étude démontre également la structure en couche du biofilm.

Ainsi, la nécessité de faire des coefficients de diffusion des variables ou au moins d'avoir la possibilité de donner une valeur des coefficients de diffusion pour chaque couche améliorerait la représentativité du modèle.

### IV.6.4. Formulation de la $NPR_{max}$ dans GPS-X

Pendant le calage, la formule de base intégrée dans le code de GPS-X a impliqué des erreurs de simulation de la vitesse maximale de nitrification ( $NPR_{max}$ ). En conséquence, une seconde formule a été intégrée.

La formule de la vitesse maximale de nitrification dans le réacteur telle qu'elle est intégrée dans GPS-X est la suivante :

$$NPR_{\max} = \sum_k NPR_{\max,k} * \frac{V_k}{V_{\text{react}}} \quad \text{Équation 38}$$

Où  $V_k$  ( $\text{m}^3$ ) est le volume de la couche  $k$  et  $V_{\text{react}}$  ( $\text{m}^3$ ) est le volume du réacteur. Les vitesses maximales de nitrification dans chaque couche sont déterminées de la façon suivante :

$$NPR_{\max,k} = \left( 0,068 + \frac{1}{Y_A} \right) \times \frac{S_{nh}}{S_{nh} + K_{NA}} \times \frac{S_{nh}}{S_{nh} + K_{nh}} \times \mu_{A,\max} \times X_{BA} \quad \text{Équation 39}$$

Où  $S_{nh}$  ( $\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^3$ ) et  $X_{BA}$  ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ ) sont les concentrations de l'azote ammoniacal et de la biomasse autotrophe dans la couche  $k$ . Cette vitesse représente la vitesse de nitrification à saturation en oxygène, mais est dépendante de la concentration en  $S_{nh}$ . En utilisant les valeurs simulées de  $S_{nh}$  et  $X_{BA}$  dans le réacteur N avec le modèle calé, la valeur de  $NPR_{\max}$  vaut  $1851 \text{ mgN/L.j}$  à  $t = 4\text{j}$ . La formule proposée dans cette étude reprend en partie la formule précédente. La différence apparaît seulement pour l'expression de  $NPR_{\max}$  dans les couches :

$$NPR_{\max,k} = \mu_{A,\max} \times \frac{X_{BA}}{Y_A} \quad \text{Équation 40}$$

Cette vitesse représente la vitesse de nitrification à saturation en oxygène et azote ammoniacal, soit la véritable vitesse maximale. Dans les mêmes conditions de calcul que précédemment,  $NPR_{\max}$  vaut  $296 \text{ mgN/L.j}$  dans le réacteur N à  $t = 4\text{j}$ .

Le terme en  $0,068 \times \dots$ , ne représentant que le soixantième du terme en  $\mu_{A,\max} \times X_{BA} / Y_A$ , n'explique pas à lui seul l'écart entre les 2 valeurs de  $NPR_{\max}$ . Le code employé réellement par GPS-X n'étant pas accessible, il est seulement fait l'hypothèse que l'écart vient d'une mauvaise utilisation des formules 43 et 44 par le logiciel.

Les équations 44 et 45 sont donc à retenir pour la simulation de la vitesse maximale de nitrification dans le réacteur.



# CONCLUSION



Les objectifs principaux de ce travail de thèse étaient l'étude du procédé R3F et l'évaluation en traitement du carbone et en nitrification de 3 biomédias nouveaux (BMJ40, BMX2, BMX1). En raison de leur nouveauté, le travail d'évaluation de ces biomédias constituait une première originalité. Le second objectif était l'élaboration d'un modèle dynamique calé et validé à destination de l'ingénierie. L'étape de validation étant très peu, voire pas réalisée dans les travaux de modélisation, ce second objectif constituait une seconde originalité. Enfin, le troisième objectif était d'identifier les limites du modèle et de proposer des voies d'amélioration de la modélisation du procédé R3F.

Pour répondre au premier objectif, à savoir l'évaluation de 3 biomédias en traitement du carbone et en nitrification, un suivi long terme en régime permanent et pseudo-permanent d'un pilote R3F a été réalisé. Les objectifs de Vinci-Environnement, à savoir un rendement de 92% pour une charge de 3,9 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup> interne.j sur le réacteur C et un rejet inférieur à 3 mgN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L pour une charge de 0,5 gN-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> interne.j sur le réacteur N, ont été testés. Le biomédia BMX1 a ensuite été testé en régime dynamique (application d'un à-coup de charge hydraulique) lors d'une campagne intensive de collecte de données.

Pour répondre au second objectif, à savoir l'élaboration d'un modèle dynamique en nitrification, un état de l'art des modèles dynamiques de biofilm et MBBR a été réalisé afin de choisir un modèle pouvant répondre à nos objectifs de modélisation. La campagne intensive de collecte de données, en pilote et laboratoire, et le suivi long terme, ont permis respectivement de caler et valider le modèle choisi.

Enfin, pour répondre au troisième objectif, à savoir l'identification des limites du modèle et la proposition de voies d'amélioration, les résultats de simulation de la campagne intensive de collecte de données et du suivi long terme ont été comparés aux valeurs mesurées, puis analysés. Les processus clés ont alors pu être identifiés et des voies d'amélioration de leur modélisation ont pu être proposées.

À propos de l'évaluation des biomédias, les principaux résultats tirés sont une réévaluation des charges de dimensionnement des biomédias étudiés. La charge de dimensionnement à 10°C du BMX2, utilisé seulement en traitement du carbone, est réévaluée à 2,1 gDBO<sub>5</sub>/m<sup>2</sup>.j. Ces faibles dimensions et sa forme impliqueraient une surface spécifique effective, colonisable par la biomasse épuratrice, plus faible que celle mesurée par Vinci-

## Conclusion

Environnement ( $1200 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ). La charge de dimensionnement à  $10^\circ\text{C}$  du BMJ40, utilisé seulement en nitrification, est réévaluée à  $0,25 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ . L'absence de trous dans le biomédia, permettant le passage de l'effluent à travers, impliquerait une mauvaise diffusion de l'azote ammoniacal au sein du biofilm. De plus, sa surface spécifique effective mesurée par Vinci-Environnement ( $1700 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ) est peut-être surestimée. Enfin, les charges de dimensionnement à  $10^\circ\text{C}$  du BMX1, sont réévaluées à  $5,5 \text{ gDBO}_5/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  et  $0,65 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$ . Pour le biomédia BMX1, d'autres mesures à ces charges, au taux de remplissage maximum (60%), et à  $10^\circ\text{C}$ , doivent être réalisées pour confirmer mes conclusions. Le suivi des performances en nitrification du BMX1 pendant l'application d'à-coups de charge hydraulique (coefficient de pointe : 2,3 appliqué de 7h à 12h), a permis de voir que l'objectif de rejet, moyenné sur la journée, est atteint.

D'autres résultats, secondaires, ont également été tirés du suivi long terme du pilote R3F. Les vitesses ascensionnelles de l'air minimales, induites pour la fluidisation des biomédias à leur taux de remplissage maximum, ont été mesurées. Il en résulte que le BMX1, au taux de remplissage de 60%, induit une vitesse de 8,9 m/h. Le BMX2, au taux de remplissage de 60%, induit une vitesse de 11,7 m/h. Et le BMJ40, au taux de remplissage de 35%, induit une vitesse de 18,9 m/h. Un volume aéré et peu dense est l'objectif à atteindre pour avoir des vitesses ascensionnelles de l'air les plus faibles pour fluidiser le matériau.

Le traçage au sel a permis de confirmer que le réacteur R3F peut être considéré comme un réacteur complètement mélangé. De plus, il a permis de caler les paramètres d'intégration des équations différentielles des composés solubles, inadaptés à mon étude par défaut, afin de conserver le bilan de matière.

Des tests de transferts d'oxygène en boue, la vitesse d'oxygénation de  $7,2 \text{ h}^{-1}$  a été extraite pour une vitesse ascensionnelle de l'air de 10 m/h, et un taux de remplissage de 44%, avec le BMX1. Ces tests ont également permis de conclure à l'apport positif de taux de remplissage sur le transfert de l'oxygène. L'étude de Jing *et al.* (2009) confirme le résultat et fait référence à l'existence d'un taux de remplissage optimum, inférieur au taux de remplissage maximum, pour lequel le transfert de l'oxygène est maximal.

Enfin, des tests de vitesse maximale de nitrification ont été réalisés. Ceux-ci ont permis de mesurer des vitesses de  $0,8 - 1,3 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^2 \text{ interne.j}$  pour le BMJ40, et pour des

températures entre 10 à 21°C. Des vitesses de 0,8 - 1,4 gN-NH<sub>4</sub>/m<sup>2</sup>.j pour le BMX1, et pour des températures entre 10 à 14°C ont été mesurées.

À propos de l'élaboration d'un modèle dynamique en nitrification, le choix du modèle 1D dynamique Mantis, intégré à la plateforme GPS-X, a été choisi suite à la revue bibliographique. En effet, dans l'optique de faire le meilleur compromis entre simplicité de modélisation des processus et représentativité, le modèle Mantis m'a semblé être le meilleur modèle, parmi ceux étudiés. La réalisation d'une étude de sensibilité (14 paramètres étudiés) a servi de base à l'élaboration d'un protocole de calage. Ce protocole préconise de simuler en premier la masse de biomasse avant de simuler les concentrations de l'effluent. L'application de ce protocole sur les données d'une campagne intensive de mesure a permis d'élaborer un modèle dynamique calé. Les paramètres calés sont rassemblés dans le Tableau 38.

**Tableau 38 : Jeu de paramètres calé**

| Paramètres                                                           | Unité                    | Réacteur C  | Réacteur N  |
|----------------------------------------------------------------------|--------------------------|-------------|-------------|
| Epaisseur de la couche liquide limite ( $L_L$ )                      | $\mu\text{m}$            | 30          | 30          |
| Taux de détachement ( $k_{\text{dét}}$ )                             | $\text{kg/m}^2.\text{j}$ | 0,01        | 0,01        |
| Taux d'échange interne ( $k_{\text{exch}}$ )                         | $\text{m/j}$             | $1.10^{-5}$ | $1.10^{-5}$ |
| Coefficient de diffusion de Ss ( $D_{W,Ss}$ )                        | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $1.10^{-6}$ | $1.10^{-6}$ |
| Coefficient de diffusion de So ( $D_{W,So}$ )                        | $\text{cm}^2/\text{s}$   | $4.10^{-6}$ | $1.10^{-5}$ |
| Coefficient de demi-saturation de Ss ( $K_{SH}$ )                    | $\text{mgDCO/L}$         | 20          | 20          |
| Taux de mortalité de $X_{BA}$ à 12°C ( $b_A$ )                       | $\text{j}^{-1}$          | 0,1         | 0,1         |
| Coefficient de réduction du transfert d'oxygène en boue ( $\alpha$ ) | -                        | 0,4         | 0,6         |

Une seconde série de données, issues du suivi long terme, a permis de confirmer le paramétrage du modèle ainsi calé, pour simuler une période d'une trentaine jours. Ce jeu de paramètre a permis de simuler 2 périodes de fonctionnement du pilote R3F où les biomédias, les taux de remplissage, et les charges appliquées étaient différentes. Seuls l'épaisseur maximale du biofilm, le coefficient de transfert en boue, et l'épaisseur de la couche liquide limite doivent être ajustés aux nouvelles conditions opératoires de la période simulée pour avoir une simulation correcte.

Avec le jeu de paramètres calé et dans les mêmes conditions que la campagne 1, des simulations prédictives ont été réalisées afin de connaître le comportement du procédé R3F vis-à-vis d'un changement de la nature de l'eau résiduaire urbaine en entrée (décanteur

primaire en amont), d'un à-coup de charge causé par un événement exceptionnel (à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6), et d'une diminution du débit d'air pour le réacteur C.

Il en résulte que la mise en place d'un décanteur primaire en amont des 2 réacteurs en série n'augmente pas significativement les performances épuratoires des réacteurs. En réponse à un à-coup de charge hydraulique d'un facteur 4,6, la quantité de biomasse spécialisée de chaque réacteur augmente (biomasse hétérotrophe pour le réacteur C et biomasse autotrophe pour le réacteur N). Toutefois, la réponse ne suffit pas à conserver un rejet conforme à l'objectif de Vinci-Environnement ( $3 \text{ mgN-NH}_4/\text{L}$ ). Il est à noter que cet échec est peut-être dû à la valeur de l'épaisseur maximale du biofilm ( $L_{f,\max}$ ) qui bride le développement du biofilm. On peut ajouter que le flux particulaire supplémentaire causé par l'à-coup de charge semble traverser le réacteur, sans s'attacher au biofilm. En réponse à une diminution du débit d'air pour le réacteur C, précédé d'un décanteur primaire, seule la quantité de biomasse autotrophe dans le réacteur N augmente de 6%. Ainsi, la qualité du rejet n'est que légèrement diminuée avec une concentration de  $4,5 \text{ mgN-NH}_4/\text{L}$  contre  $3,7 \text{ mgN-NH}_4/\text{L}$  sans diminution du débit d'air. La concentration en  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  reste inchangée.

Suite à ce travail de thèse, il est possible d'envisager d'autres travaux pour les années futures.

Concernant le procédé, l'étude de Levstek *et al.* (2010) a mis en exergue la possibilité de mal estimer la surface spécifique effective des biomédias. Les performances épuratoires mesurées en  $\text{g/m}^2 \cdot \text{j}$  étant rapportées à cette surface, il apparaît crucial de développer un protocole de mesure de cette surface.

La limite des performances du BMX1 en traitement du carbone n'ayant pu être rigoureusement atteintes, une étude à des charges supérieures permettrait de mieux approcher la charge de dimensionnement de ce biomédia.

Durant cette thèse, il a été observé la forte dépendance entre les performances et la fourniture d'oxygène. Le coût de fonctionnement du procédé, fortement lié à la fourniture d'air, représentant un désavantage par rapport aux autres procédés, un travail visant à optimiser l'aération peut être mené. Il devra notamment prendre en compte le taux de remplissage du réacteur, qui a un effet sur le transfert de l'oxygène. En effet, plusieurs études ont souligné

## Conclusion

l'existence d'un taux de remplissage optimal, inférieur au taux maximum, pour lequel le transfert de l'oxygène est maximal.

À la suite de cette thèse, il est possible de mener un travail sur l'influence de l'hydrodynamique sur les performances. L'hydrodynamique influence la diffusion à travers l'épaisseur de la couche liquide limite, et la densité du biofilm. Le détachement du biofilm, et donc la production de boue, est également influencé par l'hydrodynamique.

Concernant la modélisation, des faiblesses dans le modèle de GPS-X ont été mises en exergue. La première est la modélisation de l'épaisseur de la couche liquide limite. Faire de ce paramètre une variable permettrait de meilleures simulations.

La seconde est la modélisation de l'épaisseur du biofilm, limitée par le paramètre  $L_{f,max}$ . Cette variable doit seulement être maîtrisée par les conditions hydrodynamiques et la charge appliquée.

La diffusion est supposée être mal modélisée également. Des études ont souligné sa dépendance avec la densité du biofilm, changeante avec la profondeur dans le biofilm, et avec l'hydrodynamique. Ainsi, une diffusion variant avec la profondeur dans le biofilm permettrait de meilleures simulations.



# **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



**Alinsafi A., da Motta M., Le Bonté S., Pons M.N., and Benhammou A.** (2006). *Effect of variability on the treatment of textile dyeing wastewater by activated sludge*. Dyes and Pigments 69 (1-2), 31-39.

**Andreottola G., Foladori P., Gatti G., Nardelli P., Pettena M., and Ragazzi M.** (2003). *Upgrading of a small overloaded activated sludge plant using a MBBR system*. Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering 38 (10), 2317-2328.

**Andreottola G., Foladori P., Ragazzi M., and Tatàno F.** (2000). *Experimental comparison between MBBR and activated sludge system for the treatment of municipal wastewater*. Water Science and Technology 41 (4-5), 375-382.

**Antoniou P., Hamilton J., Koopman B., Jain R., Holloway B., Ly beratos G., and Svoronos S.A.** (1990). *Effect of temperature and pH on the effective maximum specific growth rate of nitrifying bacteria*. Water Research 24 (1), 97-101.

**Barry U., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., Robin L., and Lessard P.** (2012). *A calibration protocol of a one-dimensional moving bed bioreactor (MBBR) dynamic model for nitrogen removal*. Water Science and Technology 65 (7), 1172-1178.

**Bjornberg C., Lin W., and Zimmerman R.** (2009). *Effect of temperature on biofilm growth dynamics and nitrification kinetics in a full-scale MBBR system*. Paper presented at 82nd Annual Water Environment federation Technical Exhibition and Conference, Orlando, Florida, USA, October 10-14, 2009

**Boller M., Gujer W., and Tschui M.** (1994). *Parameters affecting nitrifying biofilm reactors*. Water Science and Technology 29 (10-11), 1-11.

**Boltz J.P., and Daigger G.T.** (2010). *Uncertainty in bulk-liquid hydrodynamics and biofilm dynamics creates uncertainties in biofilm reactor design*. Water Science and Technology 61 (2), 307-316.

**Boltz J.P., Johnson B.R., Daigger G.T., J. S., and Elenter D.** (2008). *Modeling integrated fixed-film activated sludge (IFAS) and moving bed biofilm reactor (MBBR) systems: development and evaluation*. Paper presented at 81st annual water environment federation technical exhibition and conference, Water Environment Federation, Chicago.

**Boltz J.P., Johnson B.R., Daigger G.T., Sandino J., and Elenter D.** (2009). *Modeling integrated fixed-film activated sludge and moving-bed biofilm reactor systems II: Evaluation*. Water Environment Research 81 (6), 576-586.

**Boltz J.P., Morgenroth E., Brockmann D., Bott C., Gellner W.J., and Vanrolleghem P.A.** (2011). *Systematic evaluation of biofilm models for engineering practice: Components and critical assumptions*. Water Science and Technology 64 (4), 930-944.

**Boltz J.P., Morgenroth E., Brockmann D., daigger G.T., Henze M., Rittmann B.E., Sørensen K.H., Takacs I., Vanrolleghem P., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2012). *Framework for biofilm reactor model calibration*. Paper presented at Wastewater treatment modelling seminar, Mont-Saint-Anne, Québec, Canada.

**Boltz J.P., Morgenroth E., and Sen D.** (2010). *Mathematical modelling of biofilms and biofilm reactors for engineering design*. Water Science and Technology 62 (8), 1821-1836.

**Brouwer H., Klapwijk A., and Keesman K.J.** (1998). *Identification of activated sludge and wastewater characteristics using respirometric batch-experiments*. Water Research 32 (4), 1240-1254.

**Chen G.H., Huang J.C., and Lo I.M.C.** (1997). *Removal of rate limiting organic substances in a hybrid biological reactor*. Water Science and Technology 35 (6), 81 - 89.

**Chen S., Sun D., and Chung J.S.** (2008). *Simultaneous removal of COD and ammonium from landfill leachate using an anaerobic-aerobic moving-bed biofilm reactor system*. Waste Management 28 (2), 339-346.

**Choi E.H., Klapwijk B., Mels A., and Brouwer H.** (2005). *Evaluation of wastewater characterization methods*. Water Science and Technology 52 (10-11), 61-68.

**Choubert J.-M.** (2002). *Analyse et optimisation du traitement de l'azote par les boues activées à basse température*, 265 pp, Louis Pasteur, Strasbourg.

**Choubert J.-M., Marquot A., Stricker A.-E., Gillot S., Racault Y., and Heduit A.** (2005). *Unified nitrification parameters (maximum growth and decay rates) at low temperature from 15-years of investigations on pilot and full-scale municipal treatment plants*. Paper presented at IWA Specialized Conference Nutrient management in wastewater treatment processes and recycle streams, Cracovie.

**Choubert J.-M., Stricker A.-E., Marquot A., Gillot S., Racault Y., and Heduit A.** (2007). *Improved prediction of nitrogen removal using updated ASM1 default parameters verified at 13 full-scale plants*. Paper presented at 80th Annual Water Environment Federation Technical Exhibition and Conference, San Diego.

**Choubert J.M., Druilhe C., Beline F., and Gillot S.** (2010). *Techniques de fractionnement de la matière organique des déchets liquides pour la modélisation des bioprocédés*. Innovation 4.

**Choubert J.M., Stricker A.E., Marquot A., Racault Y., Gillot S., and Héduit A.** (2009). *Updated activated sludge model no1 parameter values for improved prediction of nitrogen removal in activated sludge processes: Validation at 13 full-scale plants*. Water Environment Research 81 (9), 858-865.

**Christiansen P., Hollesen L., and Harremoës P.** (1995). *Liquid film diffusion on reaction rate in submerged biofilters*. Water Research 29 (3), 947-952.

**Cinar O., Daigger G.T., and Graef S.P.** (1998). *Evaluation of IAWQ Activated Sludge Model No. 2 using steady-state data from four full-scale wastewater treatment plants*. Water Environment Research 70 (6), 1216-1224.

**Copp J.B., and Murphy K.L.** (1995). *Estimation of the active nitrifying biomass in activated sludge*. Water Research 29 (8), 1855-1862.

**Eberl H., Morgenroth E., Noguera D., Picioreanu C., Rittmann B., Van Loosdrecht M.C.M., and Wanner O.** (2006). *Mathematical modeling of biofilms*. IWA Publishing.

**Ferrai M., Guglielmi G., and Andreottola G.** (2010). *Modelling respirometric tests for the assessment of kinetic and stoichiometric parameters on MBBR biofilm for municipal wastewater treatment*. Environ. Modell. Softw. 25 (5), 626-632.

**Frössling N.** (1938). *Über die verdunstung fallender Tropfen. (About the evaporation of falling drops)*. Gerlands beiträge zur geophysik 52170-215.

**Golla G., Petit K., Hocquet C., Rakedjian B., and Morin E.** (2010), Bilan 2008 de l'assainissement en France, edited.

**GPS-X** (2006). *GPS-X 6.0 Technical reference*, 343 pp.

**Grunditz C., and Dalhammar G.** (2001). *Development of nitrification inhibition assays using pure cultures of nitrosomonas and nitrobacter*. Water Research 35 (2), 433-440.

**Hem L.J., Rusten B., and Ødegaard H.** (1994). *Nitrification in a moving bed biofilm reactor*. Water Research 28 (6), 1425-1433.

**Henze M., Grady Jr C.P.L., and Gujer W.** (1987). *A general model for single-sludge wastewater treatment systems*. Water Research 21 (5), 505-515.

**Henze M., Gujer W., Mino T., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2000a). *Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3*, IWA Scientific and Technical Report 9 ed. IWA Publishing, London.

**Henze M., Gujer W., Mino T., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2000b). *Activated sludge models ASM1, ASM2, ASM2D, ASM3*. IWA Publishing.

**Henze M., Harremoës P., la Cour Jansen J., and Arvin E.** (1996). *Wastewater treatment*. Springer.

**Horn H., and Hempel D.C.** (1997). *Growth and decay in an auto-/heterotrophic biofilm*. Water Research 31 (9), 2243-2252.

**Jing J.Y., Feng J., and Li W.Y.** (2009). *Carrier effects on oxygen mass transfer behavior in a moving-bed biofilm reactor*. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering 4 (5), 618-623.

**Khlebnikov A., Samb F., and Péringer P.** (1998). *Use of a dynamic gassing-out method for activity and oxygen diffusion coefficient estimation in biofilms.* Water Science and Technology 37 (4-5), 171-175.

**Koch G., Kühni M., Gujer W., and Siegrist H.** (2000). *Calibration and validation of activated sludge model no. 3 for Swiss municipal wastewater.* Water Research 34 (14), 3580-3590.

**Lee Y., and Oleszkiewicz J.A.** (2003). *Effects of predation and ORP conditions on the performance of nitrifiers in activated sludge systems.* Water Research 37 (17), 4202-4210.

**Levstek M., and Plazl I.** (2009). *Influence of carrier type on nitrification in the moving-bed biofilm process.* Water Science and Technology 59 (5), 875-882.

**Levstek M., Plazl I., and Rouse J.D.** (2010). *Estimation of the specific surface area for a porous carrier.* Acta Chimica Slovenica 57 (1), 45-51.

**Lin Y.H.** (2008). *Kinetics of nitrogen and carbon removal in a moving-fixed bed biofilm reactor.* Applied Mathematical Modelling 32 (11), 2360-2377.

**Mannina G., Di Trapani, Torregrossa M., and Viviani G.** (2007). *Modelling of hybrid moving bed biofilm reactors : a pilot plant experiment.* Water Science & Technology 55 (8-9), 237-246.

**McQuarrie J.P., and Boltz J.P.** (2011). *Moving bed biofilm reactor technology: Process applications, design, and performance.* Water Environment Research 83 (6), 560-575.

**Munz G., Lubello C., and Oleszkiewicz J.A.** (2011). *Modeling the decay of ammonium oxidizing bacteria.* Water Research 45 (2), 557-564.

**Nogueira R., Melo L.F., Purkhold U., Wuertz S., and Wagner M.** (2002). *Nitrifying and heterotrophic population dynamics in biofilm reactors: Effects of hydraulic retention time and the presence of organic carbon.* Water Research 36 (2), 469-481.

**Noguera D.R., and Morgenroth E.** (2004). *Introduction to the IWA task group on biofilm modeling.* Water Science and Technology 49 (11-12), 131-136.

**Novák L., Larrea L., and Wanner J.** (1994). *Estimation of maximum specific growth rate of heterotrophic and autotrophic biomass: A combined technique of mathematical modelling and batch cultivations.* Water Science and Technology 30 (11), 171-180.

**Ødegaard H., Gisvold B., and Strickland J.** (2000). *The influence of carrier size and shape in the moving bed biofilm process.* Water Science and Technology 41383-391.

**Ødegaard H., Rusten B., and Siljudalen J.** (1999). *The development of the moving bed biofilm process-from idea to commercial product.* European Water Management 2 (3), 36-43.

**Ødegaard H., Rusten B., and Westrum T.** (1994). *A new moving bed biofilm reactor - applications and results*. Water Science and Technology 29 (10-11), 157-165.

**Pastorelli G., Andreottola G., Canziani R., Darriulat C., De Fraja Frangipane E., and Rozzi A.** (1997). *Organic carbon and nitrogen removal in moving-bed biofilm reactors*. Water Science and Technology 35 (6), 91-99.

**Pasztor I., Thury P., and Pulai J.** (2009). *Chemical oxygen demand fractions of municipal wastewater for modeling of wastewater treatment*. International Journal of Environmental Science and Technology 6 (1), 51-56.

**Paul E., Ochoa J.C., Pechaud Y., Liu Y., and Line A.** (2012). *Effect of shear stress and growth conditions on detachment and physical properties of biofilms*. Water Research 46 (17), 5499-5508.

**Pérez J., Picioreanu C., and Van Loosdrecht M.** (2005). *Modeling biofilm and floc diffusion processes based on analytical solution of reaction-diffusion equations*. Water Research 39 (7), 1311-1323.

**Pham H., Viswanathan S., and Kelly R.F.** (2008). *Evaluation of plastic carrier media impact on oxygen transfer efficiency with coarse and fine bubble diffusers*. Paper presented at 81st Annual Water Environment Federation Technical Exhibition and Conference, Chicago.

**Picioreanu C., Kreft J.U., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2004). *Particle-based multidimensional multispecies biofilm model*. Applied and Environmental Microbiology 70 (5), 3024-3040.

**Picioreanu C., Van Loosdrecht M.C.M., and Heijnen J.J.** (2000). *Effect of diffusive and convective substrate transport on biofilm structure formation: A two-dimensional modeling study*. Biotechnology and Bioengineering 69 (5), 504-515.

**Plattes M., Henry E., and Schosseler P.M.** (2008). *A zero-dimensional biofilm model for dynamic simulation of moving bed bioreactor systems : Model concepts, Peterson matrix, and application to a pilot-scale plant*. Biochemical Engineering Journal 40 (2), 392-398.

**Plattes M., Henry E., Schosseler P.M., and Weidenhaupt A.** (2006). *Modelling and dynamic simulation of a moving bed bioreactor for the treatment of municipal wastewater*. Biochemical Engineering Journal 32 (2), 61-68.

**Pöpel H.J., and Fischer A.** (1998). *Combined influence of temperature and process loading on the effluent concentration of biological treatment*. Water Science and Technology 38 (8-9), 129-136.

**Rauch W., Vanhooren H., and Vanrolleghem P.A.** (1999). *A simplified mixed-culture biofilm model*. Water Research 33 (9), 2148-2162.

**Roeleveld P.J., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2002). *Experience with guidelines for wastewater characterisation in the Netherlands*. Water Science and Technology 45 (6), 77-87.

**Rowe P.N., Claxton K.T., and Lewis J.B.** (1965). *Heat and mass transfer from a single sphere in an extensive flowing fluid*. Trans. Inst. Chem. Eng. 4314 - 31.

**Rusten B., Eikebrokk B., Ulgenes Y., and Lygren E.** (2006). *Design and operations of the Kaldnes moving bed biofilm reactors*. Aquacultural Engineering 34 (3), 322-331.

**Rusten B., Hellström B.G., Hellström F., Sehested O., Skjelfoss E., and Svendsen B.** (2000). *Pilot testing and preliminary design of moving bed biofilm reactors for nitrogen removal at the FREVAR wastewater treatment plant*. Water Science and Technology 41 (4-5), 13-20.

**Rusten B., Hem L.J., and Odegaard H.** (1995). *Nitrification of municipal wastewater in moving-bed biofilm reactors*. Water Environment Research 67 (1), 75-85.

**Rusten B., Johnson C.H., Devall S., Davoren D., and Cashion B.S.** (1999). *Biological pretreatment of a chemical plant wastewater in high-rate moving bed biofilm reactors*. Water Science and Technology 39 (10-11), 257-264.

**Rusten B., McCoy M., Proctor R., and Siljudalen J.G.** (1998). *The innovative moving bed biofilm reactor / solids contact reaeration process for secondary treatment of municipal wastewater*. Water Environment Research 70 (5), 1083-1089.

**Rusten B., Siljudalen J.G., and Nordeidet B.** (1994). *Upgrading to nitrogen removal with the KMT moving bed biofilm process*. Water Science and Technology 29 (12), 185-195.

**Salem S., Moussa M.S., and Van Loosdrecht M.C.M.** (2006). *Determination of the decay rate of nitrifying bacteria*. Biotechnology and Bioengineering 94 (2), 252-262.

**Salvetti R., Azzellino A., Canziani R., and Bonomo L.** (2006). *Effects of temperature on tertiary nitrification in moving-bed biofilm reactors*. Water Research 40 (15), 2981-2993.

**Åker Å., Beyenal H., and Tanyolaç A.** (1995). *The effects of biofilm thickness on biofilm density and substrate consumption rate in a differential fluidized bed biofilm reactor (DFBBR)*. Journal of Biotechnology 41 (1), 39-47.

**Sen D., and Randall C.W.** (2008a). *Improved computational model (AQUIFAS) for activated sludge, integrated fixed-film activated sludge, and moving-bed biofilm reactor systems, Part I : Semi-empirical model development* Water Environment Research 80 (5), 439-453.

**Sen D., and Randall C.W.** (2008b). *Improved computational model (AQUIFAS) for activated sludge, integrated fixed-film activated sludge, and moving-bed biofilm reactor systems, part II : Multilayer biofilm diffusional model*. Water Environment Research 80 (7), 624-632.

**Sen D., and Randall C.W.** (2008c). *Improved computational model (AQUIFAS) for activated sludge, integrated fixed-film activated sludge, and moving-bed biofilm reactor systems, part III : Analysis and verification* Water Environment Research 80 (7), 633-646.

**Sena H.C.d.** (2011). *Recebimento de lodo de eta em ete por lodo ativado operando com midia plastica no tanque de aeração (MBBR)*, Universidade de Sao Paulo, Sao Paulo.

**Servais P., Barillier A., and Garnier J.** (1995). *Determination of the biodegradable fraction of dissolved and particulate organic carbon in waters*. Annales de Limnologie 31 (1), 75-80.

**Shin D.H., Shin W.S., Kim Y.H., Han M.H., and Choi S.J.** (2006). *Application of a combined process of moving-bed biofilm reactor (MBBR) and chemical coagulation for dyeing wastewater treatment*. Water Science and Technology 54181-189.

**Shore J.L., M'Coy W.S., Gunsch C.K., and Deshusses M.A.** (2010). *Application of a moving bed biofilm reactor for tertiary ammonia removal in high temperature industrial wastewater*. Paper presented at WEFTEC, New Orleans.

**Spanjers H., and Vanrolleghem P.** (1995). *Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge*. Water Science and Technology 31 (2), 105-114.

**Spengel D.B., and Dzombak D.A.** (1992). *Biokinetic modeling and scale-up considerations for rotating biological contactors*. Water Environment Research 64 (3), 223-235.

**Su Y.M., Makinia J., and Pagilla K.R.** (2008). *Estimation of autotrophic maximum specific growth rate constant - Experience from the long-term operation of a laboratory-scale sequencing batch reactor system*. Water Environment Research 80 (4), 355-366.

**Takács I., Bye C.M., Chapman K., Dold P.L., Fairlamb P.M., and Jones R.M.** (2007). *A biofilm model for engineering design*. Water Science & Technology 55 (8-9), 329-336.

**Van Waveren R.H., Groot S., Scholten H., Van Geer F., Wösten H., Koeze R., and Noort J.** (1999). *Handbook Goog Modelling Practice*. STOWA/RWS-RIZA, Lelystad.

**Vanrolleghem P.A., Spanjers H., Petersen B., Ginestet P., and Takacs I.** (1999). *Estimating (combinations of) Activated Sludge Model No. 1 parameters and components by respirometry*. Water Science and Technology 39195-214.

**Vigne E.** (2007). *Etude et modélisation dynamique d'un procédé par biofiltration en nitrification tertiaire*, 450 pp, Université Laval, Québec.

**Vigne E., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., and Lessard P.** (2007). *Toward an operational dynamic model for tertiary nitrification by submerged biofiltration*. Water Science and Technology 55 (8-9), 301-308.

**Vigne E., Choubert J.M., Canler J.P., Héduit A., Sorensen K., and Lessard P.** (2010). *A biofiltration model for tertiary nitrification of municipal wastewaters*. Water Research 44 (15), 4399-4410.

**Villaverde S., García-Encina P.A., and Fdz-Polanco F.** (1997). *Influence of pH over nitrifying biofilm activity in submerged biofilters*. Water Research 31 (5), 1180-1186.

**Viswanathan S., Pham H., Kelly R.F., Redmon D.T., and Fernandes W.** (2008). *Evaluation of Oxygen Transfer Efficiency via Off-gas Testing at Full Scale Integrated Fixed film Activated Sludge Installation*. Paper presented at 81st Annual Water Environment Federation Technical Exhibition and Conference, Chicago.

**Wang R.C., Wen X.H., and Qian Y.** (2005). *Influence of carrier concentration on the performance and microbial characteristics of a suspended carrier biofilm reactor*. Process Biochemistry 40 (9), 2992-3001.

**Wanner O., and Gujer W.** (1985). *Competition in biofilms*. Water Science & Technology 17 (2-3), 27-39.

**Wanner O., and Morgenroth E.** (2004). *Biofilm modeling with AQUASIM*. Water Science & Technology 49 (11-12), 137-144.

**Wanner O., and Reichert P.** (1996). *Mathematical Modeling of Mixed-Culture Biofilms*. Biotechnology and Bioengineering 49 (2), 172-184.

**Williamson K., and McCarty P.L.** (1976). *A model of substrate utilization by bacterial films*. Journal of the Water Pollution Control Federation 48 (1), 9-24.

**Zhu S., and Chen S.** (2002). *The impact of temperature on nitrification rate in fixed film biofilters*. Aquacultural Engineering 26 (4), 221-237.

# **ANNEXES**



# LISTE DES ANNEXES

|                                                                                                                             |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Annexe 1. Photos de biomédias .....                                                                                         | 205 |
| Annexe 2. Le modèle Mantis sous GPS-X 6.0 .....                                                                             | 209 |
| Annexe 3. Calcul des rendements selon les approches .....                                                                   | 213 |
| Annexe 4. Protocole de mesure des performances d'oxygénation des systèmes d'aération<br>par la méthode du bilan gazeux..... | 215 |
| Annexe 5. Traçage hydraulique au sel.....                                                                                   | 221 |
| Annexe 6. Fractionnement de la matière carbonée et azotée des eaux résiduaires urbaines<br>du pilote .....                  | 227 |
| Annexe 7. Calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite (LL).....                                                       | 231 |
| Annexe 8. Vitesse maximale de nitrification.....                                                                            | 235 |



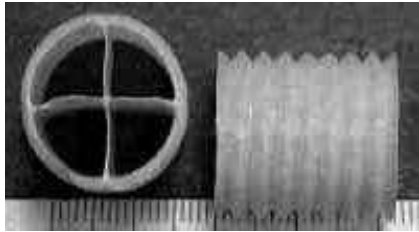
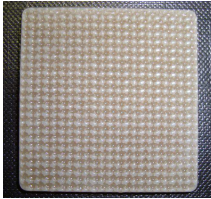
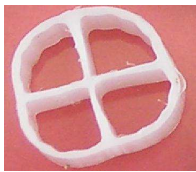
## Annexe 1. Photos de biomédias

Le Tableau 39 rassemble les photos d'une partie des biomédias cités dans le manuscrit ainsi que le nom de leur constructeur et leur densité.

**Tableau 39 : Photos, noms du constructeur et densité d'une partie des biomédias cités dans le manuscrit**

| Constructeur | Nom                         | Densité (kg/L) | Photo                                                                                                                                                                                                                                     |
|--------------|-----------------------------|----------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Véolia       | AnoxKaldnes K1              | 0,96           | <br><a href="http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm">http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm</a>                             |
|              | AnoxKaldnes K3              | 0,96           | <br><a href="http://www.veoliawaterst.com/mbbr/en/carriers.htm">http://www.veoliawaterst.com/mbbr/en/carriers.htm</a>                                   |
|              | AnoxKaldnes BiofilmChip (M) | 0,96           | <br><a href="http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm">http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm</a>                           |
|              | AnoxKaldnes BiofilmChip (P) | 0,96           | <br><a href="http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm">http://www.veoliawaterst.com/kaldnes/en/carriers.htm</a>                           |
|              | AnoxKaldnes Natrrix C2      | 0,96           | <br><a href="http://www.bioered.se/dokument/bibliotek/dokument/NP_engelska.pdf">http://www.bioered.se/dokument/bibliotek/dokument/NP_engelska.pdf</a> |
|              | AnoxKaldnes Natrrix M2      | 0,96           |                                                                                                                                                       |

|                             |                |      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
|-----------------------------|----------------|------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Headworks<br>BIO            | ActiveCell 450 | 0,95 | <br><a href="http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx">http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx</a>                                                                                             |
|                             | ActiveCell 515 | 0,95 | <br><a href="http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx">http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx</a>                                                                                             |
|                             | ActiveCell 920 | 0,96 | <br><a href="http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx">http://www.headworksusa.com/biological-wastewater-treatment/IFAS.aspx</a>                                                                                             |
| Aqwise                      | ABC4           | 0,96 | <br><a href="http://www.aqwise.com/UserFiles/File/Aquize/PDF%20files/Papares%20&amp;%20Abstracts/Nutrient%20removal.pdf">http://www.aqwise.com/UserFiles/File/Aquize/PDF%20files/Papares%20&amp;%20Abstracts/Nutrient%20removal.pdf</a>                  |
|                             | ABC5           | 0,95 | <br><a href="http://www.aqwise.com/UserFiles/File/aquize/PDF%20files/2%20Case%20Studies%20at%20World%20Water%20March%202010.pdf">http://www.aqwise.com/UserFiles/File/aquize/PDF%20files/2%20Case%20Studies%20at%20World%20Water%20March%202010.pdf</a> |
| Entex<br>Technologies, Inc. | Bioportz       | 0,96 | <br><a href="http://www.edaenv.ca/_mndata/edalt/uploaded_files/BioPortz.pdf">http://www.edaenv.ca/_mndata/edalt/uploaded_files/BioPortz.pdf</a>                                                                                                         |
| Biowater<br>Technology      | BWT15          | 0,96 | <br><a href="http://www.biowatertechnology.com/en/index.php?mod=pages&amp;id=147">http://www.biowatertechnology.com/en/index.php?mod=pages&amp;id=147</a>                                                                                               |

|                     |                  |       |                                                                                                                                                                                                                                             |
|---------------------|------------------|-------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                     | BWTX             | 0,95  | <br><a href="http://www.biowatertechnology.com/en/index.php?mod=pages&amp;id=148">http://www.biowatertechnology.com/en/index.php?mod=pages&amp;id=148</a> |
| USF Italia          | Flocor RMP-HSP   | 0,94  |                                                                                                                                                           |
| Vinci Environnement | BMJ40            | 0,96  |                                                                                                                                                           |
|                     | BMX2             | 0,96  |                                                                                                                                                          |
|                     | BMX1             | 0,96  |                                                                                                                                                         |
| Degrémont           | Meteor IFAS/MBBR | 0,95  | <br><a href="http://www.degremont-technologies.com/IMG/pdf/4p_METEOR-sz.pdf">http://www.degremont-technologies.com/IMG/pdf/4p_METEOR-sz.pdf</a>         |
| Kuraray, Japon      | PVA-gel          | 1,025 |                                                                                                                                                         |



## Annexe 2. Le modèle Mantis sous GPS-X 6.0

Le modèle Mantis de GPS-X possède 14 variables d'état, définies de la manière suivante :

- §  $S_I$  : matière organique soluble non biodégradable ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $S_S$  : matière organique soluble facilement biodégradable ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_I$  : matière organique particulaire non biodégradable ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_S$  : matière organique particulaire lentement biodégradable ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_{BH}$  : biomasse hétérotrophe active ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_{BA}$  : biomasse autotrophe active ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_U$  : matière non biodégradable issu du décès de la biomasse active ( $\text{gDCO}/\text{m}^3$ )
- §  $X_{nd}$  : azote organique particulaire biodégradable ( $\text{gN}/\text{m}^3$ )
- §  $S_o$  : oxygène ( $\text{gO}_2/\text{m}^3$ )
- §  $S_{no}$  : azote nitrique et nitreux ( $\text{gN}/\text{m}^3$ )
- §  $S_{nn}$  : diazote ( $\text{gN}/\text{m}^3$ )
- §  $S_{nh}$  : azote ammoniacal ( $\text{gN}/\text{m}^3$ )
- §  $S_{nd}$  : azote organique soluble biodégradable ( $\text{gN}/\text{m}^3$ )
- §  $S_{alk}$  : alcalinité ( $\text{mole}/\text{m}^3$ )

Les variables composites, composées des variables d'état, sont définies de la façon suivante :

$$\text{DCO}_{\text{totale}} = S_I + S_S + X_I + X_S + X_{BH} + X_{BA} + X_U$$

$$\text{DBO}_{\text{ultime}} = S_S + X_S + X_{BH} + X_{BA}$$

$$\text{Nk} = S_{nh} + X_{nh} + S_{nd} + \text{ibhn} \times (X_{BH} + X_{BA}) + \text{fuh} \times (X_I + X_U)$$

Ces variables d'état varient dans le temps, notamment en raison des conversions biologiques qui agissent sur elles. Ces conversions biologiques sont au nombre de 10 dans le modèle et regroupent :

- § La croissance hétérotrophe aérobie sur  $S_S$ , avec assimilation de  $S_{nh}$ .  
L'oxygène joue le rôle d'accepteur d'électrons (processus 1)

- § La croissance hétérotrophe anoxie sur  $S_s$ , avec assimilation de l'azote ammoniacal. L'azote nitrique et nitreux jouent le rôle d'accepteur d'électrons (processus 2)
- § La croissance hétérotrophe aérobie sur  $S_s$ , avec assimilation de l'azote nitrique et nitreux. L'oxygène joue le rôle d'accepteur d'électrons (processus 3)
- § La croissance hétérotrophe anoxie sur  $S_s$ . L'azote nitrique et nitreux jouent le rôle d'accepteur d'électrons (processus 4)
- § Le décès hétérotrophe (processus 5)
- § L'hydrolyse de la matière organique particulaire lentement biodégradable (processus 6)
- § L'hydrolyse de l'azote organique particulaire biodégradable (processus 7)
- § Ammonification de l'azote organique soluble biodégradable (processus 8)
- § La croissance autotrophe aérobie (processus 9)
- § Le décès autotrophe (processus 10)

Enfin ces processus sont régis par 8 coefficients stœchiométriques et 16 coefficients cinétiques (Tableau 40).

**Tableau 40 : Coefficients stoechiométriques et cinétiques du modèle Mantis**

| Coefficients stœchiométriques                                                                                | Coefficients cinétiques                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $Y_H$ : rendement hétérotrophe<br>$ib_{hn}$ : contenu en azote de la biomasse hétérotrophe active            | $\mu_{H,max}$ : taux maximum de croissance hétérotrophe<br>$K_{SH}$ : coefficient de demi-saturation du substrat facilement biodégradable<br>$K_{OH}$ : coefficient de demi-saturation de l'oxygène pour la croissance hétérotrophe aérobie<br>$K_{NH}$ : coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal pour la croissance hétérotrophe aérobie<br>$\zeta_g$ : coefficient de réduction de la croissance hétérotrophe en anoxie<br>$K_{AD}$ : coefficient de demi-saturation de l'oxygène en anoxie<br>$K_{NO}$ : coefficient de demi-saturation de l'azote nitrique et nitreux |
| $f_{uh}$ : fraction endogène hétérotrophe<br>$iu_{hn}$ : contenu en azote de la biomasse hétérotrophe inerte | $b_H$ : taux de décès hétérotrophe<br><br>$k_H$ : taux maximum spécifique d'hydrolyse<br>$K_X$ : coefficient de demi-saturation du substrat lentement biodégradable<br>$\zeta_H$ : coefficient de réduction de l'hydrolyse en anoxie<br>$k_a$ : vitesse d'ammonification                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
| $Y_A$ : rendement autotrophe<br>$ib_{an}$ : contenu en azote de la biomasse autotrophe active                | $\mu_{A,max}$ : taux maximum de croissance autotrophe<br>$K_{NA}$ : coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal pour la croissance autotrophe aérobie<br>$K_{OA}$ : coefficient de demi-saturation de l'oxygène de la croissance autotrophe aérobie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| $f_{ua}$ : fraction endogène autotrophe<br>$iu_{an}$ : contenu en azote de la biomasse autotrophe inerte     | $b_A$ : taux de décès autotrophe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |

Le modèle Mantis peut être représenté sous la forme d'une matrice de Petersen.

Tableau 41 : Matrice de Petersen du modèle Mantis

| Component |                                                                       | <i>MANTIS IN CNLIB</i> |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                | Process rate, $\rho_j$                                                                                                                                                                                                |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------|------------------------|------------------|------------|------------|---------------|---------------|------------|----------------------------------------------------|------------|---------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>j</i>  | Process                                                               | 1<br>$S_I$             | 2<br>$S_S$       | 3<br>$X_I$ | 4<br>$X_S$ | 5<br>$X_{BH}$ | 6<br>$X_{BA}$ | 7<br>$X_U$ | 8<br>$X_{ND}$                                      | 9<br>$S_O$ | 10<br>$S_{NO}$            | 11<br>$S_{NN}$ | 12<br>$S_{NH}$ | 13<br>$S_{ND}$ | 14<br>$S_{ALK}$                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
| 1         | Aerobic growth heterotrophs on ss with sub                            |                        | $\frac{-1}{Y_H}$ |            |            | 1             |               |            | $\frac{-(1-Y_H)}{Y_H}$                             |            |                           |                | $-ibhn$        |                | $\frac{-ibhn}{14}$                                             | $i_H \left( \frac{S_S}{K_{SH} + S_S} \right) \left( \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) \left( \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) X_{BH}$                                                                            |
| 2         | Anoxic growth of heterotrophs on ss with sub                          |                        | $\frac{-1}{Y_H}$ |            |            | 1             |               |            | $\frac{-(1-Y_H)}{2.86Y_H}$                         |            | $\frac{(1-Y_H)}{2.86Y_H}$ |                | $-ibhn$        |                | $\frac{-ibhn}{14} + \frac{(1-Y_H)}{(14 \cdot 2.86 \cdot Y_H)}$ | $etg \cdot i_H \left( \frac{S_S}{K_{SH} + S_S} \right) \left( \frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left( \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left( \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) X_{BH}$                 |
| 3         | Aerobic growth of heterotrophs on ss with sno                         |                        | $\frac{-1}{Y_H}$ |            |            | 1             |               |            | $\frac{-(1-Y_H)}{Y_H}$                             |            | $-ibhn$                   |                |                |                | $\frac{-ibhn}{14}$                                             | $i_H \left( \frac{S_S}{K_{SH} + S_S} \right) \left( \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) \left( \frac{K_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left( \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) X_{BH}$                              |
| 4         | Anoxic growth of heterotrophs on ss with sno                          |                        | $\frac{-1}{Y_H}$ |            |            | 1             |               |            | $\frac{-(1-Y_H)}{(2.86 \cdot Y_H)}$                |            | $\frac{(1-Y_H)}{2.86Y_H}$ |                |                |                | $\frac{-ibhn}{14} + \frac{(1-Y_H)}{(14 \cdot 2.86 \cdot Y_H)}$ | $etg \cdot i_H \left( \frac{S_S}{K_{SH} + S_S} \right) \left( \frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left( \frac{K_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left( \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) X_{BH}$                 |
| 5         | Decay of heterotrophs                                                 |                        |                  |            | $1-f_{UH}$ | -1            |               | $f_{UH}$   | $\frac{ibhn-f_{UH} \cdot ibhn}{f_{UH} \cdot ibhn}$ |            |                           |                |                |                |                                                                | $b_H \cdot X_{BH}$                                                                                                                                                                                                    |
| 6         | Hydrolysis of entrapped organics                                      |                        | 1                |            | -1         |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                | $k_H \left( \frac{X_U/X_{BH}}{K_E + X_U/X_{BH}} \right) \left( \left( \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) + etg \left( \frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \right) \left( \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \right) X_{BH}$ |
| 7         | Hydrolysis of entrapped organic nitrogen                              |                        |                  |            |            |               |               |            | -1                                                 |            |                           |                |                | 1              |                                                                | $r6 \cdot \left( \frac{X_{ND}}{X_S} \right)$                                                                                                                                                                          |
| 8         | Ammonification of soluble organic nitrogen                            |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                | 1              | -1             | 1/14                                                           | $k_A \cdot S_{ND} \cdot X_{BH}$                                                                                                                                                                                       |
| 9         | Growth of autotrophs                                                  |                        |                  |            |            |               | 1             |            | $\frac{-(4.57-Y_A)}{Y_A}$                          |            | $\frac{1}{Y_A}$           |                | $-iban$        |                | $\frac{-iban}{14} - \frac{1}{Y_A \cdot 7}$                     | $i_A \left( \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left( \frac{S_{NN}}{K_{NN} + S_{NN}} \right) \left( \frac{S_O}{K_{OA} + S_O} \right) X_{BA}$                                                                      |
| 10        | Decay of autotrophs                                                   |                        |                  |            | $1-f_{UA}$ |               | -1            | $f_{UA}$   | $\frac{iban-f_{UA} \cdot iban}{f_{UA} \cdot iban}$ |            |                           |                |                |                |                                                                | $b_A \cdot X_{BA}$                                                                                                                                                                                                    |
|           | Soluble inert organics (g COD m <sup>-3</sup> )                       |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Readily biodegradable soluble substrate (g COD m <sup>-3</sup> )      |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Particulate inert organics (g COD m <sup>-3</sup> )                   |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Slowly biodegradable particulate substrate (g COD m <sup>-3</sup> )   |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Active heterotrophic biomass (g COD m <sup>-3</sup> )                 |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Active autotrophic biomass (g COD m <sup>-3</sup> )                   |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Unbiodegradable particulates from cell decay (g COD m <sup>-3</sup> ) |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Particulate biodegradable organic nitrogen (g N m <sup>-3</sup> )     |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Oxygen (g (-COD) m <sup>-3</sup> )                                    |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Nitrate and nitrite nitrogen (g N m <sup>-3</sup> )                   |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Dinitrogen (g N m <sup>-3</sup> )                                     |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Ammonia nitrogen (g N m <sup>-3</sup> )                               |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Soluble biodegradable organic nitrogen                                |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |
|           | Alkalinity (mole m <sup>-3</sup> )                                    |                        |                  |            |            |               |               |            |                                                    |            |                           |                |                |                |                                                                |                                                                                                                                                                                                                       |

## **Annexe 3. Calcul des rendements selon les approches**

### **Calcul du rendement pour l'approche 1 et le BMX2**

Pour la période étudiée, la valeur moyenne de  $\text{DBO}_5$  en entrée du réacteur C est de 145  $\text{mgO}_2/\text{L}$ . Un rendement de 92% étant attendu, une  $\text{DBO}_5$  maximum de 12  $\text{mgO}_2/\text{L}$  est attendue en sortie.

Cette DBO est composée d'une fraction particulaire et d'une fraction soluble. On fait l'hypothèse d'une concentration de 15  $\text{mgMeS}/\text{L}$  en sortie. Les MeS titrant 0,5 en  $\text{DBO}_5$ , la fraction particulaire de la DBO équivaut à  $15 \times 0,5 = 7,5$  et la fraction soluble de la DBO vaut  $12 - 15 \times 0,5 = 4,5$ .

Pour l'approche 1, seule la fraction soluble de la DCO est étudiée en sortie du réacteur C. En faisant l'hypothèse d'un ratio  $\text{DBO}_5 / \text{DBO}_{\text{ultime}}$  de 0,66, la fraction de DCO soluble biodégradable attendue en sortie équivaut à 7  $\text{mgDCO}/\text{L}$ . À cela, la fraction soluble non biodégradable de la DCO s'ajoute au bilan en sortie du réacteur C et est estimée à 30  $\text{mgDCO}/\text{L}$ .

Au final, une concentration maximale de  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  de 37  $\text{mgDCO}/\text{L}$  est attendue en sortie du réacteur C. La concentration moyenne de  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  en entrée du réacteur étant de 380  $\text{mgDCO}/\text{L}$ , le rendement attendu vaut 90%.

### **Calcul du rendement pour l'approche 2 et le BMX2**

Le rendement visé pour le traitement de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  correspond à la dégradation de la totalité de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  biodégradable. On fait l'hypothèse que la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  non biodégradable équivaut à 30  $\text{mgDCO}/\text{L}$ . La concentration moyenne de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  en entrée pendant la période étudiée étant de 128  $\text{mgDCO}/\text{L}$ , le rendement visé devient 77%.

### **Calcul du rendement pour l'approche 1 et le BMX1**

Pour la période étudiée, la valeur moyenne de  $\text{DBO}_5$  en entrée du réacteur C est de  $133 \text{ mgO}_2/\text{L}$ . Un rendement de 92% étant attendu, une  $\text{DBO}_5$  maximum de  $11 \text{ mg O}_2/\text{L}$  est attendue en sortie.

Cette DBO est composée d'une fraction particulaire et d'une fraction soluble. On fait l'hypothèse d'une concentration de  $15 \text{ mgMeS/L}$  en sortie. Les MeS titrant 0,5 en  $\text{DBO}_5$ , la fraction particulaire de la DBO équivaut à  $15 \times 0,5 = 7,5$  et la fraction soluble de la DBO vaut  $11 - 15 \times 0,5 = 3,5$ .

Pour l'approche 1, seule la fraction soluble de la DCO est étudiée en sortie du réacteur C. En faisant l'hypothèse d'un ratio  $\text{DBO}_5 / \text{DBO}_{\text{ultime}}$  de 0,66, la fraction de DCO soluble biodégradable attendue en sortie équivaut à  $5 \text{ mgDCO/L}$ . À cela, la fraction soluble non biodégradable de la DCO s'ajoute au bilan en sortie du réacteur C et est estimée à  $30 \text{ mgDCO/L}$ .

Au final, une concentration maximale de  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  de  $35 \text{ mgDCO/L}$  est attendue en sortie du réacteur C. La concentration moyenne de  $\text{DCO}_{\text{totale}}$  en entrée du réacteur étant de  $390 \text{ mgDCO/L}$ , le rendement attendu vaut 91%.

### **Calcul du rendement pour l'approche 2 et le BMX1**

Le rendement visé pour le traitement de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  correspond à la dégradation de la totalité de la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  biodégradable. On fait l'hypothèse que la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  non biodégradable équivaut à  $30 \text{ mgDCO/L}$ . La concentration moyenne de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  en entrée pendant la période étudiée étant de  $105 \text{ mgDCO/L}$ , le rendement visé devient 71%.

## **Annexe 4. Protocole de mesure des performances d'oxygénation des systèmes d'aération par la méthode du bilan gazeux**

### **Méthode du bilan gazeux**

#### *Principe*

La méthode du bilan gazeux repose sur un bilan matière appliqué à l'oxygène traversant le bassin d'aération. En régime permanent, la quantité d'oxygène transférée de la phase gazeuse à la phase liquide est égale à la différence entre les quantités entrant et sortant du bassin.

#### *Détermination du rendement d'oxygénation*

Le bassin d'aération ne pouvant pas être entièrement recouvert pour collecter la totalité des gaz de sortie, les gaz issus du bassin sont échantillonnés en différents points du bassin à l'aide de collecteurs de gaz.

#### § Rendement d'oxygénation local

La méthode du bilan gazeux permet de déterminer l'un des critères caractérisant les performances des dispositifs d'insufflation d'air : le rendement d'oxygénation (RO'), qui, par définition, s'écrit :

$$RO' = \frac{\text{masse d'oxygène transférée}}{\text{masse d'oxygène injectée}}$$

Le rendement d'oxygénation local, mesuré au point i, s'exprime à partir des fractions molaires en oxygène contenu dans l'air insufflé et dans le gaz issu du bassin, selon l'équation 2 [on suppose que les gaz inertes (azote, argon) n'influencent pas le processus de dissolution de l'oxygène et que la dénitrification est négligeable] :

$$RO'_i = 1 - \frac{y_s(1 - y_e)}{y_e(1 - y_s)}$$

Il suffit donc de mesurer la teneur en oxygène du gaz issu du bassin ( $y_s$ ), dépourvu de dioxyde de carbone et de vapeur d'eau. La fraction molaire de l'oxygène contenu dans l'air insufflé est supposé constante et égale à  $y_e = 0.2095$ .

### § Expression des rendements d'oxygénation locaux dans les conditions standards

Les rendements locaux obtenus ( $RO'_i$ ) sont déterminés à la concentration en oxygène dissous du milieu ( $C$ ), à la température ( $T$ ) et la pression ( $P+\Delta P$ ) de l'essai. Ils sont ramenés aux conditions standard ( $RO'_{i,St}$ ), définies de la manière suivante :  $T_0 = 20\text{ °C}$  (température de l'eau),  $P_0 = 1013\text{ hPa}$ ,  $C = 0\text{ mg/L}$  (concentration d'oxygène dissous). Le passage des conditions opératoires aux conditions standard se fait selon l'expression :

$$RO'_{i,St} = RO'_i \cdot e^{(20-T) \frac{C_{B(20, 1013+\Delta P)}^*}{C_{B(T, P+\Delta P)}^* - C}}$$

avec :

$RO'_{i,St}$  : rendement d'oxygénation local, exprimé dans les conditions standard, au point de mesure  $i$  (%)

$RO'_i$  : rendement d'oxygénation local dans les conditions de l'essai, au point de mesure  $i$  (%)

$C_{B(T, P+\Delta P)}^*$  : concentration d'oxygène à saturation à la température de l'eau  $T$ , la pression atmosphérique  $P$ , la surpression due à la colonne d'eau  $\Delta P$

$C_{B(20, 1013+\Delta P)}^*$  : concentration d'oxygène à saturation à  $20\text{ °C}$ , la pression atmosphérique  $1013\text{ hPa}$ , la surpression due à la colonne d'eau  $\Delta P$

$\theta$  : facteur de correction de température,  $\theta = 1,024$  (-)

$C$  : concentration en oxygène dissous dans les boues (mg/L)

Des sondes à oxygène placées dans les boues sous les collecteurs à différentes hauteurs permettent de mesurer la concentration en oxygène dissous  $C$ . Les rendements d'oxygénation standard locaux peuvent être ramenés à la profondeur d'immersion des diffuseurs et exprimés en %/m.

## § Rendement d'oxygénation standard global

Le rendement d'oxygénation standard global du système d'aération ( $RO'_{st}$ ) est obtenu en pondérant les rendements locaux obtenus aux différents points de mesure par les débits de gaz collecté.

$$RO'_{st} = \frac{\sum_{i=1}^n RO'_{i,st} q_{si}}{\sum_{i=1}^n q_{si}}$$

avec :

$RO'_{i,st}$  : rendement d'oxygénation local exprimé dans les conditions standard, au point de mesure  $i$  (%)

$q_{si}$  : débit d'air recueilli au point de mesure  $i$

Le rendement d'oxygénation standard global peut également être ramené à la profondeur d'immersion des diffuseurs et exprimé en «%/m», pour donner le rendement d'oxygénation spécifique standard.

Détermination du coefficient de transfert d'oxygène

Le coefficient de transfert d'oxygène  $k_L a'_{20}$  est déduit du rendement d'oxygénation standard selon la relation :

$$RO'_{st} = \frac{k_L a'_{20} C_{B(20,1013+\ddot{A}P)}^* V}{m_e} \quad \text{Soit :}$$

$$k_L a'_{20} = \frac{RO'_{st} \cdot m_e}{C_{B(20,1013+\ddot{A}P)}^* \cdot V}$$

avec :

$RO'_{st}$  : rendement d'oxygénation global du bassin exprimé dans les conditions standard (%)

$m_e$  : quantité d'oxygène insufflé ( $kgO_2/h$ )

$V$  : volume de liquide ( $m^3$ )

## **Appareils de mesure**

### **Collecteurs de gaz**

Les gaz issus du bassin sont recueillis par 2 collecteurs en bois et polystyrène de 2 m<sup>2</sup> de surface, munis d'un orifice de sortie de 25 mm de diamètre. Sous cet orifice est placé un "piège à mousses" (disque en PVC) obstruant le passage aux mousses éventuellement présentes à la surface du bassin. Le schéma du dispositif est présenté sur la Figure 63.



**Figure 63a : Collecteur de gaz (2 m<sup>2</sup>)**



**Figure 1b : Analyseur de gaz**

### **Unité d'analyse de l'oxygène gazeux**

La teneur en oxygène des gaz et le débit sous le collecteur sont mesurés à l'aide de l'Analyseur Ewing Mark V (cf. Figure 1b), muni d'une sonde à oxygène polarographique (Microfuel cell Teledyne Analytical Instruments, class B1). La vapeur d'eau et le dioxyde de carbone sont extraits des gaz avant analyse. Une vanne quatre voies permet de faire circuler alternativement dans la cellule de mesure l'air insufflé (air ambiant) et le gaz issu du chenal.

### **Source d'aspiration**

Les gaz sont acheminés du collecteur à l'analyseur à l'aide d'un aspirateur, par l'intermédiaire d'un tuyau de 25 mm de diamètre intérieur.

### Oxymètres

L'oxygène dissous dans le chenal est déterminé à l'aide de 2 ou 3 sondes à oxygène (YSI) réparties sur la hauteur et placées sous le collecteur, étalonnées hors du bassin en deux points : une valeur nulle (sonde plongée dans une solution de sulfite de sodium) et une valeur à saturation à une température proche de celle du bassin d'aération.

### Mesure du débit d'air

Le débit d'air total insufflé est mesuré sur la conduite principale d'alimentation en air, et idéalement sur les conduites d'alimentation des différents modules de diffuseurs.

### Position des points de mesure

La méthode est mise en œuvre selon les règles d'échantillonnage établies par Gillot (1997) :

- § échantillonnage complet d'un à deux modules de diffuseurs afin de déterminer le nombre de points d'échantillonnage minimum à mettre en œuvre par module
- § échantillonnage de tous les modules de diffuseurs

L'efficacité du transfert est donc déterminée pour chacun des modules de diffuseurs et la valeur globale est calculée en pondérant ces valeurs par les débits de gaz issus de chacun des modules.



## Annexe 5. Traçage hydraulique au sel

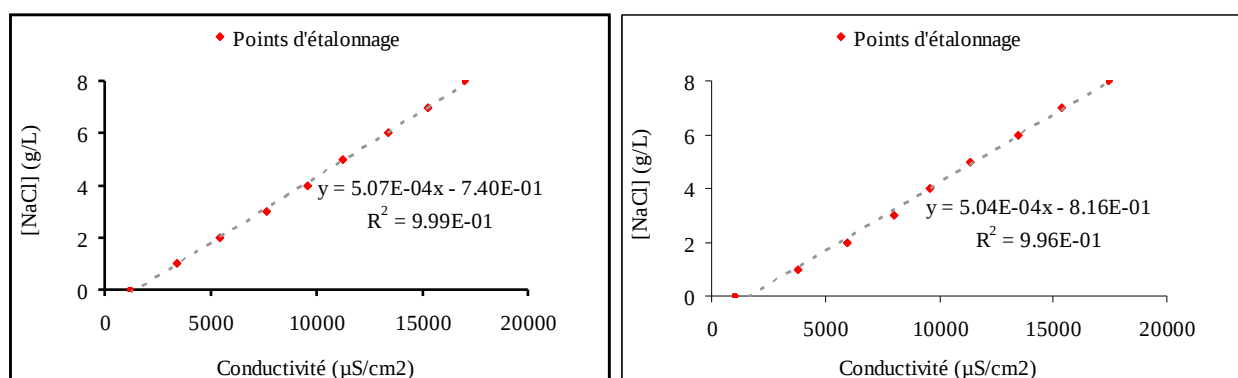
### Étalonnage

Dans le cas des eaux traitées du réacteur C et N, un étalonnage a été réalisé pour les concentrations en sel de 0 à 8 mgNaCl/L, tous les 1 gNaCl/L. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 42 :

**Tableau 42 : Conductivité en fonction de la concentration en sel**

| Concentration en gNaCl/L | Conductivité en $\mu\text{S}/\text{cm}^2$<br>Réacteur C | Conductivité en $\mu\text{S}/\text{cm}^2$<br>Réacteur N |
|--------------------------|---------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| 0                        | 1198                                                    | 1000                                                    |
| 1                        | 3430                                                    | 3800                                                    |
| 2                        | 5420                                                    | 5980                                                    |
| 3                        | 7650                                                    | 8040                                                    |
| 4                        | 9560                                                    | 9590                                                    |
| 5                        | 11260                                                   | 11360                                                   |
| 6                        | 13440                                                   | 13500                                                   |
| 7                        | 15240                                                   | 15350                                                   |
| 8                        | 17000                                                   | 17410                                                   |

À partir de ces mesures, des courbes d'étalonnage peuvent être construites et une régression linéaire permet de lier la conductivité mesurée pendant la manipulation et la concentration en sel. Les courbes d'étalonnage obtenues dans le réacteur C et N sont illustrées à la Figure 64.



**Figure 64 : Courbes d'étalonnage obtenues pour le réacteur C (à gauche) et N (à droite)**

Les courbes d'étalonnage retenues sont :

$[\text{NaCl}] = 5,06 \cdot 10^{-4} \times \sigma - 7,4 \cdot 10^{-1}$  pour le réacteur C, et

$[\text{NaCl}] = 5,04 \cdot 10^{-4} \times \sigma - 8,2 \cdot 10^{-1}$  pour le réacteur N

Avec  $[\text{NaCl}]$  la concentration de sel en gNaCl/L et  $\sigma$  la conductivité mesurée dans le réacteur en  $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ .

#### Calcul de la masse de sel à introduire

Afin de ne pas dépasser la gamme de mesure du conductimètre (0 - 20 000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ), la masse de sel à introduire a été déterminée afin que le pic soit environ égal à 10 000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Le volume d'eau étant estimé à 1450 L et 1012 L pour les réacteurs C et N, les masses introduites sont :

$\text{NaCl} = (5,06 \cdot 10^{-4} \times 10\,000 - 7,4 \cdot 10^{-1}) \times 1450 = 6,2 \text{ kgNaCl}$  pour le réacteur C, et

$\text{NaCl} = (5,04 \cdot 10^{-4} \times 10\,000 - 8,2 \cdot 10^{-1}) \times 1012 = 4,2 \text{ kgNaCl}$  pour le réacteur N

#### Détermination du volume d'eau dans lequel les masses de sel doivent être dissoutes avant introduction dans les réacteurs

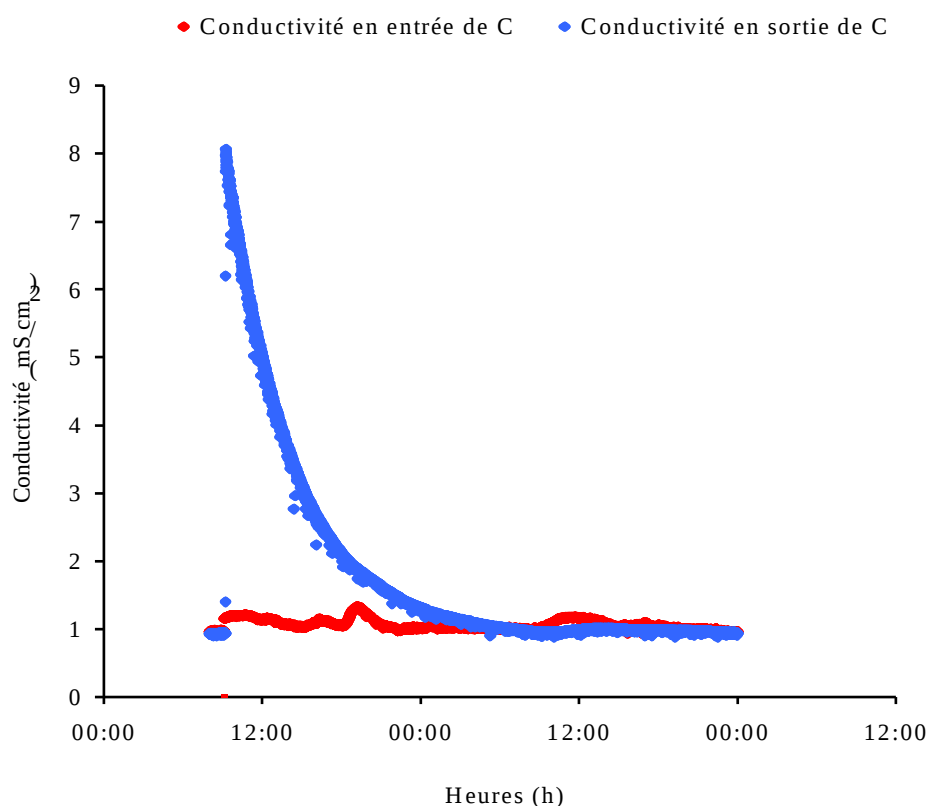
Cette masse solide ne peut être introduite telle quelle dans le réacteur. En effet, la dissolution d'une telle masse n'est pas instantanée. Or le protocole exige une introduction instantanée. Connaissant la limite de solubilité du NaCl (400 g/L), les masses de sel doivent être dissoute au préalable dans :

$V_C = 6,2 \times 1000 / 400 = 15,7 \text{ L}$  pour la masse de sel destinée au réacteur C, et

$V_N = 4,2 \times 1000 / 400 = 10,7 \text{ L}$  pour la masse de sel destinée au réacteur N

La manipulation est réalisée à débit constant (450 L/h). Avant introduction de la masse de sel, la conductivité est mesurée. Au moment où est réalisée l'introduction du sel à l'entrée du réacteur, la manipulation débute et le relevage de l'heure indiquée par la sonde de conductivité doit être fait. La mesure de la conductivité doit durer 2 - 3 temps de séjour hydraulique afin que la totalité de la masse introduite puisse être récupérée en sortie. La Figure

65 représente la conductivité mesurée en entrée et en sortie du réacteur C pendant toute la durée de la manipulation.



**Figure 65 : Conductivité mesurée en entrée et en sortie du réacteur**

### Traitement mathématique des données

En premier lieu, la masse de sel récupérée est à estimer de la façon suivante :

$$M_{\text{récupérée}} = \sum C(t) \cdot Q(t) \cdot dt$$

Avec  $C(t)$  la concentration de sel en gNaCl/L,  $Q(t)$  le débit d'eau en L/min, et  $dt$  le pas de temps du conductimètre en min. L'intégration de la masse estimée en sortie pendant toute la durée de la manipulation donne la masse récupérée. Si celle-ci est supérieure à 90% de la masse introduite, on fait l'hypothèse qu'il n'y pas eu de stockage de sel dans de possibles zones mortes. L'écart de 10% est attribué à la différence de conductivité de base entre le moment où l'étalonnage est fait et le moment où la manipulation est réalisée. L'exploitation des données peut donc être faite.

La théorie de la distribution des temps de séjour (DTS) permet de définir le nombre  $J$  de réacteurs en série complètement mélangés décrivant le mieux le comportement hydraulique du réacteur testé. La courbe modélisée  $E(\theta)_J$  est définie de la manière suivante :

$$E(\theta)_J = \frac{J^J}{(J-1)!} \cdot \theta^{J-1} \cdot e^{-J\theta}$$

Avec  $\theta$ , une variable adimensionnelle déterminée de la façon suivante :

$$\theta = \frac{t}{HRT_{théo}}$$

Où  $t$  est le temps en min, et  $HRT_{théo}$  est le temps de séjour hydraulique estimé comme le rapport entre le volume d'eau liquide et le débit d'eau. La courbe  $E(\theta)_J$  est comparée à la courbe expérimentale  $E(\theta)$  construite à partir des mesures de conductivité :

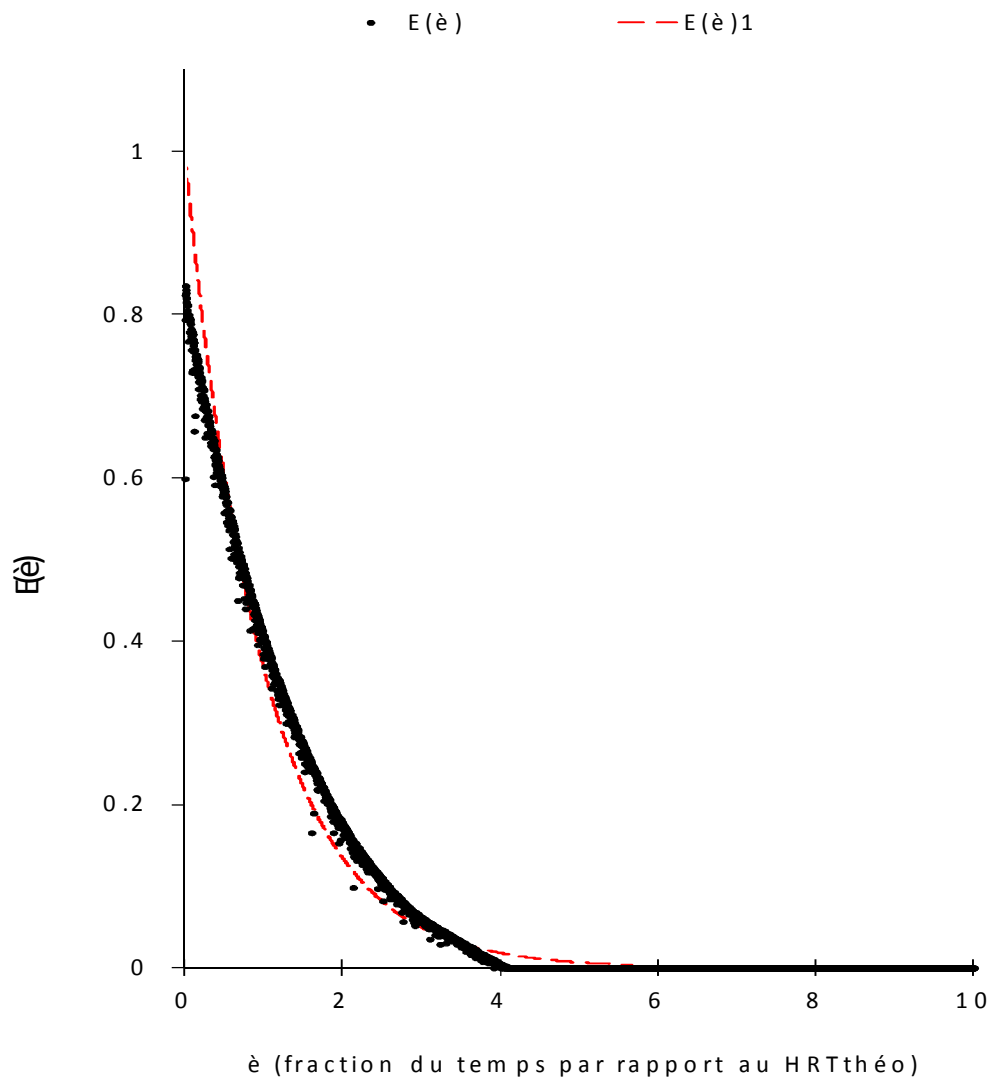
$$E(\theta) = HRT_{théo} \times \frac{C(t)}{\sum C(t) \cdot dt}$$

La théorie de la distribution des temps de séjour (DTS) permet également de définir le temps de séjour expérimental. Celui-ci est calculé de la manière suivante :

$$HRT_{exp} = \sum t \cdot E(t) \cdot dt$$

L'égalité de  $HRT_{exp}$  et  $HRT_{théo}$  permet de confirmer le volume liquide estimé.

L'exemple des résultats du traitement mathématiques des données issues du traçage du réacteur C sont illustrés à la Figure 66.



**Figure 66 : Courbes DTS et expérimentale déduites du traçage au sel du réacteur C**



## Annexe 6. Fractionnement de la matière carbonée et azotée des eaux résiduaires urbaines du pilote

### Fractionnement de la matière carbonée

Le modèle MBBR choisit pour la modélisation, fractionne la matière carbonée de la façon suivante :

$$DCO_{totale} = DCO_{particulaire} + DCO_{filtrée} = (X_S + X_I + X_{BH} + X_{BA} + X_U) + (S_S + S_I)$$

- §  $S_S$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la matière organique soluble facilement biodégradable
- §  $S_I$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la matière organique soluble non biodégradable
- §  $X_S$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la matière organique particulaire lentement biodégradable
- §  $X_I$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la matière organique particulaire non biodégradable
- §  $X_{BH}$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la biomasse hétérotrophe
- §  $X_{BA}$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : la biomasse autotrophe
- §  $X_U$  (gDCO/m<sup>3</sup>) : fraction non biodégradable des particules issues du décès de la biomasse

Dans le cas de mon étude, la biomasse vivante entrante est considérée nulle car négligeable devant les autres fractions de la matière organique. En effet l'effluent d'entrée représente l'effluent brut de Fontaines/Saône après dégrilleur, déssableur et déshuileur. En conséquence, la fraction non biodégradable des particules issues du décès de la biomasse est négligeable. Ainsi, la matière organique de l'effluent d'entrée est divisée de la façon suivante à :

$$DCO_{totale} = X_S + X_I + S_S + S_I$$

### La matière organique soluble non biodégradable, $S_I$

Il est considéré qu'en sortie de filière, la  $DCO_{filtrée}$  correspond à la matière organique soluble non biodégradable. En effet, toute la matière organique soluble facilement biodégradable est considérée comme consommée. Une mesure de DCO (méthode AFNOR - NF T 90-101) sur un échantillon filtré (0,7 µm) est donc réalisée.

La valeur de 30 mgDCO/L représente une limite inférieure en-deçà de laquelle l'erreur analytique est supérieure ou égale à 50%. Ainsi, la matière organique soluble non biodégradable peut-être surestimée.

La matière organique soluble facilement biodégradable,  $S_s$

La matière organique soluble facilement biodégradable représente la seconde fraction de la DCO<sub>filtrée</sub>. Ainsi, une mesure de DCO est réalisée sur un échantillon filtré à 0,7 µm en entrée de filière. En retranchant la fraction non biodégradable déterminée précédemment, la fraction facilement biodégradable est estimée.

En raison de la limite analytique citée précédemment, la matière organique soluble facilement biodégradable peut être sous-estimée.

La matière organique particulaire lentement biodégradable,  $X_s$

Une mesure de DBO est réalisée sur un échantillon prélevé en entrée de filière pendant 21 jours (Figure 67). Pour cela, après avoir injecté quelques gouttes d'ATU pour inhiber la nitrification, l'échantillon est placé dans l'oxytop. Cet appareil mesure la DBO par le suivi de la dépression induite par la disparition de l'oxygène. L'estimation régulière (~ 1 heure) de la DBO permet de s'apercevoir que celle-ci atteint un palier à partir d'une trentaine de jours.

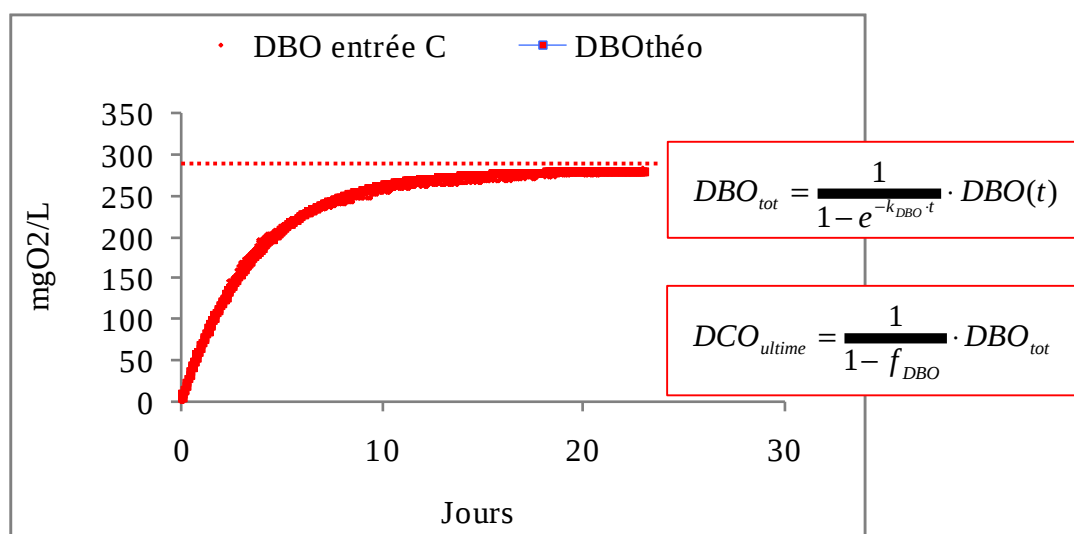


Figure 67 : Suivi de la DBO par oxytop en vue du fractionnement de la matière organique

L'estimation de  $k_{DBO}$  et de  $DBO_{tot}$  pour caler la courbe théorique sur la courbe expérimentale se fait par régression linéaire à l'aide de la méthode des moindres carrés. Toutefois, cette valeur de  $DBO_{tot}$  sous-estime la matière organique biodégradable ( $DCO_{ultime}$ ) car une certaine fraction de la DCO biodégradable initiale se transforme en inerte. C'est par exemple le cas pour la biomasse vivante dont une fraction  $f_p$  (0,08) se transforme en inerte. Le même mécanisme peut également transformer  $X_s$  en matière inerte. Ainsi, la  $DBO_{tot}$  ne représente que 85% de la matière organique biodégradable initiale. Le paramètre  $f_{DBO}$ , pris égal 0,15, sert de facteur correctif.

La  $DCO_{ultime}$  correspond à la somme de la DCO particulaire lentement biodégradable ( $X_s$ ) et de la DCO soluble facilement biodégradable ( $S_s$ ). En retranchant à la  $DCO_{ultime}$  la fraction  $S_s$  estimée à l'étape précédente, la fraction  $X_s$  est estimée.

#### La matière organique particulaire non biodégradable, $X_I$

Cette fraction est obtenue en mesurant la DCO sur un échantillon brut d'entrée de filière et en retranchant les fractions mesurées précédemment.

### **Fractionnement de l'azote**

Les fractions de l'azote Kjeldhal sont les suivantes dans le modèle :

$$N_k = S_{nh} + S_{nd} + X_{nd} + i_{XB} \times (X_{BH} + X_{BA}) + i_{XP} \times (X_I + X_U)$$

- §  $S_{nh}$  (gN/m<sup>3</sup>) : azote ammoniacal
- §  $S_{nd}$  (gN/m<sup>3</sup>) : azote organique soluble
- §  $X_{nd}$  (gN/m<sup>3</sup>) : azote organique particulaire
- §  $S_{no}$  (gN/m<sup>3</sup>) : somme de l'azote nitrique et nitreux
- §  $i_{XB}$  et  $i_{XP}$  (-) : fraction de la biomasse et de la matière organique inerte

Une analyse de l'azote ammoniacal (méthode NF T 90-015-1 pour les concentrations supérieures à 5 mgN/L et NF T 90-015-2 pour les concentrations inférieures à 1,5 mgN/L), de l'azote nitrique (méthode NF EN ISO 10 304-2), et de l'azote nitreux (méthode NF EN 26777) permettent de déterminer les fractions  $S_{nh}$ , et  $S_{no}$ .

Il est supposé en première approche que les fractions  $S_{nd}$  et  $X_{nd}$  sont dans les mêmes proportions. Comme pour le fractionnement de la matière organique, les fractions  $X_{BA}$ ,  $X_{BH}$  et  $X_U$  sont considérées nulles car négligeables devant les autres fractions. Les paramètres  $i_{XB}$  et  $i_{XP}$  sont pris égales à 0,068, conformément au modèle ASM1. Connaissant  $S_{nh}$ ,  $S_{no}$ ,  $i_{XP}$  et  $X_I$ , une analyse de l'azote Kjeldhal (méthode NF EN 25663) permet de déterminer les fractions  $S_{nd}$  et  $X_{nd}$ .

L'application de ces protocoles s'est réalisée à 3 moments de la journée différents (11h - 13h, 18h - 20h, 01h - 03h), sur des échantillons moyens 2 heures, afin d'observer ou pas une variation de ces fractions dans la journée.

## Annexe 7. Calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite (LL)

La formule retenue pour le calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite est la suivante :

$$Sh = A + B \times Re^m \times Sc^n = \frac{d_p}{L_L} \quad \text{avec}$$

$$Sc = \frac{\nu}{D_{w, Si}} \quad \text{et}$$

$$Re = \frac{U \times d_p}{\nu}$$

Selon Boltz et Daigger (2010),  $A = 2$ ,  $B = 0,8$ ,  $m = \frac{1}{2}$  et  $n = \frac{1}{3}$ . La viscosité dynamique de l'eau ( $\nu$ ) est prise égale à  $1,31.10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ . La vitesse de l'eau ( $U$ ) est testée pour 2 valeurs correspondant à 2 débits en air, et la longueur caractéristique ( $d_p$ ) est également testée pour 2 valeurs, propres au biomédia.

Selon que le biomédia est utilisé dans le réacteur C ou N, les 2 valeurs de vitesse en eau sont différentes. Les épaisseurs de la couche liquide limite par biomédia et par coefficient de diffusion sont résumées dans le tableau suivant :

### BMX2 dans C

| $d_p$ (m) - $U$ (m/s)                               | 0,004 - 0,0046                                                       | 0,004 - 0,0023 | 0,005 - 0,0046 | 0,005 - 0,0023 |
|-----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|
| Coefficient de diffusion ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ) | Épaisseur de la couche liquide limite ( $\times 10^{-4} \text{ m}$ ) |                |                |                |
| $S_I$ $1,0.10^{-5}$                                 | 1,15                                                                 | 1,58           | 1,03           | 1,78           |
| $S_S$ $1,0.10^{-5}$                                 | 1,15                                                                 | 1,58           | 1,03           | 1,78           |
| $S_o$ $2,5.10^{-5}$                                 | 1,52                                                                 | 2,09           | 1,37           | 2,36           |
| $S_{no}$ $2,0.10^{-5}$                              | 1,42                                                                 | 1,95           | 1,28           | 2,21           |
| $S_{nh}$ $2,5.10^{-5}$                              | 1,52                                                                 | 2,09           | 1,37           | 2,36           |
| $S_{nd}$ $1,0.10^{-5}$                              | 1,15                                                                 | 1,58           | 1,03           | 1,78           |
| $S_{nn}$ $1,9.10^{-5}$                              | 1,40                                                                 | 1,92           | 1,26           | 2,17           |
| $S_{alk}$ $2,0.10^{-5}$                             | 1,42                                                                 | 1,95           | 1,28           | 2,21           |

La longueur caractéristique prise est le diamètre du biomédia. Pour le BMX2, la gamme d'épaisseur de la couche liquide limite est [103  $\mu\text{m}$  - 236  $\mu\text{m}$ ].

**BMJ40 dans N**

| $d_p$ (m) - U (m/s)                                 |                     | 0,04 - 0,006                                                       | 0,04 - 0,003 | 0,003 - 0,006 | 0,003 - 0,003 |
|-----------------------------------------------------|---------------------|--------------------------------------------------------------------|--------------|---------------|---------------|
| Coefficient de diffusion ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ) |                     | Épaisseur de la couche liquide limite ( $\times 10^{-4}\text{m}$ ) |              |               |               |
| $S_I$                                               | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 3,23                                                               | 4,54         | 0,86          | 1,19          |
| $S_S$                                               | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 3,23                                                               | 4,54         | 0,86          | 1,19          |
| $S_o$                                               | $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 4,36                                                               | 6,11         | 1,14          | 1,57          |
| $S_{no}$                                            | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | 4,05                                                               | 5,68         | 1,07          | 1,46          |
| $S_{nh}$                                            | $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 4,36                                                               | 6,11         | 1,14          | 1,57          |
| $S_{nd}$                                            | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 3,23                                                               | 4,54         | 0,86          | 1,19          |
| $S_{nn}$                                            | $1,9 \cdot 10^{-5}$ | 3,99                                                               | 5,59         | 1,05          | 1,44          |
| $S_{alk}$                                           | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | 4,05                                                               | 5,68         | 1,07          | 1,46          |

La longueur caractéristique prise est l'épaisseur du biomédia ou bien un côté du parallélépipède. Pour le BMJ40 dans N, la gamme d'épaisseur de la couche liquide limite est [86  $\mu\text{m}$  - 611  $\mu\text{m}$ ].

**BMX1 dans C**

| $d_p$ (m) - U (m/s)                                 |                     | 0,009 - 0,0046                                              | 0,009 - 0,0023 | 0,01 - 0,0046 | 0,01 - 0,0023 |
|-----------------------------------------------------|---------------------|-------------------------------------------------------------|----------------|---------------|---------------|
| Coef.de diffusion ( $10^{-5}\text{cm}^2/\text{s}$ ) |                     | Épaisseur de la couche liquide limite ( $10^{-4}\text{m}$ ) |                |               |               |
| $S_I$                                               | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 1,75                                                        | 2,44           | 1,85          | 2,58          |
| $S_S$                                               | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 1,75                                                        | 2,44           | 1,85          | 2,58          |
| $S_o$                                               | $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 2,34                                                        | 3,25           | 2,48          | 3,43          |
| $S_{no}$                                            | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | 2,18                                                        | 3,03           | 2,31          | 3,2           |
| $S_{nh}$                                            | $2,5 \cdot 10^{-5}$ | 2,34                                                        | 3,25           | 2,48          | 3,43          |
| $S_{nd}$                                            | $1,0 \cdot 10^{-5}$ | 1,75                                                        | 2,44           | 1,85          | 2,58          |
| $S_{nn}$                                            | $1,9 \cdot 10^{-5}$ | 2,15                                                        | 2,98           | 2,27          | 3,15          |
| $S_{alk}$                                           | $2,0 \cdot 10^{-5}$ | 2,18                                                        | 3,03           | 2,31          | 3,20          |

La longueur caractéristique prise est le diamètre du biomédia. Pour le BMX1 dans C, la gamme d'épaisseur de la couche liquide limite est [175 - 343  $\mu\text{m}$ ].

**BMX1 dans N**

| d <sub>p</sub> (m) - U (m/s)                             |                      | 0,009 - 0,006                                               | 0,009 - 0,003 | 0,01 - 0,006 | 0,01 - 0,003 |
|----------------------------------------------------------|----------------------|-------------------------------------------------------------|---------------|--------------|--------------|
| Coef. de diffusion (10 <sup>-5</sup> cm <sup>2</sup> /s) |                      | Épaisseur de la couche liquide limite (×10 <sup>-4</sup> m) |               |              |              |
| S <sub>I</sub>                                           | 1,0.10 <sup>-5</sup> | 1,52                                                        | 2,13          | 1,61         | 2,25         |
| S <sub>S</sub>                                           | 1,0.10 <sup>-5</sup> | 1,52                                                        | 2,13          | 1,61         | 2,25         |
| S <sub>O</sub>                                           | 2,5.10 <sup>-5</sup> | 2,04                                                        | 2,84          | 2,16         | 3,00         |
| S <sub>no</sub>                                          | 2,0.10 <sup>-5</sup> | 1,90                                                        | 2,65          | 2,01         | 2,80         |
| S <sub>nh</sub>                                          | 2,5.10 <sup>-5</sup> | 2,04                                                        | 2,84          | 2,16         | 3,00         |
| S <sub>nd</sub>                                          | 1,0.10 <sup>-5</sup> | 1,52                                                        | 2,13          | 1,61         | 2,25         |
| S <sub>nn</sub>                                          | 1,9.10 <sup>-5</sup> | 1,87                                                        | 2,60          | 1,98         | 2,75         |
| S <sub>alk</sub>                                         | 2,0.10 <sup>-5</sup> | 1,90                                                        | 2,65          | 2,01         | 2,80         |

Pour le BMX1 dans N, la gamme d'épaisseur de la couche liquide limite est [152 - 300 μm].



## Annexe 8. Vitesse maximale de nitrification

### Protocole

Remplir un sceau de 5 L de biomédias BMJ40 à hauteur du taux de remplissage du réacteur et compléter par de l'eau usée du pilote (échantillon journalier pour vérifier la présence ou non d'un toxique ou un échantillon ponctuel).

Aérer et mélanger à l'aide de l'agitateur. Le faire pendant 5 minutes pour stabiliser le système avant de lancer la manipulation.

Ajouter les réactifs  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (pour rendre non limitant en  $\text{N-NH}_4^+$ ) et  $\text{NaHCO}_3^-$  (pour rendre non limitant en  $\text{HCO}_3^-$ ). Ajouter du glucose pour avoir le même ratio  $\text{DCO} / \text{N-NH}_4^+$  que dans le pilote. Attendre 1 à 2 minutes avant de lancer la manipulation.

À  $t_0$ , relever la concentration en  $\text{O}_2$ , le pH et la  $T^\circ$  et faire 2 prélèvements à l'aide d'une seringue. Collecter chacun des échantillons dans un flacon en verre correspondant à la centrifugeuse.

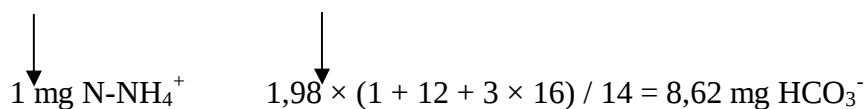
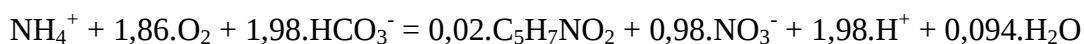
Centrifuger les échantillons pendant 4 minutes à 4500 tours/min.

Constituer un seul échantillon avec le surnageant des 2 flacons.

Filtrer l'échantillon, ainsi réalisé.

Refaire cette opération toutes les 45 minutes pendant 3 heures.

| Temps                       | Échantillon | $\text{O}_2$ | pH | $T^\circ$ | Analyses à faire                                                                  |
|-----------------------------|-------------|--------------|----|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| $T_0 = 0\text{m}$           | 1           |              |    |           | MES, $\text{HCO}_3^-$ , $\text{N-NH}_4^+$ , $\text{N-NO}_2^-$ , $\text{N-NO}_3^-$ |
| $T_1 = 45\text{m}$          | 2           |              |    |           | $\text{N-NH}_4^+$ , $\text{N-NO}_2^-$ , $\text{N-NO}_3^-$                         |
| $T_2 = 1\text{h}30\text{m}$ | 3           |              |    |           | $\text{N-NH}_4^+$ , $\text{N-NO}_2^-$ , $\text{N-NO}_3^-$                         |
| $T_3 = 2\text{h}15\text{m}$ | 4           |              |    |           | $\text{N-NH}_4^+$ , $\text{N-NO}_2^-$ , $\text{N-NO}_3^-$                         |
| $T_4 = 3\text{h}$           | 5           |              |    |           | MES, $\text{HCO}_3^-$ , $\text{N-NH}_4^+$ , $\text{N-NO}_2^-$ , $\text{N-NO}_3^-$ |

Équation de la nitrification :Correspondance entre  $\text{NH}_4\text{Cl}$  et  $\text{N-NH}_4$  :

Masses molaires : N = 14 g/mol, H = 1 g/mol, Cl = 35,45 g/mol

Poids de N dans  $\text{NH}_4\text{Cl}$  :  $14 / (14 + 4 \times 1 + 35,45) = 0,262$

Nous voulons ajouter une concentration de 20 mg/L de  $\text{N-NH}_4^+$  dans notre batch. Il faut donc ajouter une concentration de  $20 / 0,262 = 76,36$  mg/L de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (calculer la masse à ajouter suivant le volume d'eau usée réel dans le batch).

Correspondance entre  $\text{NaHCO}_3$  et  $\text{HCO}_3^-$  :

Masses molaires : Na = 23 g/mol, H = 1 g/mol, C = 12 g/mol, O = 12 g/mol

Poids de  $\text{HCO}_3^-$  dans  $\text{NaHCO}_3$  :  $(1 + 12 + 3 \times 16) / (23 + 1 + 12 + 3 \times 16) = 0,726$

Durant les 3 heures de manipulation, on peut s'attendre à une consommation de 30 mg/L de  $\text{N-NH}_4$ . Considérant que 1 mg de  $\text{N-NH}_4^+$  consommé lors de la réaction de nitrification engendre une consommation de 8,62 mg de  $\text{HCO}_3^-$ ,  $30 \times 8,62 = 258,8$  mg de  $\text{HCO}_3^-$  seront consommés lors de la manipulation. Ainsi, il faut ajouter une concentration de  $258,8 / 0,726 = 356,4$  mg/L de  $\text{NaHCO}_3$  (calculer la masse à ajouter suivant le volume d'eau usée réel dans le batch).

Correspondance entre le glucose et la  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$  :

1 mg de glucose correspond à 1,06 mg de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$

Pour un ratio de  $\text{DCO}_{\text{filtrée}} / \text{N-NH}_4^+ = 2,15$  arrivant dans le réacteur à nitrification du pilote, il faudrait ajouter une concentration de  $(2,15 \times 35 \text{ mgN-NH}_4^+) / 1,06 = 71$  mg/L de glucose dans le batch (calculer la masse à ajouter suivant le volume d'eau usée réel dans le batch).