



Performances, modélisation et limites d'un procédé à lit fluidisé associant culture libre et fixée (IFAS) pour le traitement du carbone et de l'azote des eaux résiduaires

Paul Moretti

► To cite this version:

Paul Moretti. Performances, modélisation et limites d'un procédé à lit fluidisé associant culture libre et fixée (IFAS) pour le traitement du carbone et de l'azote des eaux résiduaires. Génie des procédés. Université Claude Bernard - Lyon I, 2015. Français. NNT : 2015LYO10214 . tel-01234890

HAL Id: tel-01234890

<https://theses.hal.science/tel-01234890>

Submitted on 2 Dec 2015

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.



Université Claude Bernard



THESE

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Ecole doctorale de Chimie de Lyon (Chimie, Procédé, Environnement)

Spécialité : Génie des Procédés

Thèse présentée pour obtenir le grade de Docteur (PhD)

Performances, modélisation et limites d'un procédé à lit fluidisé associant culture libre et fixée (IFAS) pour le traitement du carbone et de l'azote des eaux résiduaire

Par

PAUL MORETTI

Soutenue publiquement le 9 Novembre 2015 à Lyon-Villeurbanne

Thèse dirigée par Jean-Marc CHOUBERT et Pierre BUFFIERE

JURY

M. Etienne PAUL, Professeur, INSA (Toulouse), département GPE	Rapporteur
M. Eduardo AYESA, Professeur, CEIT - Université de Navarre (Espagne)	Rapporteur
Mme Doris BROCKMANN, Ingénieur de recherche, INRA Transfert	Examinatrice
Mme Agnès RICHAUME, Professeur, Université C. Bernard, Lyon 1	Examinatrice
M. Paul LESSARD, Professeur, université Laval Québec (Canada)	Examineur
M. Jean-Pierre CANLER, Ingénieur de recherche, Irstea Lyon	Examineur
M. Olivier PÉTRIMAU, Ingénieur, Vinci-Environnement	Invité
M. Jean-Marc CHOUBERT, Ingénieur de recherche, Irstea Lyon	Directeur de thèse
M. Pierre BUFFIERE, Professeur, INSA (Lyon)	Co-directeur

Thèse préparée au sein de l'unité de recherche Milieux Aquatiques, Ecologie et Pollutions
IRSTEA, 5 rue de la Doua CS70077 69626 VILLEURBANNE Cedex

Cette thèse a été réalisée avec le soutien technique et financier de :

- la Région Rhône-Alpes, Arc Environnement



- IRSTEA



- VINCI construction,



- l'Université Laval, Québec, Canada



- l'INSA de Lyon.



UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

Président de l'Université

M. François-Noël GILLY

Vice-président du Conseil d'Administration

M. le Professeur Hamda BEN HADID

Vice-président du Conseil des Etudes et de la Vie Universitaire

M. le Professeur Philippe LALLE

Vice-président du Conseil Scientifique

M. le Professeur Germain GILLET

Directeur Général des Services

M. Alain HELLEU

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon Est – Claude Bernard

Directeur : M. le Professeur J. ETIENNE

Faculté de Médecine et de Maïeutique Lyon Sud – Charles Mérieux

Directeur : Mme la Professeure C. BURILLON

Faculté d'Odontologie

Directeur : M. le Professeur D. BOURGEOIS

Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques

Directeur : Mme la Professeure C. VINCIGUERRA

Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation

Directeur : M. le Professeur Y. MATILLON

Département de formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine

Directeur : Mme. la Professeure A-M. SCHOTT

COMPOSANTES ET DEPARTEMENTS DE SCIENCES ET TECHNOLOGIE

Faculté des Sciences et Technologies

Directeur : M. F. DE MARCHI

Département Biologie

Directeur : M. le Professeur F. FLEURY

Département Chimie Biochimie

Directeur : Mme Caroline FELIX

Département GEP

Directeur : M. Hassan HAMMOURI

Département Informatique

Directeur : M. le Professeur S. AKKOUCHE

Département Mathématiques

Directeur : M. le Professeur Georges TOMANOV

Département Mécanique

Directeur : M. le Professeur H. BEN HADID

Département Physique

Directeur : M. Jean-Claude PLENET

UFR Sciences et Techniques des Activités Physiques et Sportives

Directeur : M. Y.VANPOULLE

Observatoire des Sciences de l'Univers de Lyon

Directeur : M. B. GUIDERDONI

Polytech Lyon

Directeur : M. P. FOURNIER

Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique

Directeur : M. G. PIGNAULT

Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1

Directeur : M. le Professeur C. VITON

Ecole Supérieure du Professorat et de l'Education

Directeur : M. le Professeur A. MOUGNIOTTE

Institut de Science Financière et d'Assurances

Directeur : M. N. LEBOISNE

RESUME

Motivées par des normes de rejets en azote toujours plus sévères et par les besoins d'extension de certaines stations d'épuration, les agglomérations sont à la recherche de nouvelles technologies de traitement plus compactes et plus performantes. Dans ce sens, le procédé hybride, à lit fluidisé placé dans un réacteur de type boues activées (IFAS), est une nouvelle technologie de traitement du carbone et de l'azote très attractive.

L'objectif de cette thèse est d'optimiser le dimensionnement du procédé IFAS en configuration trois bassins (anoxie/aérobie BA/aérobie IFAS) et d'apporter des recommandations sur la conduite du procédé (charge massique appliquée, température...). Pour cela, une double démarche expérimentale et numérique a été mise en place. Un pilote de 3 m³ alimenté en eau usée brute a été conçu, instrumenté et étudié pendant 2 ans au cours de 7 périodes stabilisées (entre 0,15 et 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j, température entre 10 et 22°C, et le séquençage de l'aération dans les bassins). La concentration en MES dans la liqueur mixte a été maintenue à 2,3 gMES/L et la concentration en oxygène entre 2 à 6 mgO₂/L. Les capacités de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte (NPR_{max}) ont été mesurées tous les 15 jours.

Les performances d'élimination de l'azote (nitrification et dénitrification) et du carbone observées sont restées supérieures à 90% d'élimination pour une charge massique maximale de 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j entre 16 à 24°C. Le biofilm dispose d'une capacité de nitrification maximale de 0,90 gN/m²/j et tributaire des concentrations en oxygène dans la liqueur mixte (contraintes diffusionnelle). Le biofilm contribue en moyenne à hauteur de 60% du flux total nitrifié dans le réacteur IFAS pour des âges de boues < 5 jours à 16°C. La diminution du MLSRT en dessous de 4 jours a permis de limiter le développement des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte (minimum 10% du flux total nitrifié par la liqueur mixte) mais pas de les supprimer totalement (apport de nitrifiante par détachement de biofilm).

La démarche numérique a consisté au calage et à l'utilisation d'un modèle du procédé IFAS dans GPS-X, incluant ASM1 et un modèle 1D hétérogène pour le biofilm. Un protocole de calage détaillé en 4 étapes a été proposé et un jeu de paramètres calés a été obtenu. Un jeu de paramètres calés a été obtenu, intégrant 9 paramètres modifiés tels

que $k_{\text{détach}}$, k_{attach} , $L_{f,\text{max}}$, k_{na} et b_a . Ce modèle numérique a ensuite été utilisé pour améliorer les règles de dimensionnements existantes. Il a été démontré que l'ajout de 10% de taux de remplissage en support diminue de 2 mgN/L le rejet en ammonium à 10°C et pour une charge appliquée de 0,30 kgDBO₅/kgMVS/j et un C/N de 10 gDCO_{totale}/gNTK.

MOTS CLEFS : Biofilm, procédé hybride, IFAS, nitrification, étude de sensibilité, modélisation dynamique, protocole de calage, modèle 1D

ABSTRACT

Motivated by the increasingly demanding discharge consents and by the need to improve overall treatment capacity, water authorities are uninterruptedly examining better performing and more compact wastewater treatment technologies. Thanks to its compactness and to its capacity to treat both organic matter and nitrogen at an affordable cost, the IFAS process represents an attractive addition to improve retrofitting-activated sludge plants performance.

The main objective of this thesis is to optimize IFAS process with regards to key operation parameters such as dimensioning, F/M ratio by combining experimental and mathematical modelling approaches.

A 3 m³ pilot IFAS fed with raw wastewater was operated at the experimental hall of La Feyssine wastewater treatment plant, Villeurbanne, for a period of 2 years. The IFAS process was separated in 3 tanks to treat organic matter and total nitrogen separately (anoxic/aerobic, suspended/aerobic IFAS). The experimental study was divided in 7 periods with different steady state operation conditions each. The feasibility of nitrification at steady F/M ratios (between 0,15 to 0,30 kgBOD₅/kgMLVSS/d), at constant temperatures (between 10 – 22°C) and at different oxygen supply rates was investigated. TSS in mixed liquor were maintained at 2,3 gMLTSS/L and oxygen concentration between 2 to 6 mgO₂/L. Biofilm mass and combined nitrification capacity of biofilm and mixed liquor (NPR_{max}) were measured on a weekly basis.

The removal performance was up to 90% for nitrogen and carbon treatment with a maximal F/M ratio of 0,30 kgBOD₅/kgMLVSS/d between 16°C to 24 °C. The biofilm was able to nitrify 0,90 gN/m²/d (NPR_{max}) depending on the oxygen concentration in the mixed liquor (diffusional limitation). Under the operating conditions tested in this study, biofilm was responsible for 40 to 70% of NO_x-N production in IFAS reactor during nitrification. Decreasing the MLSRT to less than 4 days limits the growth of autotrophic bacteria in the mixed liquor but does not halt it completely.

A mathematical model resulting from the coupling of the activated sludge model n°1 and a 1-D heterogenous biofilm model was implemented into the GPS-X simulator software. This model describes nitrification kinetics, biomass production and nitrogen and oxygen

concentrations. A set of 9 model parameters were calibrated ($k_{\text{détach}}$, k_{attach} , $L_{f,\text{max}}$, μ_a , b_a , $k_{n,a}, \dots$) following a 4-step calibration procedure and using the experimental data gathered from the operation of the pilot IFAS.

Numerical experiments were then carried out with the calibrated model in order to optimize the dimensioning of the reactor. For instance, these simulations showed that with a 10% increase in the carrier BMX1 filling ratio of the IFAS reactor, a decrease of 2 mgN/L in the effluent ammonium concentration (at 10°C and for a F/M ratio of 0,28 kgBOD₅/kgMLVSS/d (C/N= 10 gCOD/gTKN)) could be achieved. The maximal F/M ratio for the process was established at 0,30 kgBOD₅/kgMLVSS/d at 12°C with a filling ratio of 43% of BMX1.

KEYWORDS: Biofilm, hybrid process, IFAS, nitrification, sensitivity analysis, biofilm modelling, calibration protocol

Valorisation scientifique

Articles publiés dans une revue scientifique à comité de lecture

Moretti, P., Choubert, J. M., Canler, J. P., Petrimaux, O., Buffiere, P. & Lessard, P. (2015) Understanding the contribution of biofilm in an integrated fixed-film-activated sludge system (IFAS) designed for nitrogen removal. *Water Science and Technology*, 71 (10), 1500-1506.

Fayolle, Y., Moretti, P., Canler, J.P., Gillot, S. (2013) Modélisation du transfert d'oxygène en eau claire dans un réacteur biologique à lit fluidisé à l'aide de l'analyse dimensionnelle. *Récents Progrès en Génie des Procédés*, 104, 8.

Poster

Moretti, P., Choubert, J. M., Canler, J. P., Petrimaux, O., Buffiere, P. & Lessard, P. (2013), Start-up of Integrated Fixed-film Activated Sludge for domestic wastewater treatment. Poster presentation, 9th international conference on Biofilm reactors, IWA, May 28, 2013, Paris, France.

Communication scientifique avec actes

Moretti, P., Choubert, J. M., Canler, J. P., Petrimaux, O., Buffiere, P. & Lessard, P. (2014), Understanding the contribution of biofilm in an Integrated Fixed-film Activated Sludge system (IFAS) designed for nitrogen removal. *Proceedings of IWA world water congress and exhibition*, September 21-26, 2014, Lisbon, Portugal.

Communication scientifique sans actes

Moretti, P., Choubert, J. M., Canler, J. P., Petrimaux, O., Buffiere, P. & Lessard, P. (2014) Procédé IFAS : Comportement et optimisation du biofilm en nitrification. 29^{ième} congrès de l'association Canadienne sur la Qualité de l'eau (ACQE), 17 octobre 2014, Montréal, Canada.

REMERCIEMENTS / AVANT-PROPOS

Ce travail a été réalisé au sein de l'équipe EPURE de l'unité de recherche Milieux Aquatiques, Ecologie et Pollutions de l'Irstea de Lyon/Villeurbanne avec la collaboration de l'entreprise VINCI Environnement, l'université Laval à Québec (Canada) et l'ARC environnement de la région Rhône-Alpes. Je tiens à remercier sincèrement ces organismes de m'avoir accueilli et pour le soutien technique et financier qu'ils m'ont offert pendant ces trois années d'études doctorales.

Je tiens d'abord à remercier Jean-Marc Choubert, mon directeur de thèse et ingénieur de recherche à l'Irstea de Lyon, pour avoir supervisé mes travaux et pour la confiance qu'il m'a donné pendant cette thèse. Ces conseils et son expérience en modélisation ont beaucoup inspiré mon travail.

Je remercie également Jean-Pierre Canler, ingénieur de recherche à l'Irstea de Lyon, pour m'avoir encadré et appris toutes les ficelles de l'ingénierie de traitement des eaux usées urbaines. Sa passion et sa pédagogie ont été une source de motivation.

Je voudrais également exprimer ma gratitude à Paul Lessard, professeur à l'université Laval à Québec, pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail. Ses conseils à l'accent québécois et son approche en modélisation ont été d'un réel support pour moi.

J'exprime mes sincères remerciements à Olivier Pétrimaux et Fabrice Balmer, ingénieurs à VINCI Environnement, pour avoir partagé leurs savoir-faire et leurs expériences lors de mes comités de pilotage.

Je remercie également Pierre Buffière, professeur à l'INSA de Lyon, pour son suivi et ses commentaires constructifs sur mon travail. J'ai également une pensée reconnaissante à Yannick Fayolle et Sylvie Gillot pour avoir participé à mes comités de thèse et pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail.

Les résultats de ce travail n'auraient pas été les mêmes sans l'aide de Mathieu Herold, Elena Valle-Medina, Marine Jacquet et Hassad Aly qui ont été des partenaires de travail très agréables et des étudiants stagiaires motivés et intéressés.

Ce travail n'aurait pas pu être réalisé sans le soutien de mes collègues à Irstea. Je tiens d'abord à remercier particulièrement Jean-Marc Perret pour ces conseils et son expérience technique, Vincent Bourgeois pour avoir su si bien parler à l'automate de la

Feyssine, Clément Crétollier qui manie le scotch blanc comme personne, et Didier Coupet pour son savoir-faire manuel et sans qui l'ambiance à la Feyssine n'aurait été pareille.

Ma sincère gratitude à l'ensemble de l'équipe Majeur du LAMA de l'Irstea et particulièrement Paul Lepimpec, Mathieu Masson, Myriam, Loic, Sébastien et Corinne. Merci d'avoir accepté mes nombreux échantillons, même ceux de dernières minutes (contre quelques Chocobons). Je remercie également Lauriane Juzan et Anne Goubet de l'équipe HBAN de l'Irstea de Antony, sans qui les analyses microbiologique n'auraient pas pu être possibles. Je remercie également le service d'administratif du groupement de Lyon, Marion, Adeline, Vanessa, Véronique, Ghislaine et Noëlle.

De mon passage à l'université Laval, je tiens à remercier mes hébergeurs Daniel et Sylvie, et mes collègues du département génie des eaux pour leur accueil. Je remercie également l'immigration canadienne et le bureau du registraire de l'université pour son accueil aussi chaleureux qu'un matin d'hiver...

Au terme de ce travail j'aimerais remercier et dédicacer ce travail à tous ceux qui ont contribué à rendre mes 8 années d'étudiant inoubliables et enrichissantes d'un point de vue personnel.

A mes collègues de bureau de l'Irstea tout d'abord, Alain et Ania qui ont su écouter et supporter mes appréhensions comme mes satisfactions quotidiennes, que l'esprit du bricole soit avec vous mes ami(e)s.

A mes collègues et ami(e)s de l'équipe EPURE, Alex, Claudio, Julien, Maxime, Luicito, Nico, Marianne, Chochotte, Sandrine et Pascal, et aussi, Jérémie, Roger, Boram, Rémi, Tamas, Baptiste, Stéphanie, Claire², Sara, Laurie, Géraud, Guillermo, Flavien, Luc, et Tinou. Parce qu'une thèse c'est aussi de très bons moments partagés. Une pensée pour Yoann, collègue de la première heure, à qui je souhaite bonne chance pour sa fin de thèse.

A mes colocataires du 73, Monchèrelouis (Rico 2014), Kim Bab, Damien (Rico 2013) et le Chat, pour ces rires et délires quotidiens.

A la fanfare des Krapos «la Bandas de Lyon » : JC, Marie, Groped, Maud, Daniel, Lili Rockwell, Lou, Mouline, Vomix, Doc Levy, et les autres pour ces pouets, ces délires et pour avoir rendu mon passage à Lyon inoubliable.

A mes proches ami(e)s qui m'ont soutenu de près ou de loin, Emilien « pif », Gras-Yager premier du nom, Seb, les frères Neyhouser, Julio, Arthuro, Etienne « Lama », Tino et ceux qui se reconnaissent. Que l'esprit du cactus gonflable vous accompagne mes ami(e)s.

Enfin je terminerais ces avant-propos en dédiant ce travail aux personnes qui sont chères à mon cœur. A ma Mère et à mon Père qui ont fait de moi ce que je suis et qui m'ont soutenu pendant toutes ces années. A mon Frère, pour son soutien et pour m'avoir donné goût à la recherche et à la bonne bière Allemande. A la belle Sarah Bémolle, pour son amour, ses sourires et la beauté de son regard.

Ma vie d'étudiant se finit ici pour de nouvelles aventures.

« Alles hat ein Ende nur die Wurst hat zwei » refrain populaire allemand

TABLE DES MATIERES

SIGLES ET NOTATIONS	XIX
LISTE DES FIGURES	XXI
LISTE DES TABLEAUX	XXV
INTRODUCTION	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	5
I.1. Les procédés à culture fixée fluidisée : cas du procédé « IFAS »	7
I.1.1. Historique	7
I.1.2. Les supports (ou biomedia)	7
I.1.3. La mise en mouvement des supports : fluidisation	10
I.1.4. Application de l'IFAS en nitrification	12
I.1.5. Conclusions	21
I.2. Procédé IFAS : Dimensionnement	23
I.2.1. Performances de traitement et dimensionnement observé	23
I.2.2. Charge appliquée en azote et condition de fonctionnement	26
I.2.3. Vitesses d'oxydation de l'azote	27
I.2.4. Influence de la charge en carbone sur le traitement de l'azote	28
I.2.5. Dimensionnement de l'étape de dénitrification d'une filière IFAS	29
I.2.6. Rôle du biofilm dans l'étape de nitrification en IFAS	30
I.2.7. Conclusion	34
I.3. Modélisation du procédé IFAS	35
I.3.1. Modèles de biofilm	35
I.3.2. Modélisation du procédé « IFAS »	50
I.3.3. Conclusions	57
I.4. Objectifs et originalité du projet de thèse	59
Chapitre II : Matériel et Méthodes	61
II.1. Le procédé IFAS à l'échelle pilote	63
II.1.1. Contexte de l'étude	63
II.2. Eau usée brute	69
II.3. Suivi analytique et stratégie expérimentale	71
II.3.1. Suivi du pilote IFAS : Echantillonnage et analyse chimique	71
II.3.2. Mise en Route du procédé	73
II.3.3. Conditions de fonctionnement appliquées	74

II.4.	Mesures ciblées	77
II.4.1.	Porosité du lit non fluidisé	77
II.4.2.	Vitesse de nitrification maximale (NPR_{max}) par mesure <i>ex-situ</i>	77
II.4.3.	Vitesse de nitrification dans les réacteurs du pilote (NPR) par mesure <i>in-situ</i>	79
II.4.4.	Masse surfacique de biofilm et épaisseur moyenne	79
II.4.5.	Transfert d'oxygène en eau claire et en boue	80
II.4.6.	Hydraulique du réacteur	82
II.4.7.	Caractérisation de la fluidisation : débit minimum pour un mélange homogène dans le réacteur	82
II.4.8.	Bilan massique sur le pilote IFAS : Age de boue de la liqueur mixte (MLSRT).....	85
II.5.	Modèle du procédé IFAS	89
II.5.1.	Fractionnement de la matière organique carbonée et azotée en classes de biodégradabilité	89
II.5.2.	Densité moyenne du biofilm mouillé	91
II.5.3.	Evaluation de la qualité de simulation	92
Chapitre III : Résultats expérimentaux.....		95
III.1.	Etude de la fluidisation et des performances d'aération du procédé IFAS	97
III.1.1.	Caractérisation de la fluidisation en réacteur IFAS.....	97
III.1.2.	Evaluation du transfert d'oxygène	101
III.1.3.	Conclusions.....	105
III.2.	Influence de la charge massique et de la température sur le procédé IFAS (périodes 1, 2 et 3).....	107
III.2.1.	Performances de traitement du carbone et de l'azote	107
III.2.2.	Vitesse de nitrification par réacteur de traitement aérobie (NPR et NPR_{max})	113
III.2.3.	Répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm	115
III.2.4.	Vitesse de dénitrification en zone de tête	122
III.2.5.	Conclusions.....	124
III.3.	Influence du séquençage de l'aération dans le réacteur aérobie 1 (périodes 4, 5, 6.1 et 6.2).....	125
III.3.1.	Performances de traitement du carbone et de l'azote	125
III.3.2.	Vitesse de nitrification moyennes (NPR) et maximales (NPR_{max}) par réacteur	130
III.3.3.	Répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm	132
III.3.4.	Vitesse réelles de dénitrification dans la zone anoxie en tête	138
III.3.5.	Conclusions.....	140
III.4.	Conclusions.....	141

Chapitre IV : Modélisation du procédé IFAS	143
IV.1. Rappels	145
IV.2. Détermination des variables d'entrée du modèle	147
IV.2.1. Fractionnement de la DCO en classes de biodégradabilité	147
IV.2.2. Fractionnement de l'azote en classes de biodégradabilité	148
IV.2.3. Ratios de conversion pour le calcul des « variables composites »	150
IV.2.4. Vérification de l'hydraulique des réacteurs par traçage.....	150
IV.3. Proposition d'un protocole de calage du modèle	153
IV.3.1. Sensibilités des paramètres au paramétrage.....	153
IV.3.2. Variabilité des vitesses maximales de nitrification de la LM et du biofilm au service du calage des paramètres du modèle IFAS	165
IV.3.3. Proposition d'une procédure de calage du modèle IFAS.....	168
IV.4. Calage des paramètres du modèle IFAS.....	171
IV.4.1. Résultats du calage sur la Série 1 ($C_m = 0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$)	172
IV.4.2. Consolidation du jeu de paramètres sur les séries 2 et 3	178
IV.4.3. Simulation sur le long terme (300 jours).....	184
IV.4.4. Jeu de paramètres calés et domaine de validité du modèle IFAS en traitement de l'azote et du carbone	188
Chapitre V : Simulations prédictives	191
V.1. Influence de la charge massique appliquée et du taux de remplissage (Scénario 1)	193
V.1.1. Influence de l'augmentation de la charge massique appliquée sur les concentrations en azote et en carbone au rejet.....	193
V.1.2. Influence de l'augmentation de la charge massique appliquée sur les vitesses de nitrification (NPR et NPR_{max})	196
V.1.3. Influence de la modification du taux de remplissage sur la concentration en ammonium des l'eau traitée	197
V.1.4. Influence de la modification du ratio DCO/NTK de l'eau usée sur les vitesses de nitrification	198
V.1.5. Récapitulatif des résultats des simulations et conclusions.....	199
V.2. Influence de la température dans les réacteurs et du taux de remplissage (Scénario 2).....	201
V.2.1. Influence de la modification de la température de 10 à 20°C dans les réacteurs..	201
V.2.2. Influence de la modification du taux de remplissage sur l'élimination de l'azote .	204
V.2.3. Synthèse et conclusions	205
CONCLUSIONS.....	207
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	213
ANNEXES	223

SIGLES ET NOTATIONS

Sigles

AOB	Biomasse nitritante (Ammonia Oxydizing Bacteria)
ASM	Activated Sludge Model
BA	Boues Activées
BAAP	Boues Activées Aération prolongée
GMP	Good Modelling Practice
IFAS	Integrated Fixed-Film Activated Sludge
IWA	International Water Association
Irstea	Institut de Recherche en Sciences et Technologie de l'environnement et de l'agriculture
LM	Liqueur Mixte
MBBR	Moving Bed Biofilm Reactor
NOB	Biomasse nitratante (Nitrite Oxydizing Bacteria)
RB	Recirculation des boues du clarificateur vers la zone anoxique
WERF	Water Environmental Research Federation

Notations

%MVS	Part de matières volatile contenues dans les matières en suspension (%)
AH _{st}	Apport Horaire en condition standard de température et de pression
b _a	Taux de mortalité de la biomasse autotrophe (en j ⁻¹)
b _h	Taux de mortalité de la biomasse hétérotrophe (en j ⁻¹)
C ₅ H ₇ NO ₂	Formule chimique de la biomasse
C ₁₈ H ₁₉ O ₉ N	Formule chimique de la matière organique
C _m	Charge massique appliquée (en kg DBO ₅ /kgMVSLM/j)
C _v	Charge volumique appliquée (en kg/m ³ _{total} /j)
DBO ₅	Demande Biologique en Oxygène après 5 jours (en mgO ₂ /L)
DBO _{ultime}	Demande Biologique en Oxygène ultime (après 21 jours en eau usée domestique) (en mgO ₂ /L)
DCO _{filtrée}	Demande Chimique en Oxygène sur échantillon après filtration (sur filtre de 0,45 µm)
DCO _{totale}	Demande Chimique en Oxygène sur échantillon brute
f _D	Coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm (-)
j	Jour
k _{détach}	Coefficient de détachement des composés particuliers du biofilm (en kgDCO/m ² /j)
k _{attach}	Coefficient d'attachement des composés particuliers sur le biofilm (en m ³ /m ² /j)
k _{L,a}	Coefficient de transfert de l'oxygène en eau claire (h ⁻¹)
k _{L,a'}	Coefficient de transfert de l'oxygène en boue (h ⁻¹)
k _{n,aa}	Constante de demi-saturation d'utilisation de l'azote pour les NOB (en mgN/L)
k _{n,ai}	Constante de demi-saturation d'utilisation de l'azote pour les AOB (en mgN/L)
k _{o,aa}	Constante de demi-saturation d'utilisation de l'oxygène pour les NOB (en mgO ₂ /L)

$k_{o,ai}$	Constante de demi-saturation d'utilisation de l'oxygène pour les AOB (en mgO_2/L)
$L_{f,max}$	Épaisseur maximale du biofilm (mm)
L_f	Épaisseur moyenne du biofilm (mm)
N-NH_4^+	Concentration en azote sous forme ammoniacale (en mgN/L)
N-NO_3^-	Concentration en azote sous forme de nitrates (en mgN/L)
N-NO_2^-	Concentration en azote sous forme de nitrites (en mgN/L)
NGL	Concentration en azote total (en mgN/L)
NPR	Vitesse de nitrification dans le réacteur (en mgN/L/h ou $\text{gN/m}^2/\text{j}$)
NPR_{max}	Vitesse maximale de nitrification (en mgN/L/h ou $\text{gN/m}^2/\text{j}$)
NTK	Azote kjeldahl (en mgN/L)
MES	Concentration en matière en suspension (mgMES/L)
MO	Matière organique
MS	Contenu en Matière Sèche
MVS	Matière Volatile en Suspension
MVSLM	Matière Volatile en Suspension dans la liqueur mixte
MCRT	Age de boue limite pour la nitrification (en j)
MLSRT	Age de boue de la liqueur mixte (en j)
PB	Production de boue (en $\text{gMVS/gDCO}_{\text{éliminé}}$)
Re	Nombre de Reynolds (-)
RO_{st}	Rendement d'oxygénation standard
RSD	Erreur relative entre valeurs simulées et mesurées d'une variable (%)
S	Concentration en composé soluble (en mgDCO/L ou mgN/L)
Sc	Nombre de Schmidt (-)
SD	Ecart d'écart sur variable simulée et mesurée
Sh	Nombre de Sherwood (-)
$\text{Ss}_{pé}$	Surface spécifique du support (en m^2/m^3)
SRT	Age de boue
t_{ext}	Taux d'extraction des boues (-)
TSH	Temps de séjour hydraulique (h)
T_X	Taux de remplissage du réacteur en support
V_{total}	Volume total du bassin biologique (m^3)
X	Concentration en composé particulaire (en mgDCO/L ou mgN/L)
$X_{b,a}$	Concentration en biomasse autotrophe (en mgDCO/L)
$X_{b,aa}$	Concentration en NOB (en mgDCO/L)
$X_{b,ai}$	Concentration en AOB (en mgDCO/L)
Y_a	Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe ($\text{gDCO}_{\text{produit}}/\text{gN}_{\text{nit}}$)
Y_h	Rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe ($\text{gDCO}_{\text{produit}}/\text{gDCO}_{\text{éliminé}}$)
α	Coefficient de réduction de la vitesse d'oxygénation en boue (-)
ϵ	Rétention (-)
$\mu_{A,max}$	Taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe (en j^{-1})
$\mu_{H,max}$	Taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe (en j^{-1})
θ	Coefficient de changement de température dans l'équation d'Arrhenius (-)
ρ	Masse volumique (kg/m^3)

LISTE DES FIGURES

Figure 1 Supports fixés de la technologie IFAS « Bioweb » (Hubbel <i>et al.</i> , 2006)	8
Figure 2 Mouvement de fluidisation des supports en flottation libre en zone aérobie (Rusten <i>et al.</i> , 2006).....	11
Figure 3 Les trois axes de rotation d'un support K1 lors de sa fluidisation (McQuarrie et Boltz, 2011).....	11
Figure 4 Comparaison des performances d'élimination de l'azote réduit sur filière BA (Gauche) et IFAS (Droite) : $1\text{ppd/kcf}=17,85\text{gN/m}^3_{\text{aéré}}/\text{j}$. (McQuarrie <i>et al.</i> , 2004)	12
Figure 5 Utilisation du NH_4^+ pour l'assimilation.....	13
Figure 6 Utilisation du NH_4^+ pour la réaction de nitrification	14
Figure 7 Configuration typique de l'IFAS (Copithorn <i>et al.</i> , 2010)	19
Figure 8 Configuration décrite par Odegaard <i>et al.</i> (Ødegaard, 2006a).....	20
Figure 9 Performances de traitement de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ sur pilote pour 12°C (période 1), 10°C (période 2) et 14°C (période 3) (Di Trapani <i>et al.</i> , 2013)	24
Figure 10 Performances de consommation d'azote ammoniacal en fonction de la charge d'ammonium (a) et de DCO (b) sur un réacteur IFAS pilote (Di Trapani <i>et al.</i> , 2011)	29
Figure 11 Structure du biofilm (Eberl <i>et al.</i> , 2006).....	35
Figure 12 Evolution de la complexité spatiale des modèles depuis 1975 (Boltz <i>et al.</i> , 2010) (Eberl <i>et al.</i> , 2006)	36
Figure 13 : Modèle 1D (a) et 2D (b) (Elenter <i>et al.</i> , 2007).....	37
Figure 14 Représentation schématisée du biofilm, de la phase liquide et phénomènes associés (adapté de Picioreanu <i>et al.</i> , (2004))	38
Figure 15 Illustration du profil de concentration d'un substrat S de la phase liquide au biofilm (Christiansen <i>et al.</i> , 1995)	43
Figure 16 Schématisation du modèle ASM 1(Henze <i>et al.</i> , 2000).....	47
Figure 17 Démarche du travail de thèse	60
Figure 18 Photo du pilote IFAS construit dans le hall expérimental de la Feyssine (Villeurbanne).....	64
Figure 19 Schéma de l'installation pilote IFAS au hall de l'Irstea	64
Figure 20 Supports IFAS BMX 1 (Vinci).....	65
Figure 21 Courbe type du débit d'alimentation horaire appliqué au pilote IFAS.....	65
Figure 22 Schéma de la colonne pour les tests de fluidisation des supports	83
Figure 23 Schéma de mesure de la rétention gazeuse par tube manométrique	84
Figure 24 Schéma des pesées du pycnomètre pour la détermination de la densité du biofilm mouillé.....	92
Figure 25 Comparaison entre les concentrations simulées et mesurées pour évaluer visuellement la qualité de simulation des concentrations en ammonium dans l'eau traitée	93
Figure 26 Mise en route de la fluidisation en colonne translucide avec un débit d'air injecté de $18\text{Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$	98
Figure 27 : Impact du débit gazeux sur la rétention solide (Conditions expérimentales = taux de remplissage en matériaux : 40%, eau traitée)	99
Figure 28 Appréciation visuelle de la fluidisation en surface du réacteur aérobie 2 IFAS	100
Figure 29 Coefficient de transfert de l'oxygène sur les deux zones aérobies en fonction du débit d'air surfacique (taux de remplissage aérobie 2 : 40%)	102

Figure 30 Coefficient de transfert (a) et rendement spécifique de transfert de l'oxygène (b) en fonction du taux de remplissage (0%,20%,40% et50%).....	103
Figure 31 Performances de traitement de la DCO _{totale} du pilote IFAS aux périodes 1 (16°C), 2 (22°C) et 3 (16°C).....	108
Figure 32 Performances de traitement de l'azote réduit (assimilation et nitrification) périodes 1, 2 et 3.....	110
Figure 33 Concentrations en NTK des eaux traitées en fonction de la charge en NTK appliquées au procédé IFAS	111
Figure 34 Concentrations moyennes en NGL au rejet aux périodes 1, 2 et 3	112
Figure 35 Performances de traitement de l'azote global (NTK et Nitrates) pour les périodes 1,2 et 3.....	113
Figure 36 Comparaison des NPR et NPR _{max} dans les réacteurs aérobies 1 et 2 IFAS pour la période 1,2, et 3	114
Figure 37 Age des boues limite pour la biomasse nitrifiante (MCRT) autotrophe en fonction de la température, à concentration en oxygène limite, et âges des boues de la liqueur mixte (MLSRT) des périodes 1, 2 et 3	116
Figure 38 Vitesses de nitrification maximales (NPR _{max}) de la liqueur mixte pour les périodes 1, 2 et 3.....	118
Figure 39 Vitesses de nitrification maximales (NPR _{max}) du biofilm pour les périodes 1, 2 et 3	119
Figure 40 Vitesses de nitrification réelles (NPR) et maximales (NPR _{max}) du biofilm seul et masse surfacique de biofilm pour les périodes 1, 2 et 3	120
Figure 41 Efficacité du processus de dénitrification en fonction du ratio DCO/N-NO ₃ ⁻ amené pour les périodes 1, 2 et 3.....	123
Figure 42 Performances de traitement de la DCO brute sur la filière par volume (a) et par masse de MVS (b) pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2.....	126
Figure 43 Performances de traitement de l'azote pour les périodes 4, 5, 6.1, et 6.2	127
Figure 44 Performances du procédé IFAS sur l'abattement en NGL pour les périodes 4, 5, 6.1, 6.2.....	129
Figure 45 Concentrations moyennes en azote au rejet pour les périodes 4, 5, 6.1, 6.2	130
Figure 46 Comparaison des NPR (in-situ) et NPR _{max} (ex-situ) entre les réacteurs aérobie 1 et 2 IFAS aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2	131
Figure 47 Age des boues limite pour le développement de la biomasse nitrifiante (MCRT) de la liqueur mixte en fonction de temps de présence d'oxygène dans le réacteur aérobie 1	132
Figure 48 Vitesses de nitrification (NPR _{max}) de la liqueur mixte aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2.....	134
Figure 49 Vitesses de nitrification (NPR _{max}) du biofilm aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2	135
Figure 50 Concentrations moyennes en oxygène sur le réacteur aérobie 2 aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2	136
Figure 51 Vitesses de nitrification réelles (NPR) et maximales (NPR _{max}) du biofilm pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2.....	137
Figure 52 Efficacité de la zone de dénitrification en fonction du ratio DCOsoluble/N-NO ₃ amené en anoxie pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2	139
Figure 53 Résultat de traçage sur le réacteur aérobie 1 et simulation.....	151
Figure 54 Masse surfacique du biofilm et épaisseurs moyennes en fonction du coefficient de détachement pour plusieurs épaisseurs maximales de biofilm (100 à 150 µm)	158

Figure 55 Schéma de l'effet du changement de $L_{f,max}$ sur la variation du L_f pour un $L_{f,moyen}$ constant.....	159
Figure 56 Vitesse maximale de nitrification (NPR_{max}) dans le biofilm et dans la liqueur mixte en fonction du coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm ($f_D = Dbf/Dw$) ..	160
Figure 57 Concentrations en ammonium et en oxygène dans le biofilm en fonction du coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm.....	161
Figure 58 Vitesse maximale de nitrification du biofilm ($NPR_{max,biofilm}$) en fonction du coefficient de détachement ($k_{détach}$)	162
Figure 59 Masse de biofilm et épaisseur moyenne de biofilm en fonction de son contenu en matière sèche.....	164
Figure 60 Concentration en ammonium simulée en sortie avec deux k_n,ai et k_n,aa différents (-50%)	165
Figure 61 Vitesses maximales de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte tout au long de l'étude du pilote IFAS.	166
Figure 62 Schématisation du protocole proposé dans ce travail pour le calage des paramètres du modèle IFAS.....	170
Figure 63 Vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte par le modèle IFAS avec différentes valeurs de coefficient b_a (AOB et NOB) comprises entre 0,05 et 0,15 j^{-1} ...	173
Figure 64 Concentrations en ammonium (S_{nh}) et en nitrates (S_{noa}) au rejet simulées et mesurées (série 1).....	174
Figure 65 Concentration en oxygène simulée dans la liqueur mixte et dans le biofilm (par couche) pour la série 1 de calage.....	175
Figure 66 Concentrations simulées et mesurées en ammonium et nitrates sur une durée de 2 jours (série 2) dans les eaux traitées.....	180
Figure 67 Concentrations en MES de la liqueur mixte mesurées et simulées sur une période de 10 jours (série 3).....	181
Figure 68 Concentration en oxygène simulée et mesurée en zone aérobie 2 IFAS	182
Figure 69 Concentrations en nitrates (S_{noa}) et en ammonium (S_{nh}) mesurées et simulées en sortie de pilote IFAS (série 3)	183
Figure 70 Simulation sur le long terme (300 jours) de la concentration en MES de la liqueur mixte et de la masse spécifique de biofilm dans le réacteur aérobie 2 avec le jeu de paramètres calés	185
Figure 71 Simulation long terme (300 jours) des NPR_{max} du biofilm (a) et de la liqueur mixte (b) avec le jeu de paramètres calés.....	186
Figure 72 Simulation sur le long terme (300 jours) de la concentration en oxygène du réacteur aérobie 2 IFAS avec le jeu de paramètres calés	187
Figure 73 Simulation des concentrations en azote dans les eaux traitées une charge massique appliquée comprise entre 0,20 et 0,40 $kgDBO_5/kgMVSLM/j$ (taux de remplissage de 43%, 16°C)	195
Figure 74 Simulation des vitesses de nitrification : NPR_{max} (a) du biofilm et de la liqueur mixte et NPR (b) de la zone aérobie 1 et aérobie 2. (43% de taux remplissage et 16°C)	196
Figure 75 Simulation des concentrations en ammonium de l'eau traitée en fonction de la charge massique appliquée et du taux de remplissage en support à 16°C	197
Figure 76 Vitesses de nitrification maximale de la liqueur mixte (a) et du biofilm (b) simulée en fonction de la charge massique appliquée et différent C/N de l'eau usée (à 16°C).	198

Figure 77 Simulations des concentrations en azote au rejet et du NPR total (aérobie 1 et aérobie 2) en fonction de la température du réacteur IFAS ($C_m = 0,28 \text{ kg DBO}_5 / \text{kg MVSLM/j}$; taux de remplissage = 43%)	202
Figure 78 Simulation des NPR et NPR_{max} du biofilm et de la liqueur mixte pour 10, 16 et 20°C	203
Figure 79 NPR en aérobie 2 (a) et concentration en ammonium simulées (b) pour différents taux de remplissage et différentes température	204

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 Caractéristiques des différents supports présents sur le marché (inspiré de McQuarrie et Boltz, 2011)	9
Tableau 2 Concentrations en oxygène appliquées sur cinq stations en IFAS.....	16
Tableau 3 Charge massique et âge des boues en fonction de la température en boue activée pour maintenir une biomasse autotrophe en culture libre	18
Tableau 4 Conditions de fonctionnement de deux stations IFAS (température de 13 à 22°C)	23
Tableau 5 Caractérisation de la biomasse sur les stations étudiées.....	25
Tableau 6 Performances de traitement de l'azote réduit et conditions opératoires de la bibliographie	27
Tableau 7 NPR_{max} de la culture Liqueur Mixte (LM) et biofilm associées aux conditions de traitement	28
Tableau 8 Contribution du biofilm à la nitrification sur les stations rencontrées	31
Tableau 9 Vitesses maximales de nitrification (NPR_{max}) par surface de biofilm.....	32
Tableau 10 Comparaison des modèles de détachement inspiré de Boltz <i>et al.</i> (2010)	40
Tableau 11 Valeur des coefficients de diffusion des composées dans l'eau claire D_w	45
Tableau 12 Valeur du coefficient de réduction de la diffusion (f_D) en fonction du soluté (Stewart <i>et al.</i> , 1998).....	46
Tableau 13 Exemples de travaux de modélisation du procédé IFAS trouvés dans la bibliographie	51
Tableau 14 Valeurs des paramètres cinétiques de différents modèles du procédé IFAS (bibliographie)	54
Tableau 15 Coefficients stœchiométriques de différents modèles du procédé IFAS (bibliographie)	56
Tableau 16 Sondes placées sur le procédé pilote IFAS	66
Tableau 17 Analyse des polluants majeurs de l'eau usée brute dessablée et tamisée alimentant le pilote IFAS (n= 81) (source = cette étude)	69
Tableau 18 Valeurs moyennes pour les principaux ratios caractéristiques de l'eau usée brute appliquée au pilote IFAS (données Irstea, n=81)	70
Tableau 19 Caractéristiques des retours de digestion dans l'eau usée brute de la station AquaLyon (source = Lyonnaise des eaux, valeurs moyennes, n =290)	70
Tableau 20 Paramètres physicochimiques analysés et méthodes utilisées	72
Tableau 21 Paramètres physico-chimique et incertitudes associées (source : LAMA, IRSTEA Lyon-Villeurbanne)	73
Tableau 22 Composition de l'eau usée brute (valeurs moyennes)	74
Tableau 23 Conditions de fonctionnement appliquées au pilote IFAS (valeurs moyennes) ...	75
Tableau 24 Age des boues (MLSRT) mesuré par bilan de masse des boues aux périodes 1,2 et 3	86
Tableau 25 MLSRT et production de boue du procédé IFAS aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2.....	87
Tableau 26 Evaluation du mélange de fluidisation en surface dans le bassin aérobie 2 IFAS en eau claire avec un taux de remplissage de 43% en BMX1	100
Tableau 27 Résultats de mesures de transfert de l'oxygène en boue sur les réacteurs aérobie 1 et aérobie 2	104

Tableau 28 Concentrations en matière organique des eaux traitées du pilote pour les périodes 1, 2 et 3 (n=28)	108
Tableau 29 Concentrations en azote des eaux traitées pour les périodes 1, 2 et 3 (n=28) ..	110
Tableau 30 Evolution de la concentration en bactéries autotrophes du biofilm et de la liqueur mixte avec l'augmentation de la charge ($T^{\circ}C=16^{\circ}C$).....	117
Tableau 31 Vitesses de dénitrification réelles moyennes observées aux périodes 1, 2 et 3	122
Tableau 32 Concentrations en matières organiques des eaux traitées pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2.....	127
Tableau 33 Concentrations moyennes en azote des eaux traitées pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2.....	128
Tableau 34 Concentrations en biomasse autotrophe et valeurs des principaux paramètres du pilote IFAS pour les périodes 2 et 6.1	133
Tableau 35 Vitesses moyennes de dénitrification et conditions de fonctionnement (période 4,5,6.1 et 6.2)	138
Tableau 36 Fractionnement de la matière organique sur les trois séries de données.....	147
Tableau 37 Fractionnement de l'azote sur les trois séries de données.....	149
Tableau 38 Valeurs initiales des paramètres du modèle pour réaliser l'analyse de sensibilité	154
Tableau 39 Analyse de sensibilité au paramétrage sur différentes variables simulées du réacteur aérobique 2 et de l'eau traitée (présentation inspirée de Takacs, 2008)	155
Tableau 40 Influence de la répartition des NPR_{max} (LM et biofilm) sur la concentration en ammonium (S_{NH}) au rejet	168
Tableau 41 Description des trois séries de données utilisées pour le calage des paramètres du modèle IFAS.....	171
Tableau 42 Jeu de paramètres retenu suite au calage sur la série 1	177
Tableau 43 Résultats simulés comparés aux valeurs mesurées (série 2)	178
Tableau 44 Vitesses maximales simulées et mesurées, et répartition entre LM et BF, pour la série 2	179
Tableau 45 Récapitulatif des résultats simulés obtenus sur la série 3	181
Tableau 46 Vitesse maximale simulée et mesurée, et répartition entre LM et BF, pour la série 3	182
Tableau 47 Récapitulatif des paramètres obtenus ($C_m=0,18 - 0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/j$, $T^{\circ}C=16 \text{ à } 22^{\circ}C$, $[O_2]$ aérobique 2= 2 à 5 mgO_2/L ; aération continue (série 1 et 2) et séquencée (série 3) dans le réacteur aérobique 1).....	190
Tableau 48 Concentrations en oxygène dans les réacteurs et dans le biofilm en fonction de la charge massique appliquée à $16^{\circ}C$ (simulations)	194
Tableau 49 Concentrations en $DCO_{filtrée}$ des eaux traitées et de S_s en anoxie simulées par le modèle pour différentes charges massiques appliquées (simulations)	194
Tableau 50 Simulation des concentrations en oxygène de la liqueur mixte et du biofilm en aérobique 2 IFAS en fonction des taux de remplissage en supports (à $16^{\circ}C$)	198
Tableau 51 Synthèse des variables simulées pour une gamme de charges massique de 0,20 à 0,40 $\text{kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/j$	200
Tableau 52 Concentrations en oxygène des réacteurs et moyenne des 5 couches du biofilm, et concentration en $DCO_{filtrée}$ au rejet simulées pour trois températures d'eau usée (10, 16 et $20^{\circ}C$)	202

INTRODUCTION

Les eaux résiduaires urbaines, générées par l'activité domestique, sont riches en azote. Cet élément, le plus souvent sous forme d'urée ou d'azote ammoniacal, est responsable avec le phosphore de l'eutrophisation des cours d'eau. Dans les années 70, l'union européenne a réglementé la présence d'azote dans les eaux usées et potables, circulaires du 17 mars 1978 et du 4 novembre 1980. A partir des années 90, la directive DERU 91/271/CEE du 21 mai 1991, transcrite en droit français par le décret 94-469 du 3 juin 1994 et l'arrêté du 22 juin 2007, impose alors une réduction systématique des charges polluantes domestiques pour les agglomérations dont les rejets dépassent 120 kgDBO₅/j. L'arrêté de 22 juin 2007 exige une concentration en azote maximale de 15 mgN/L associée à un rendement minimum de 70% pour les stations de charge brute reçues supérieure à 600 kgDBO₅/j. Ces obligations sont associées, dans certaines zones sensibles à l'eutrophisation, à des contraintes d'élimination de l'azote et du phosphore (zonage régulièrement révisé). Le bilan établi par l'ONEMA en 2010 a estimé que 268 stations sur 3280 d'une capacité supérieure à 2000 EH étaient non conformes aux normes de rejet de matière organique et/ou d'azote/phosphore.

Les agglomérations, sous la pression d'une réglementation toujours plus exigeante sur le traitement de l'azote et d'un contexte foncier peu favorable, sont donc à la recherche de procédés plus performant et plus compact. A la fin des années 80 la Norwegian University of Science and Technology (NTNU) de Trondheim a développé la technologie MBBR (Moving Bed Biofilm reactor) permettant un traitement de l'azote performant en s'affranchissant des inconvénients des procédés à boues activées ou à biofiltre (Ødegaard, 2006). Cette technologie s'est alors perfectionnée au cours des années 90 avec le couplage boue activée/biofilm : le procédé hybride à culture fixée fluidisée « IFAS » (Integrated Fixed Film Activated Sludge) a été développé.

Le procédé IFAS couplant culture libre/culture fixées, met en œuvre des supports plastiques fluidisés au sein des boues activées. Le développement de biofilm sur un support permet de favoriser le processus de nitrification alors que les conditions de traitement sont défavorables en phase liquide (liqueur mixte). La facilité de mise en place de cette technologie, en comparaison à d'autres techniques (ex. biofiltres, MBBR), lui donne un

avantage en réhabilitation de stations d'épuration de type boue activée. Quelques stations ont choisi cette technologie pour augmenter leur capacité de traitement notamment en Amérique du Nord (Randall et Sen 1996). En France, deux stations de ce type ont récemment été mises en route (Lille-Marquette et Vienne).

Si les performances de ces procédés sont prouvées par de nombreux cas d'applications industrielles, le dimensionnement et la conduite de cette technologie pourrait être optimisée. Les performances du procédé doivent être mises en relation avec des conditions de fonctionnement variables ou non tels que la température, les charges massiques appliquées, le taux de remplissage en support. Il est nécessaire d'aller plus loin en identifiant la capacité de nitrification du biofilm et les facteurs qui l'influencent. Il est nécessaire d'établir des règles de dimensionnement et des recommandations pour la conduite du procédé IFAS en traitement de l'azote et du carbone.

La modélisation dynamique est un atout dans la conduite, la compréhension et l'évaluation des technologies de traitement. Depuis l'élaboration des premiers modèles épuratoires dans les années 70, ceux-ci tendent à se complexifier et à intégrer des processus complexes permettant des simulations de bonne qualité. Néanmoins il est nécessaire d'adapter et de caler ces modèles aux nouvelles technologies de traitement pour obtenir des simulations précises et optimiser le dimensionnement de ces procédés. La création de protocole de calage synthétique et précis des paramètres des modèles est essentielle.

L'objectif principal de ce travail de thèse est donc de fournir des outils nécessaires à la compréhension de la technologie IFAS pour une conduite et un dimensionnement optimisés en traitement de l'azote et du carbone. Dans ce but, nous avons approfondi le fonctionnement du procédé selon deux axes :

- Evaluation d'une filière IFAS en traitement de l'azote et du carbone (rendement, concentration au rejet) en fonction de la température, des charges massiques appliquées et du séquençage apports en oxygène,
- Détermination des conditions régissant la croissance de la biomasse autotrophe sur le biofilm car ce sont ces cinétiques qui conditionnent le dimensionnement ;

Pour répondre à ces objectifs, nous avons mis en œuvre une démarche expérimentale associée à un travail de modélisation du procédé. Une installation pilote IFAS de taille semi-

industrielle et spécifiquement instrumentée a été étudiée pendant 2 ans. En plus des performances de l'installation, un suivi des paramètres de nitrification et dénitrification par réacteur (vitesse) et par phase (liqueur mixte/biofilm) a été réalisé. Un suivi fin des conditions de traitement ont permis d'évaluer l'influence de celles-ci sur la biomasse autotrophes.

Les mesures obtenues ont ensuite permis d'alimenter un modèle du procédé IFAS présent dans le simulateur GPS-X. Une étude approfondie des paramètres du modèle associée aux nombreuses données récoltées sur pilote, a permis de déterminer les paramètres sensibles du modèle et d'établir un protocole de calage. Le jeu de paramètres a été calé et testé sur 3 jeux de données de manière à déterminer le domaine de validité du modèle. Le jeu de paramètres calés a enfin été utilisé pour une série de simulations prédictives. Ces simulations apportent des informations supplémentaires sur les règles de dimensionnement du procédé.

Ce travail de thèse est présenté sous forme d'un mémoire composé de cinq parties :

- Une synthèse bibliographique, ce chapitre fait un état de l'art du dimensionnement IFAS et de ses performances en traitement de l'azote et du carbone. Elle présente également une analyse critique des modèles existants : biofilm, boue activée et IFAS,
- Une présentation de l'approche méthodologique et de l'instrumentation utilisée. Cette partie fixe le contexte du suivi expérimental : eau usée, instrumentation, protocole de suivi. Puis, s'intéresse aux mesures ciblées qui ont permis une analyse fine du processus de nitrification,
- L'étude d'un pilote IFAS de taille semi-industrielle en « configuration trois bassins », ce chapitre présente les résultats du suivi du procédé IFAS confrontés aux conditions de traitement appliquées. Une discussion est d'abord articulée autour des concentrations aux rejets et des rendements de traitement de l'azote et du carbone observés. La discussion est ensuite menée sur l'évolution des capacités de nitrification de la liqueur et du biofilm en fonction des conditions de traitement,
- Le calage du modèle IFAS dans GPS-X, une analyse fine du modèle choisi et de ces paramètres est présentée dans cette partie. Le choix et le calage d'un jeu de paramètres sensibles permettant au modèle des simulations fiables sont présentés. Ce calage est réalisé sur des simulations à court terme et long terme et fait l'objet de

l'élaboration d'un protocole précis dont la construction est détaillée. Nous définirons également le domaine de validité du modèle,

- Les simulations prédictives du procédé IFAS en « configuration trois bassins », ces simulations utilisent le modèle comme un moyen d'optimisation du dimensionnement. La modification des variables du procédé (taux de remplissage, température, charge massique appliquée), des informations supplémentaires sur les bonnes pratiques de dimensionnement du procédé IFAS.

Le manuscrit se termine par une partie conclusive reprenant les principales avancées du travail, et proposant différentes perspectives.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. Les procédés à culture fixée fluidisée : cas du procédé « IFAS »

I.1.1. Historique

Les procédés à biomasse fixée/fluidisée désignent les réacteurs intégrant une culture fixée sur support fluidisé dans une culture libre de type boue activée (BA). Les procédés permettent de maintenir la biomasse nitrifiante d'un bassin par le développement de biofilm sur un support. C'est pourquoi l'Integrated Fixed Film Activated Sludge « IFAS » est considéré comme la solution pour la réhabilitation de station où le traitement de l'azote est demandé, et pour les stations ayant atteint leur charge maximale de fonctionnement ne permettant plus le développement de biomasse nitrifiante.

Dans les années 80, l'université de Trondheim en Norvège et la société Kaldnes-Miljoteknologi posent les bases du procédé MBBR « Moving Bed Biofilm Reactor », première technologie utilisant un biofilm sur supports fluidisés. Le procédé IFAS est souvent lié aux procédés MBBR car il utilise le même type de supports fluidisés. A la différence du MBBR, l'IFAS nécessite une recirculation des boues dans le bioréacteur afin de maintenir une biomasse en suspension.

En 1996, une étude de Randal et Sen (1996) donne les nombreux avantages de l'incorporation de biofilm dans une boue activée pour la réhabilitation de la station d'Annapolis dans le Maryland. Dans les années 2000, plusieurs autres stations d'Amérique du nord sont réhabilitées en IFAS pour traiter l'azote. Ce sera le cas de la station de Broomfield dans le Colorado sur laquelle de nombreuses études scientifiques seront menées.

I.1.2. Les supports (ou biomedias)

Les biomedias représentent le support placé dans le réacteur sur lequel se développe le biofilm. Ce support peut être soit fluidisé, soit fixé dans le bassin.

Le type de support fixé le plus utilisé prend la forme de fibres en polyvinyle, polyester ou polyéthylène (Hubbell et Krichen, 2004, Hubbel *et al.*, 2006). La répartition de ces fibres dans l'espace crée un milieu poreux favorable au développement du biofilm. Ce type de

support, d'abord développé au Japon, équipe également des stations américaines (Randall et Sen, 1996, Hubbel *et al.*, 2006). La quantité de support implanté dans le bassin s'exprime en mètre linéaire de fibre installée. La figure 1 présente le procédé Bioweb.

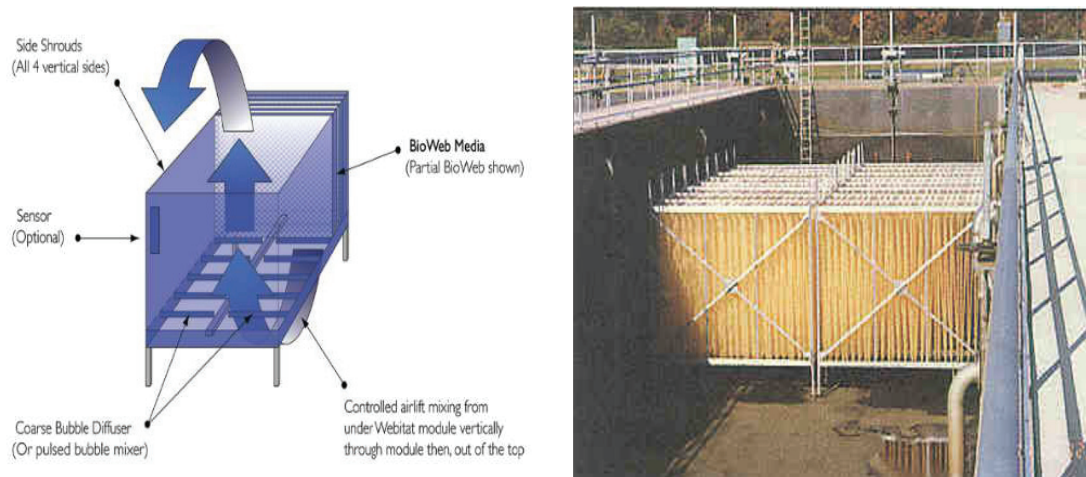
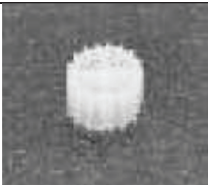
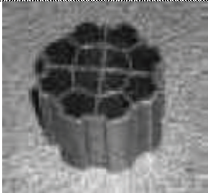
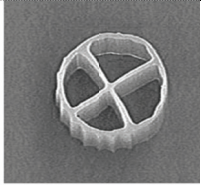


Figure 1 Support fixés de la technologie IFAS « Bioweb » (Hubbel *et al.*, 2006)

Il n'y a pas de risque de perte de support par débordement ou par la sortie du bassin. Cependant, une charge en DCO trop élevée favorise le développement de vers rouges déstructurant le biofilm et un colmatage est observé (Copithorn *et al.*, 2006).

Les supports flottants ou dispersés sont des petites pièces de plastique ou éponge. Ils sont fluidisés dans le réacteur par injection d'air en zone aérobie. Le tableau 1 présente certains supports utilisés sur des installations IFAS existantes.

Tableau 1 Caractéristiques des différents supports présents sur le marché (inspiré de McQuarrie et Boltz, 2011)

Nom	Société commercialisant le support	Dimension <i>Diamètre/ Hauteur (mm)</i>	Matériaux	Surface spécifique développée <i>(m²/m³)</i>	Photo
K1	Kaldnes	9.1/7.2	PEHD*	500	
K3	Kaldnes	25/12	PEHD*	300	
ActiveCell 450	Headwork BIO	22/15	PE	400	
ActiveCell 515	Headwork BIO	22/15	PE	485	
Bioportz	ENTEX	13/9	PEHD*	576	
BMX2	Vinci Environnement	5/7	PEHD*	1200	
BMX1	Vinci Environnement	10/7	PEHD*	545	

*Polyéthylène à Haute Densité

Les supports fluidisés se distinguent entre eux par leur surface spécifique. Elle correspond à la surface des parois internes du support pour un volume apparent du lit en vrac. Ces parois internes, colonisables par le biofilm, sont protégées des conditions hydrodynamiques turbulentes. La géométrie du support définit sa surface spécifique et l'accessibilité du biofilm au substrat. Toutes les géométries ne favorisent pas l'accès du biofilm au substrat (par ex. supports non percés) et certaines pénaliseraient les rendements d'élimination (Barry, 2013).

La quantité de biomasse développée sur les supports s'exprime à l'aide de la surface spécifique effective ($M_{\text{surf,biofilm}}$). Celle-ci dépend du taux de remplissage du réacteur et de la surface spécifique des supports choisis. Par exemple, pour un support de surface spécifique de $500 \text{ m}^2/\text{m}^3_{\text{support}}$ à 40% de remplissage, sa surface spécifique effective sera de $200 \text{ m}^2/\text{m}^3_{\text{réacteur}}$.

Le taux de remplissage dépend de la quantité de biomasse nécessaire au traitement de la charge appliquée sur le réacteur et peut varier de 30 à 60% (Randall et Sen, 1996, Regmi *et al.*, 2011, Onnis-Hayden *et al.*, 2007, Copithorn *et al.*, 2010). Au-delà de 60% de remplissage, l'énergie nécessaire à la fluidisation est trop importante (Ødegaard, 2006b).

Le volume de réacteur occupé par les supports pénalise le volume d'eau disponible pour les réactions biologiques au sein des réacteurs. Elle représente entre 5 à 15% du volume du bassin en fonction du type de supports pour un taux de remplissage de 100% (McQuarrie et Boltz, 2011). Les bassins doivent être équipés de grille de rétention pour éviter la perte des supports fluidisés vers le milieu naturel.

I.1.3. La mise en mouvement des supports en réacteur aéré : fluidisation

La mise en mouvement des supports consiste à faire passer de l'air à travers le lit de particules. Au-delà d'un certain débit d'air, les particules sont mises en mouvement grâce aux mouvements d'eau : ce mécanisme, mettant en jeu trois phases, est appelé fluidisation inverse (que nous appellerons fluidisation dans la suite de cette étude). Un réacteur IFAS est tri-phasique : gaz-liquide-solide ; le système résultant d'une bonne fluidisation possède des caractéristiques hydrodynamiques similaires à celle des fluides.

La figure 2 représente le mouvement de fluidisation des supports en flottation libre par injection d'air ascendant.

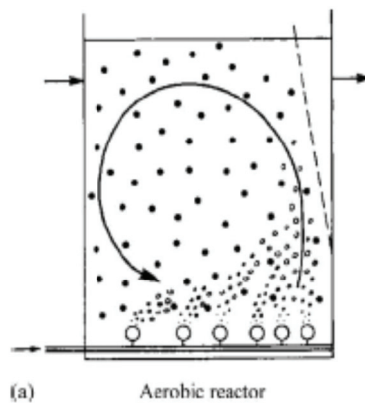


Figure 2 Mouvement de fluidisation des supports en flottation libre en zone aérobie (Rusten *et al.*, 2006)

Les supports plastiques sont en polyéthylène qui leur confère une densité mouillée quasiment égale à celle de l'eau entre 0,95 à 1,05 kg/m³. Cette densité facilite la mise en mouvement des supports. L'ajout de gaz diminue localement la densité du fluide entourant les supports, et de ce fait ils ont tendance à couler. Les bulles d'air ascendantes entraînent également la phase liquide qui à son tour met en mouvement les supports plastiques en « spiral flow ». Ce type de lit est nommé lit turbulent inversé (Comte *et al.*, 1997, Buffière et Moletta, 1999).

Le profil hydrodynamique de chaque pièce favorise la fluidisation du lit. McQuarrie et Boltz (2011) ont représenté (figure 3) les axes de rotation d'un support K1 en fonction de la direction du débit (flèches grises). Le biofilm subit des contraintes fortes et les conditions hydrodynamiques ont une influence importante sur la croissance du biofilm (Paul *et al.*, 2007).

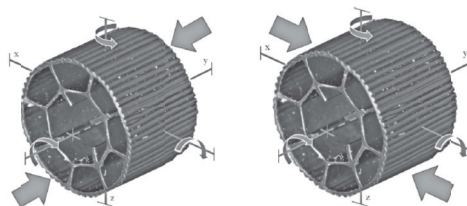


Figure 3 Les trois axes de rotation d'un support K1 lors de sa fluidisation (McQuarrie et Boltz, 2011)

La fluidisation du lit est assurée par les rampes d'aération du réacteur. Cette aération a ainsi un double rôle de fluidisation et d'apport d'oxygène pour la biomasse. C'est pourquoi les réacteurs à culture fixée fluidisés sont équipés de rampes de type « grosses bulles ».

Cependant des bulles de tailles plus grosses que celles générées par des membranes d'aération fine bulle ont un impact négatif sur le transfert d'oxygène dans le réacteur (Henkel *et al.*, 2009). Des études précédentes ont montré que le procédé IFAS a des besoins en aération environ deux fois supérieures à une boue activée (BA) pour une même charge traitée (Rosso *et al.*, 2011, Stricker *et al.*, 2009) ceci pour satisfaire à la fois le traitement biologique et la fluidisation. L'apport d'oxygène est le premier poste de dépenses énergétiques d'une station, ainsi l'optimisation de la fluidisation et du transfert d'oxygène visent à diminuer l'empreinte énergétique du procédé.

I.1.4. Application de l'IFAS en nitrification

I.1.4.1. Comparaison Boue Activée et IFAS en traitement de l'azote

Lors de la conversion de la station de Broomfield en IFAS, une seule file de traitement a été transformée afin de permettre des mesures comparatives de performances. La charge d'ammonium éliminée en fonction de la charge en ammonium appliquée a été représentée par McQuarrie *et al.* (2004), en figure 4.

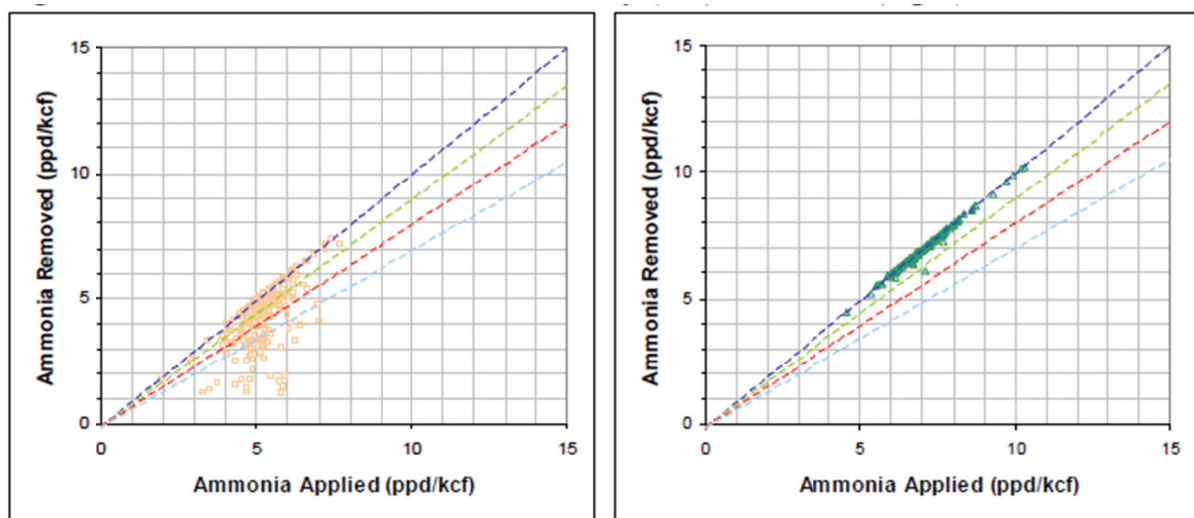


Figure 4 Comparaison des performances d'élimination de l'azote réduit sur filière BA (Gauche) et IFAS (Droite) : $1\text{ppd/kcf}=17,85\text{gN/m}^3_{\text{aéré}}/\text{j}$. (McQuarrie *et al.*, 2004)

Les traits bleu, vert, rouge et bleu clair représentent respectivement un rendement de 100%, 90%, 80% et 70% de nitrification. A des charges élevées, l'IFAS possède un rendement proche de 100%. Les mesures réalisées sur la file IFAS de la station de Lakeview ont montré une augmentation de la consommation d'azote réduit par rapport à la file boue activée de

50 à 150% en fonction des conditions de charge (Stricker *et al.*, 2009). Ces études n'ont pas mis en valeur de limites dans les performances de nitrification du procédé.

I.1.4.2. Rappel des mécanismes de traitement biologique de l'azote

Dans cette partie, nous reprenons les éléments de principe du traitement de l'azote pour le traitement des eaux usées. L'azote est traité par voie biologique dans les stations d'épuration selon deux mécanismes : l'assimilation et la nitrification associée à la dénitrification.

Assimilation de l'azote par la biomasse

Lors de la croissance de la biomasse hétérotrophe et autotrophe, une quantité non négligeable d'azote est assimilée pour former de la nouvelle biomasse. Le rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe (Y_H) est élevé et est égale à $0,67 \text{ g}_{\text{DCO}_{\text{biomasse}}}/\text{g}_{\text{DCO}_{\text{éliminée}}}$ (Henze *et al.*, 2000). La figure 5 schématise la réaction de croissance de la biomasse hétérotrophe avec un substrat carboné.

L'assimilation conduit à une élimination de l'ordre de 10 à 25% de l'azote présent dans l'eau usée brute urbaine en bassin boues activées faible charge (Deronzier *et al.*, 2001). La part d'azote éliminée représente environ 5% de la masse de DBO_5 éliminée.

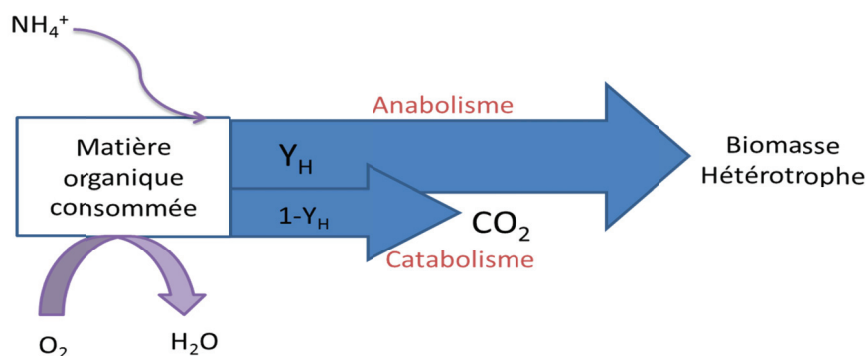


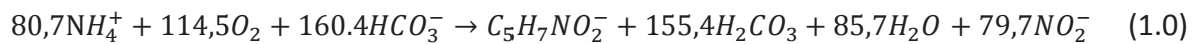
Figure 5 Utilisation du NH_4^+ pour l'assimilation

Nitrification par la biomasse autotrophe

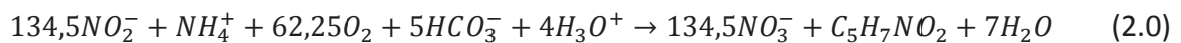
La nitrification est l'oxydation de l'azote ammoniacal en nitrites puis en nitrates. Cette transformation se fait en deux étapes : des bactéries oxydent l'ammonium en nitrites (AOB) puis d'autres bactéries oxydent les nitrites en nitrates (NOB). Ces bactéries nitrifiantes

sont toutes autotrophes c'est-à-dire qu'elles produisent de la biomasse vivante grâce à la réduction de carbone minéral sous forme de carbonates (HCO_3^-).

Les bactéries de type *Nitrosomas* réalisent l'étape de nitritation (équation 1) mais d'autres taxons existent.



Le rendement en biomasse de cette réaction est estimé à 0,1 gMVS/gN- NH_4^+ soit 0,14 gDCO/gN- NH_4^+ en considérant que 1 gMVS s'apparente à 1,4 gDCO (Choubert, 2002). L'étape de nitratisation est réalisée par d'autres bactéries autotrophes. Les plus connues sont *Nitrospira* et *Nitrobacter* (Equation 2).



Cette réaction entraîne la formation de 0,06 gMVS/gN- NO_2^- équivalent à 0,085 gDCO/gN- NO_2^- . Ces deux réactions se font en présence d'oxygène et de carbone minéral. La réaction de nitrification globale s'écrit (Metcalf et Eddy et Eddy, 2003) :

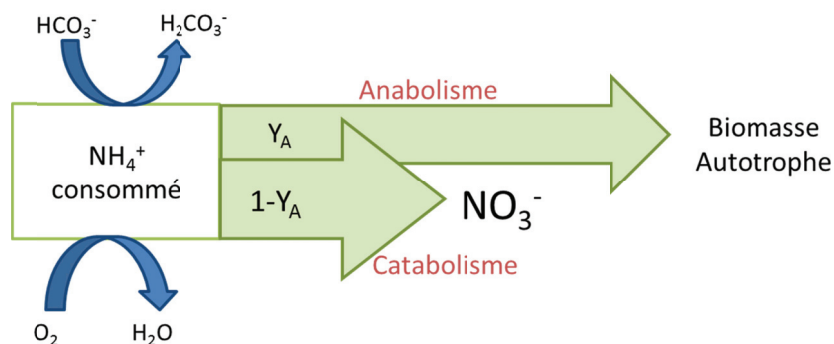
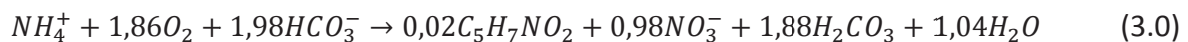


Figure 6 Utilisation du NH_4^+ pour la réaction de nitrification

Henze *et al.* (2000) estiment que cette synthèse permet la création de 0,24 gDCO_{biomasse}/gN_{nitrifié} (Y_A) soit 0,17 gMVS/gN_{nitrifié}. Comparativement à l'assimilation hétérotrophe, cette synthèse traduit une croissance faible des autotrophes pour une production de nitrates élevée (figure 6). Le taux de croissance des bactéries nitrifiantes est nettement inférieur à celui des hétérotrophes. Ainsi à 20°C les valeurs suivantes sont retenues (Deronzier *et al.*, 2001, Henze *et al.*, 2000):

$\mu_{aa,max} = 1,0 \text{ jour}^{-1}$ pour les nitratantes (NOB)

$\mu_{ai,max} = 0,7 \text{ jour}^{-1}$ pour les nitritantes (AOB)

$\mu_{h,max} = 6,0 \text{ jour}^{-1}$ pour les hétérotrophes

L'influence de la température sur la vitesse de réaction de nitrification est communément exprimée par la loi d'Arrhenius (Rusten *et al.*, 1995, Metcalf et Eddy, 2003), équation 4.

$$k_{t1} = k_{t2} \cdot \theta^{(T1-T2)} \quad (4.0)$$

k_{t1} = vitesse d'élimination de l'ammonium à T_1 (g N-NH₄⁺/m²/j)

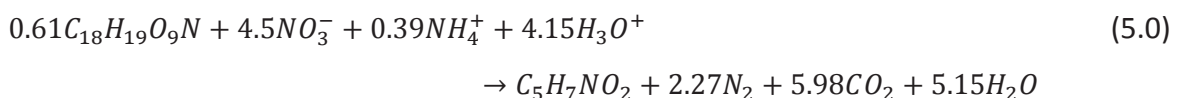
k_{t2} = vitesse d'élimination de l'ammonium à T_2 (g N-NH₄⁺/m²/j)

θ = coefficient apparent de nitrification, dépendant des cinétiques biologiques à la température T. La bibliographie sur la nitrification en boue activée montre des valeurs de ce coefficient comprises entre 1,029 et 1,076 pour $\mu_{a,max}$ et b_a (Salveti *et al.*, 2006, Deronzier *et al.*, 2001, Wentzel *et al.*, 1991).

A très faibles températures (< à 6°C), l'installation d'une biomasse nitrifiante s'avère délicate, voire impossible pour des températures < à 4°C (Canler *et al.*, 2007).

Dénitrification

La dénitrification est une réaction de transformation des nitrates (NO₃⁻) en oxyde nitreux (N₂O) puis azote gazeux (N₂) (équation 5). Cette réaction est réalisée par des bactéries hétérotrophes comme *Pseudomonas* ou *Bacillus* en présence de nitrates et en l'absence d'oxygène dissous (Metcalf et Eddy, 2003).



Dans des conditions dites anoxiques, la biomasse hétérotrophe utilise les ions nitrates (NO₃⁻) comme accepteur final d'électrons. Une concentration supérieure à 0,2 mg O₂/L inhibe totalement la dénitrification (Metcalf et Eddy, 2003).

En boue activée, la température a moins d'influence sur l'activité de la biomasse hétérotrophe. Pour une gamme de 10 à 35°C il est possible d'obtenir de bonnes vitesses de dénitrification (Knowles, 1982).

La consommation de nitrates par les hétérotrophes est très sensible à la présence de DCO facilement biodégradable disponible dans le milieu. L'utilisation de nitrates comme

accepteurs d'électrons doit s'accompagner d'une consommation de quantité suffisante de matières organiques comme donneurs d'électrons (Naidoo *et al.*, 1998). Ainsi le processus de dénitrification nécessite $2,86 \text{ gDCO/gN}_{\text{dénitrifiée}}$ (Grady *et al.*, 1999). Trois sources de carbone sont utilisables pour les bactéries dénitrifiantes :

- DCO soluble apportée par l'eau brute,
- DCO endogène produite par la mort de la biomasse
- DCO dite exogène parfois apportée dans le milieu par l'exploitant (souvent méthanol).

I.1.4.3. Besoins en oxygène pour l'étape de nitrification

La nitrification s'établit dans un milieu aérobie. En tenant compte des équations 1 et 2, le besoin en oxygène nécessaire à la nitrification est de $3,43 \text{ gO}_2/\text{gN-NH}_4^+$ pour les bactéries AOB et $1,14 \text{ gO}_2/\text{gN-NO}_2$ pour les bactéries NOB, ce qui totalise un besoin de $4,57 \text{ gO}_2/\text{gN}_{\text{nitrifié}}$. (Metcalf et Eddy, 2003).

En culture libre de type boue activée une concentration supérieure à $3,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$ est optimale pour le traitement du carbone et la nitrification dans un même bassin (Metcalf et Eddy, 2003). Pour le procédé MBBR et IFAS, les limitations du transfert d'oxygène au sein du biofilm nécessitent de travailler à une concentration en oxygène supérieure à ce seuil. Le tableau 2 présente les gammes de concentrations en oxygène de cinq stations référencées en IFAS.

Tableau 2 Concentrations en oxygène appliquées sur cinq stations en IFAS

	Broomfield ^a	Lakeview ^b	Trondheim ^c	Newport News ^d	Greensboro ^e
Concentration en O₂ (mgO₂/L)	4,0 – 8,0	>4,8	2,8 – 4,2	3,0 – 5,5	3,6 – 3,8

(a) Onnis-Hayden *et al.*, 2007 ; (b) Stricker *et al.* 2009 (c) di Trapani *et al.*, 2011 ; (d) Regmi *et al.* 2011 ; (e) Rosso *et al.* 2011

En MBBR une concentration minimale en oxygène dissous de $5,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$ à 10°C est recommandée (Rusten *et al.*, 1995a). Stricker *et al.* (2009) observent, en IFAS, une concentration supérieure à $4,8 \text{ mgO}_2/\text{L}$ à 20°C pour un biofilm bien aéré.

I.1.4.4. Age de boue en culture libre (MLSRT)

Les bactéries autotrophes possèdent un taux de croissance de $0,7$ à $1,0 \text{ j}^{-1}$ à 20°C (Cf. I.A.4.2) ce qui est faible par rapport au taux de croissance des bactéries hétérotrophes. En station fonctionnant à des charges élevées les bactéries autotrophes n'ont pas le temps de se développer et sont lessivées du système. Le temps de séjour des boues ou « âge de boue » en culture libre (MLSRT pour « Mixed Liquor Sludge Retention Time ») permet d'approcher cette limite cinétique.

Soit un réacteur de volume V avec une concentration de boue X recevant un débit entrant Q . Soit t_{ext} le taux d'extraction des boues (tel que $t_{ext}=Q_{ext}/Q$), X_{ext} la concentration en boue extraite et TSH le temps de séjour hydraulique (défini comme $TSH=V/Q$). Si le procédé fonctionne en régime permanent, le MLSRT est défini par :

$$MLSRT = \frac{X.V}{(1-t_{ext}).Q.X_s + t_{ext}.Q.X_{ext}} \quad (6.0)$$

Cet âge de boues permet une approche moyenne du temps de séjour des boues d'un système à l'état stationnaire. Il est également déterminé en considérant seulement la croissance de la biomasse en zone aérobie définissant ainsi le MLSRT aérobie. De manière expérimentale, il est déterminé par des bilans de masse en boue journaliers ou hebdomadaires en régime stationnaire (Vaccari *et al.*, 1985).

Il est possible d'observer les variations journalière du MLSRT en régime dynamique de fonctionnement par un calcul itératif tenant compte de la production de boue par jour dans le système (F_p) et la masse de boue mesurée (M) (Takacs, 2008):

$$MLSRT_j = MLSRT_{j-1} + 1 - \frac{MLSRT_{j-1}.F_p}{M_j} \quad (7.0)$$

Le MLSRT dépend de la charge massique (C_m) représentant la quantité de nutriment (en DBO_5) apportée par kg de biomasse (MVS) et par jour. Ainsi, une charge massique élevée augmentera la production de boue qui entraînera une augmentation de la masse de boue extraite du système diminuant le temps de séjour des boues.

Le tableau 3 référence pour des conditions de charge massique et de température, le MLSRT optimal d'un ouvrage en boue activée aérée en continu (Canler *et al.*, 2007). Ces valeurs s'appliquent sur des installations où le démarrage de la biomasse nitrifiante est

recherché. Lorsque la biomasse est déjà installée, des charges massiques légèrement supérieures peuvent être retenues.

A 20°C, la nitrification d'un réacteur en boue activée en aération continue est possible jusqu'à un MLSRT de 4 jours (McClintock *et al.*, 1993, Salem *et al.*, 2003). Cependant, en aération continue, la concentration en nitrates en sortie de traitement biologique augmente et perturbe l'étape de séparation par décantation, induisant des pertes de boues.

Tableau 3 Charge massique et âge des boues en fonction de la température en boue activée pour maintenir une biomasse autotrophe en culture libre

Température (°C)	10°C	15°C	20°C
Cm (kgDBO₅/kgMVSLM/j)	0,10	0,15	0,20
MLSRT (j)	16-18	10-12	8-9

I.1.4.5. Temps de séjour minimum des bactéries autotrophes (MCRT)

Le temps de séjour minimum cellulaire (MCRT pour « minimal cell retention time ») détermine le temps de séjour minimum nécessaire aux cellules autotrophes pour éviter leur lessivage. En considérant la croissance autotrophe réelle μ_a et la mortalité b_a dans un réacteur aéré, ce MCRT est calculé par l'équation 8 (Choubert, 2002).

$$MCRT = \frac{V_{tot}}{\mu_a \cdot V_{aéré} \cdot \beta - b_a \cdot V_{tot}} \quad (8.0)$$

Avec

V_{tot} : volume total de la filière incluant les zones d'anoxies (m³)

μ_a : croissance autotrophe réel (j⁻¹), se déduit de la croissance maximale ($\mu_{a,max}$) par l'équation de Monod.

$V_{aéré}$: volume aérobie de la filière (m³)

b_a : taux de mortalité autotrophe (j⁻¹)

β : fraction aérée de la zone aérobie si séquençage de l'aération (-)

L'équation 8 tient compte des volumes aérés pour la croissance des bactéries autotrophes et intègre les limites cinétiques liées au substrat et à l'oxygène par l'équation de Monod.

Ce MCRT peut être comparé au MLSRT afin d'évaluer, par rapport au cinétique autotrophe, un possible maintien de la nitrification.

I.1.4.6. Configuration du procédé

L'IFAS est une technologie appliquée en traitement secondaire pour la réhabilitation de stations traitant des eaux résiduaires urbaines. Elle peut être adaptée sur tout type de configuration existante : traitement du carbone, nitrification ou dénitrification (Copithorn *et al.*, 2010).

La fondation américaine Water Environment Research Foundation (WERF) décrit une configuration largement utilisée pour le procédé IFAS et présentée en figure 7.

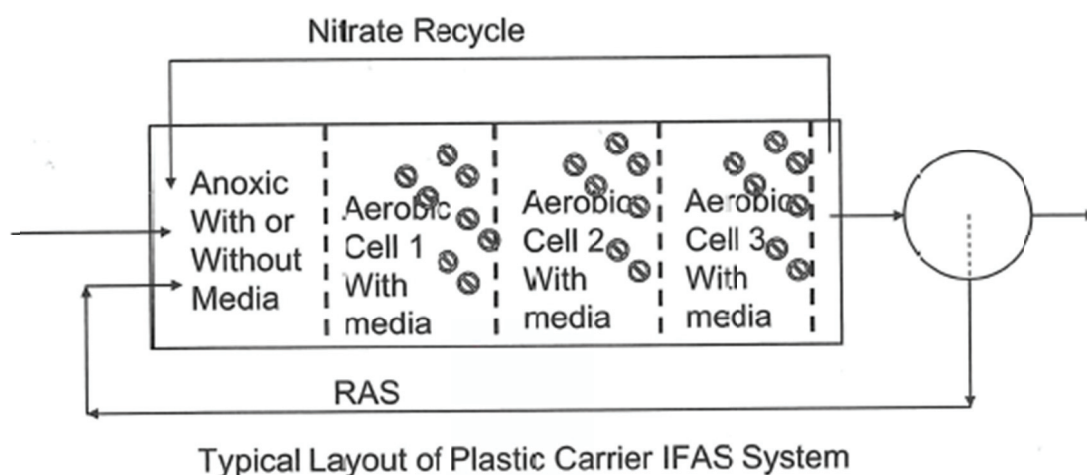


Figure 7 Configuration typique de l'IFAS (Copithorn *et al.*, 2010)

Les supports sont ajoutés dans un à trois bassins aérés en fonction des charges à traiter. Cette configuration a pour objectif d'augmenter la biomasse autotrophe du bassin sans augmenter le volume des bassins (Rutt *et al.*, 2006b, Regmi *et al.*, 2011)

La première zone aérobie avec supports traite la charge carbonée, les bactéries autotrophes se développent peu. Le substrat carboné favorise le développement des bactéries hétérotrophes au détriment de la biomasse autotrophe (Kim *et al.*, 2011).

La deuxième zone aérobie avec supports réalise l'étape de nitrification. La charge carbonée étant traitée dans le premier réacteur, la biomasse autotrophe dispose de toutes les conditions favorables pour se développer.

La troisième zone aérobie avec supports permet de nitrifier la charge d'azote résiduelle après le deuxième réacteur. Cette zone supplémentaire finalise le traitement dans le cas d'effluents chargés en carbone et/ou en azote (Copithorn *et al.*, 2010).

La station de Newport News en Virginie (45000 EH) est équipée d'une zone aérobie IFAS à 50% de taux de remplissage de supports K3, totalisant 465 m³ de support (Regmi *et al.*, 2011). La station pilote de South Durham dans le Maryland possède deux zones aérées IFAS avec 50% de remplissage de supports Bioportz (Kim *et al.*, 2011). La station de Broomfield dans le Colorado (115000 EH) dispose d'une zone aérobie IFAS incluant deux étages avec 30% de supports Anox-Kaldnes K1, ce qui totalise 1360 m³ de supports en vrac (McQuarrie *et al.*, 2004, Rutt *et al.*, 2006b). Sur toutes ces stations, la zone aérobie IFAS représente environ 65 à 70% du volume total du réacteur biologique.

Le bassin IFAS peut également être placé après une zone en boue activée aérobie tel que schématisé à la figure 8. Cette configuration est choisie pour des stations qui veulent minimiser la quantité de supports, très coûteux. La charge carbonée est traitée avant le bassin IFAS, ce qui permet d'atténuer la compétition entre les bactéries hétérotrophes et autotrophes, sans ajout de supports supplémentaires (Di Trapani *et al.*, 2011, Stricker *et al.*, 2009).

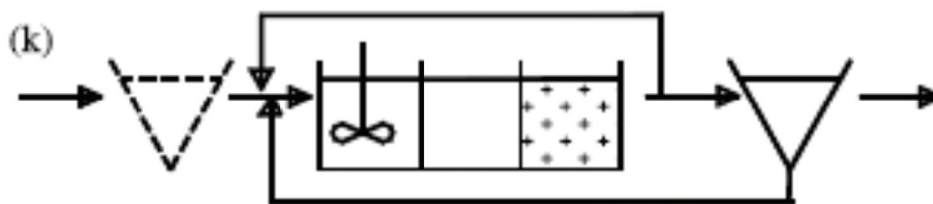


Figure 8 Configuration décrite par Odegaard *et al.* (Ødegaard, 2006a)

Les stations d'Annapolis dans le Maryland (250000 EH) (Randall et Sen, 1996) et Lakeview en Ontario (95000 EH) (Stricker *et al.*, 2009) utilisent cette configuration. La station de Lakeview en Ontario a été convertie en IFAS en 2003. Des supports ActiveCell 450 ont été ajoutés dans les deux derniers réacteurs aérobies à un taux de remplissage de 46%. La zone aérobie IFAS représente 67% du volume total du réacteur, la zone aérobie boue activée

quant à elle représente 25%, le volume restant est en condition anoxique pour l'étape de dénitrification.

Ces stations disposent toutes d'une zone anoxie pour l'étape de pré-dénitrification.

Ces stations sont toutes des stations réhabilitées en vue d'augmenter les performances de nitrification. La zone de pré-dénitrification occupe environ 30% du volume de la filière. L'ajout d'une zone de post-dénitrification est souvent envisagé lors de la mise en place d'une contrainte réglementaire sur l'azote global au rejet.

I.1.5. Conclusion

Les améliorations apportées par le procédé IFAS proviennent de l'incorporation de support permettant le développement de biofilm bactérien dans une culture suspendue de type « boue activée ». L'objectif de ce biofilm est de réaliser la nitrification en culture fixée et de s'affranchir des conditions non-adéquates pour celle-ci (MLSRT) en culture libre. De nombreux types de support plastique existent avec comme caractéristiques leur flottabilité, pour la fluidisation, et leur surface spécifique, pour la quantité de biomasse développée.

L'IFAS est consommateur d'énergie pour la mise en mouvement des supports, et l'amélioration de la dépense énergétique passe par la maîtrise de la fluidisation et de l'apport d'oxygène. Peu d'études ont été menées afin de caractériser l'efficacité de transfert de l'oxygène en IFAS et la fluidisation.

Le traitement de l'azote en station d'épuration est une étape particulière du traitement des eaux usées. Les biomasses autotrophes, soumises à des cinétiques de croissance plus faibles, sont sensibles aux conditions locales de fonctionnement telles que:

- La température qui ralentit la croissance cellulaire,
- La concentration en oxygène dissous supérieure à $4,8\text{mgO}_2/\text{L}$ pour un biofilm,
- Le $\text{MLSRT} > 8$ jours en aération continue à 20°C pour une boue activée, le calcul du temps de séjour théorique (MCRT) permet une première approche de cette limitation.

Le taux de remplissage du réacteur en supports doit être déterminé sur la base de performances de nitrification recherchées. Il est donc important de caractériser la participation du biofilm à l'étape de nitrification ainsi que le développement d'autotrophes en fonction des conditions opératoires de fonctionnement.

La configuration choisie pour cette étude est le couplage d'une zone boue activée et d'une zone IFAS à culture fixée fluidisée afin de minimiser la quantité (et donc le coût) des supports.

I.2. Procédé IFAS : Dimensionnement

Le procédé IFAS a été étudié dans des configurations différentes à l'échelle pilote ou en application réelle. La diversité des configurations décrites plus haut rend nécessaire une synthèse des performances de traitement du procédé. Le but de ce chapitre est d'effectuer un état du dimensionnement du procédé IFAS en termes de charges massiques appliquées, charges volumiques, flux traités et rendements ainsi que d'évaluer la contribution du biofilm au processus de nitrification.

I.2.1. Performances de traitement et dimensionnement observé

I.2.1.1. Charges massiques appliquées et temps de séjour hydraulique

Les stations en IFAS sont dimensionnées pour des charges massiques appliquées sur la culture libre élevées par rapport au procédé boue activée en aération prolongée (BAAP) usuellement dimensionné avec $C_m < 0,1 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$ comme le présente le tableau 4. Les stations IFAS de Broomfield et Lakeview ont été dimensionnées pour une charge massique de $0,25 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$ (Rutt *et al.*, 2006b, Stricker *et al.*, 2009). Cependant la charge appliquée à ces deux stations fut plus importante ($0,37\text{-}0,41 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$) et les rendements de traitement du carbone sont restés proches de 95% sur la DBO_5 (25 à $85 \text{ mgDBO}_5/\text{L}$ dans l'effluent). La concentration en MES de la liqueur mixte dans deux études varie de $1,5$ à $2,5 \text{ gMES/L}$. A noter que la quantité de biomasse apportée par le détachement du biofilm n'est pas prise en compte pour le calcul de la charge massique appliquée.

Tableau 4 Conditions de fonctionnement de deux stations IFAS (température de 13 à 22°C)

	Charge massique nominale ($\text{kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$)	Charge massique réelle ($\text{kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$)	Flux de DBO_5 éliminé ($\text{g/m}^3_{\text{aérobie}}/\text{j}$)	Rendement DCO
Broomfield^a	0,25	0,41	545	98%
Lakeview^b	0,25	0,37	734	95-98%

(a) Rutt *et al.*, 2006b ; (b) Stricker *et al.*, 2009

La station de Broomfield dispose de deux zones aérobies en IFAS avec 30% de remplissage en supports AnoxKalmes K1. La station de Lakeview possède un bassin aérobie IFAS divisé en quatre cellules avec un taux de remplissage en supports AC450 de 46%.

Le procédé IFAS peut être dimensionné sur des charges massiques élevées impliquant des temps de séjour hydraulique (TSH) courts associés à des âges de boues libres (MLSRT) faibles. Une BAAP disposera d'une TSH d'environ 24h. La station IFAS de Broomfield possède un TSH proche de 5h30 en zone aérobie (8h20 au total). La Water Environment Foundation (WEF) préconise un TSH supérieur à 4 heures à 12°C pour garder un abattement en DBO₅ supérieur à 80% (Copithorn *et al.*, 2010).

L'efficacité de traitement dépend également de la température. Di Trapani *et al.* (2013) ont évalué les performances d'un pilote IFAS avec une surface effective en supports de 300 m²/m³_{reacteur} sous différentes conditions de charges et de températures. La figure 9 présente les résultats obtenus par di Trapani *et al.* (2013).

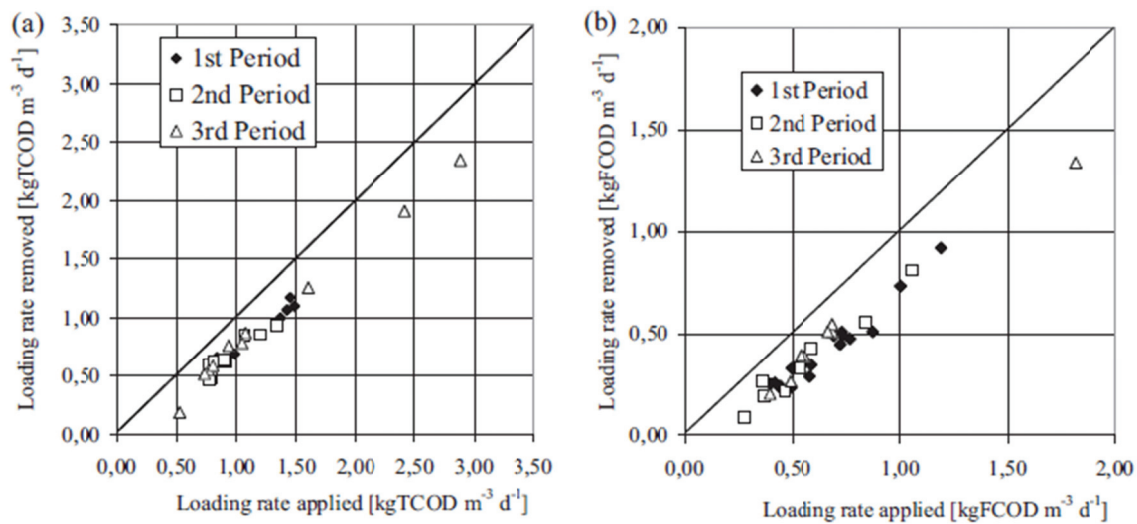


Figure 9 Performances de traitement de la DCO_{totale} sur pilote pour 12°C (période 1), 10°C (période 2) et 14°C (période 3) (Di Trapani *et al.*, 2013)

Les trois périodes affichées correspondent respectivement à des charges massiques de 0,56, 0,39 et 0,83 kgDCO/kgMVSLM/j pour des températures de 12, 10 et 14°C respectivement (Di Trapani *et al.*, 2013). Les performances de traitement de la DCO_{totale} sont stables et proches de 80% d'abattement pour des charges appliquées de 0,5 à 1,6 kgDCO/m³/j. La température ne modifie pas les rendements d'abattement. Le procédé IFAS montre un traitement de la DCO_{totale} élevé à moyennes charges appliquées et à basse température (10 à 14°C).

I.2.1.2. Quantité de biomasse du biofilm et taux de remplissage en supports

L'ajout de supports permet d'apporter de la biomasse au réacteur et plus particulièrement de la biomasse autotrophe dans un espace restreint. Le tableau 5 présente les masses de biofilm surfacique ($M_{\text{surf,biofilm}}$) ainsi que les concentrations en MES des réacteurs IFAS existants.

Tableau 5 Caractérisation de la biomasse sur les stations étudiées

	MES _{liqueur mixte} (gMES/L)	M _{surf,biofilm} (gMS/m ²)	M _{Biofilm} / M _{totale}	Taux de remplissage en supports	Surface effective (m ² /m ³ _{réacteur})
Broomfield^a					
Etage en tête	1,7	8	41%	K1	150
Broomfield^a				30%	
Etage en fin	1,7	5	32%		
South					
Durham^b	1,7	18	75%	Bioportz 50%	288
Lakeview^c					
Etage en tête	2,6	15 – 35	61%	AC 450	185
Lakeview^c				46%	
Etage en fin	2,6	4 – 12	34%		
NewportNews^d	2,8	2 – 13	38%	K3 50%	250
Trondheim^e					
(TSH : 4h30)	3,0	8	44%	K1	300
Trondheim^e				60%	
(TSH : 3h30)	3,3	11	50%		

(a) Onnis-Hayden *et al.*, 2011 ; (b) Kim *et al.*, 2011 ; (c) Stricker *et al.*, 2009 ; (d) Regmi *et al.*, 2011 ; (e) Di Trapani *et al.*, 2011

Les études référencées rapportent une biomasse fixée estimée de 30 à 75% de la biomasse totale du réacteur IFAS. Cette quantité varie en fonction de la place disponible pour le biofilm (surface effective, géométrie) et de la charge appliquée sur le réacteur.

La masse surfacique moyenne de biofilm observée sur la station de South Durham est de 18 gMS/m^2 , ce qui est élevé par rapport aux autres études (5 à 10 gMS/m^2 de plus). Le type de supports utilisé favorise le développement d'une quantité élevée de biofilm (Kim *et al.*, 2011).

De nombreuses études mettent en évidence une variation saisonnière de la quantité de biofilm (Rutt *et al.*, 2006a, Regmi *et al.*, 2011, Bjornberg *et al.*, 2009). Cette quantité varie de 4 gMS/m^2 en été à 10 gMS/m^2 en hiver sur la station de NewportNews. En période estivale, le biofilm est plus fin car la liqueur mixte devient plus performante et le biofilm est moins alimenté en substrat (Stricker *et al.*, 2009).

La concentration en MES dans la liqueur mixte recommandée est de $2,5 \text{ gMES/L}$ associé à une charge massique appliquée élevée (Copithorn *et al.*, 2010). Une concentration supérieure n'est pas adéquate car elle nécessiterait un fonctionnement du procédé à un TSH la limitant le traitement biologique et la décantation.

I.2.2. Charge appliquée en azote et condition de fonctionnement

Comme nous l'avons vu dans les chapitres I.1, l'intérêt de l'IFAS est de sécuriser l'étape de nitrification afin d'augmenter les charges appliquées malgré une diminution de l'âge de boues de la liqueur mixte (MLSRT). Le tableau 6 présente les charges appliquées en azote sur plusieurs stations référencées ainsi que leurs conditions de fonctionnement. Le rendement moyen sur l'ammonium tient compte de son élimination par nitrification et par assimilation. Les charges appliquées varient entre 130 à $190 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^3_{\text{aéré}}/\text{j}$ équivalant à une charge surfacique appliquée de 0,50 à $0,90 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ (Stricker *et al.*, 2009, Rutt *et al.*, 2006b, Di Trapani *et al.*, 2011). A noter que cette charge surfacique n'est pas comparable au procédé MBBR car la liqueur participe au traitement. Elle est donnée à titre indicatif au lecteur, la charge volumique lui est préférée.

Tableau 6 Performances de traitement de l'azote réduit et conditions opératoires de la bibliographie

	Charge appliquée totale ($gN-NH_4^+/m^3_{aéré}/j$)	Charge surfactive totale ($gN-NH_4^+/m^2/j$)	Température (°C)	MLSRT moyen (j)	Rendement moyen sur $N-NH_4^+$
Broomfield^a	135	0,90	15-22	5.7	93%
Lakeview^b	140	0,75	15-20	4.0	91%
Trondheim^c (TSH:4h30)	100	0,33	12	5.7	99%
Trondheim^c (TSH : 3h30)	190	0,63	12	5.7	81%
South Durham^d	150	0,52	-	4.0	84%

(a) Rutt *et al.*, 2006 ; (b) Stricker *et al.*, 2009 ; (c) di Trapani *et al.*, 2011 (d) Kim *et al.*, 2011

Les stations de Lakeview, Broomfield et South Durham traitent des eaux usées brutes domestiques avec 40 à 50 mg NTK/L et un ratio C/N entre 9 à 11 $gDCO_{totale}/gNTK$. La station de pilote de Trondheim traite des eaux usées domestiques avec un ratio C/N plus faible de 6,0 $gDCO_{totale}/gNTK$ associé à 35 mgNTK/L.

Les MLSRT observés sont inférieurs à 6 jours pour une gamme de température de 12 à 20°C. Ces valeurs sont bien inférieures à celles préconisées en boue activée pour maintenir la biomasse nitrifiantes (Deronzier *et al.*, 2001), c'est-à-dire 16-18 jours à 10°C, et 8-9 jours à 20°C.

1.2.3. Vitesses d'oxydation de l'azote

Les vitesses maximales d'oxydation de l'azote (NPR_{max}) sont mesurées en conditions non limitantes pour la réaction de nitrification (ammonium, oxygène, alcalinité) sur un échantillon prélevé dans le réacteur en régime stabilisé. Les valeurs relevées dans la bibliographie pour la liqueur mixte (LM) et le biofilm sont présentées dans le tableau 7.

Tableau 7 NPR_{max} de la culture Liqueur Mixte (LM) et biofilm associées aux conditions de traitement

Vitesse maximale de Nitrification (NPR_{max})	NPR_{max} LM (mgN/gMES/h)	NPR_{max} Biofilm (mgN/gMES/h)	MLSRT (j)	Température (°C)	DCO_{totale}/NTK (gDCO/gNTK)*
Broomfield étage en tête ^a	2,0	5,7	5,7	15-22	10,8
South Durham étage en tête ^c	1,2	0,6	3,8	Hivernale	9,3
NewportNews ^b	1,7	5,0	4,8	15-25	7,0
Trondheim ^d	1,8	4,0	5,7	12	6,0

(a) Onnis-Hayden *et al.*, 2007 ; (b) Regmi *et al.*, 2011. ; (c) Kim *et al.* (2011) (d) di Trapani *et al.*, 2011

*eau usée brute

A MLSRT donné les NPR_{max} biofilm sont très différentes, comprises entre 0,6 à 5,7 mgN/gMES/h. Ainsi, sur la station de South Durham, Kim *et al.* (2011) s'étonnent d'obtenir des valeurs de nitrification bien inférieures à celle mesurées sur la station de Broomfield par Onnis-Hayden *et al.* (2007). Cette différence peut provenir de la charge surfacique appliquée deux fois plus faible pendant l'étude de Kim *et al.* (2011) par rapport à la station de Broomfield et aux températures différentes. La masse de biofilm est élevée, 18 gMS/m², à la station de South Durham. Le substrat et l'oxygène se diffusent moins facilement dans un biofilm épais et des limitations peuvent apparaître.

Le biofilm possède des vitesses deux fois plus élevées que la liqueur mixte, il représente un apport important de biomasse autotrophe dans le réacteur. L'appauvrissement en autotrophe de la liqueur mixte, dû au MLSRT faible, favorise la nitrification dans le biofilm. Cependant, la répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm est variable et peu explicable par les variations du MLSRT seulement.

I.2.4. Influence de la charge en carbone sur le traitement de l'azote

Le travail de Di Trapani *et al.* (2011) a été réalisé sur un IFAS à l'échelle pilote avec un MLSRT de 5,7 jours et des charges massiques entre 0,18 et 0,43 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Leurs

résultats présentés sur la figure 10a montrent une charge polluante appliquée limite d'environ $150 \text{ gN-NH}_4^+/\text{m}^3/\text{j}$ au-dessus de laquelle le rendement d'azote nitrifié chute jusqu'à 60-70%.

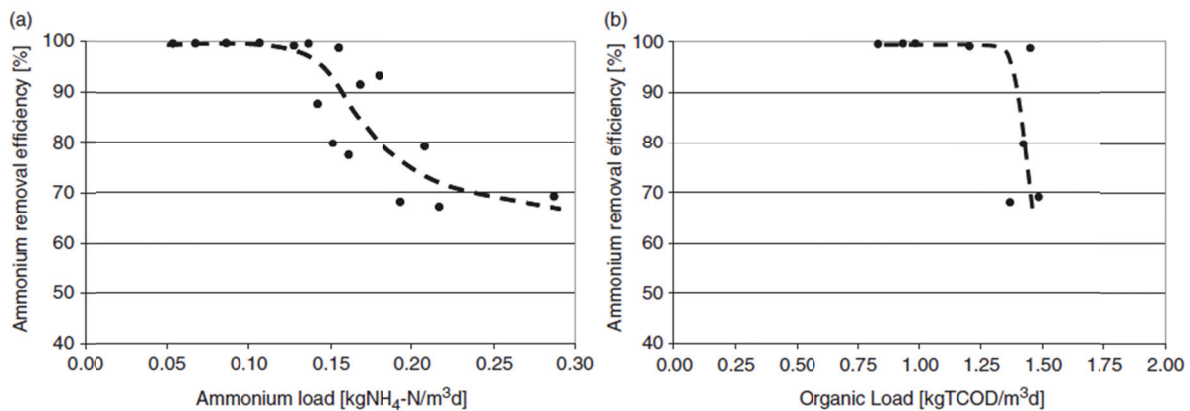


Figure 10 Performances de consommation d'azote ammoniacal en fonction de la charge d'ammonium (a) et de DCO (b) sur un réacteur IFAS pilote (Di Trapani *et al.*, 2011)

Ce rendement est associé à une charge en DCO_{totale} appliquée de $1,45 \text{ kgDCO}/\text{m}^3/\text{j}$ comme le montre la figure 10b. Sur le biofilm, une forte concentration en DCO crée une compétition de croissance entre les biomasses hétérotrophes et autotrophes ce qui peut faire chuter les rendements de nitrification.

Le ratio DCO/NTK de l'eau usée brute de cette étude est de $7,0 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$, ce qui est faible par rapport aux ratios usuellement observés sur une eau usée domestique (env. 10 à 12 $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$). L'influence de la charge de carbone sur la nitrification serait plus importante avec un ratio C/N plus élevé.

1.2.5. Dimensionnement de l'étape de dénitrification d'une filière IFAS

La plupart des stations IFAS possèdent une zone de pré-dénitrification, un flux de nitrates est recirculé du bassin de nitrification vers cette zone. Le dimensionnement d'une telle zone est réalisé en tenant compte du flux de nitrates à dénitrifier, des vitesses de dénitrification et du temps de séjour de la zone (débit de recirculation). Les vitesses de dénitrification obtenues varient entre $2,0$ et $5,0 \text{ gN-NO}_3/\text{gMVSML}/\text{h}$ en fonction de la DCO assimilable présente dans le milieu et avec une concentration en biomasse entre 2 à 5 gMES/L (Roš, 1995, Kujawa et Klapwijk, 1999).

L'augmentation des flux nitrifiés doit ainsi s'accompagner d'une augmentation des flux dénitrifiés pour maintenir un rendement de traitement de l'azote global élevé.

La station de NewportNews recircule les nitrates produits en tête de station à un taux de 300% du débit entrant. Cette configuration ne leur permet de traiter que 55% des nitrates circulés avec une concentration résiduelle en zone d'anoxie de $4 \text{ mgN-NO}_3^-/\text{L}$. Cette élimination partielle proviendrait d'un ratio $C_{\text{soluble}}/N_{\text{nitrifiable}}$ de l'eau usée trop faible. Ce problème a également été constaté sur la station de Broomfield (Onnis-Hayden *et al.*, 2011). La vitesse de dénitrification est dépendante du carbone soluble assimilable pour la dénitrification et apporté par l'eau usée brute. Sur une eau usée domestique classique ce ratio est estimé entre 5 à $7 \text{ gDCO}_{\text{soluble}}/\text{gN-NH}_4^+$. Ce ratio est un critère de dimensionnement pour l'étape de dénitrification biologique (Metcalf et Eddy, 2003).

Dans de nombreux cas, une zone de pré-dénitrification seule n'est pas une solution optimale pour le traitement de l'azote global : volume d'anoxie très grand, apport de carbone assimilable des eaux brutes variable (Regmi *et al.*, 2011, Stricker *et al.*, 2009). C'est pourquoi l'ajout d'une zone de post-dénitrification est souvent envisagé en fin de traitement avec l'apport de carbone exogène (souvent méthanol). Les vitesses de dénitrification avec du carbone exogène dépendent du substrat carboné utilisé (Sage *et al.*, 2006, Rocher *et al.*, 2009).

I.2.6. Rôle du biofilm dans l'étape de nitrification en IFAS

I.2.6.1. Répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm

Plus le biofilm contribue à la nitrification en dépit de la liqueur mixte, plus le gain de compacité du procédé sera élevé. Ainsi, le niveau de compacité maximal se résume à une nitrification entièrement réalisé par le biofilm sans l'aide de la liqueur mixte. Le tableau 8 présente la part de contribution du biofilm au flux nitrifié dans le réacteur IFAS pour les stations du tableau 7. Les taux de remplissage associés à chaque réacteur de ces stations sont rappelés dans le tableau 5.

Tableau 8 Contribution du biofilm à la nitrification sur les stations rencontrées

	Surface effective par réacteur ($m^2/m^3_{\text{réacteur}}$)	Nitrification totale maximale, $NPR_{\text{max,tot}}$ ($mgN/L/h$)	Contribution biofilm au flux nitrifié*
Broomfield étage en tête ^a	150	11,5	76%
Broomfield étage en fin ^a		5,3	44%
South Durham Etage en tête ^b	288	1,3	27%
South Durham Etage en fin ^b		8,7	90%
Newport News ^c	250	12,8	66%

(a) Onnis-Hayden *et al.*, 2007 ; (b) Kim *et al.*, 2011; (c) Regmi *et al.*, 2011

*dans le réacteur IFAS en conditions optimales pour la nitrification

Les concentrations des eaux brutes de ces stations varient entre 35 à 46 mgNTK/L et entre 120 à 160 mgDBO₅/L. Un ratio C/N plus faible est observé sur la station de Newport News (7,0 gDCO_{totale}/gNTK), ce ratio favorise un $NPR_{\text{max,tot}}$ de 12,8 mgN/L/h supérieur aux autres études mais sans augmenter la contribution du biofilm au flux nitrifié.

La contribution du biofilm varie d'une station à une autre indépendamment de la surface spécifique effective pour des températures comprises entre 12 et 22 °C. Une chute de la nitrification globale du réacteur induit une diminution de la contribution du biofilm à la nitrification. Cette hypothèse a été vérifiée sur la station de Broomfield où le flux nitrifié par le biofilm chute à l'étage de fin sans diminution du flux nitrifié par la liqueur mixte (Onnis-Hayden *et al.*, 2007). Ce phénomène a également été observé sur la station de South Durham dans l'étage de tête (Kim *et al.*, 2011). La contribution du biofilm à la nitrification dans le réacteur dépend du substrat encore disponible pour ce biofilm.

Le biofilm, riche en bactéries autotrophes, participe à un ensemencement de la liqueur mixte par le détachement de biofilm. La suppression totale de la nitrification dans la liqueur mixte au profit du biofilm semble donc peu évidente, voire impossible (Moretti *et al.*, 2015).

Basée sur une analyse des processus bio-cinétiques, Copithorn *et al.* (2010) proposent les valeurs suivantes de contribution du biofilm à la nitrification (zone IFAS en tête de traitement aérobie, ratio C/N entre 8 à 15 $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$):

- 50-65% de nitrification dans le biofilm à MLSRT de 4 jours à 15-20°C
- 80-90% de nitrification dans le biofilm à MLSRT de 2 jours à 15-20°C

Ces valeurs ont été établies sur les bases de simulations prédictives par modélisation mathématique des processus cinétiques. Elles doivent être confirmées par des mesures expérimentales.

I.2.6.2. Influence des conditions locales sur la nitrification du biofilm

Le tableau 9 présente les NPR_{max} surfaciques de plusieurs stations IFAS référencées. Tout d'abord une plus grande masse de biofilm ne semble pas augmenter systématiquement les NPR_{max} . Le biofilm est hétérogène, tout son volume ne participe pas à la nitrification. Ses vitesses de nitrification (NPR_{max}) dépendent des conditions locales de fonctionnement.

Tableau 9 Vitesses maximales de nitrification (NPR_{max}) par surface de biofilm

Biofilm	NPR_{max} ($\text{gN-NH}_4^+/\text{m}^2/\text{j}$)	Température (°C)	Conditions dans le réacteur		Masse biofilm (gMS/m^2)
			Ammonium (mgN/L)	Oxygène (mgO_2/L)	
Broomfield étage en tête ^a	1,1	20°C	3,6	> 4,0	8,0
Broomfield étage en fin ^a	0,3	20°C	0,6		5,0
NewportNews ^b	0,9	21°C	2,9	>3,0	2,0 - 13,0
South Durham étage en tête ^d	0,2	Hivernale	< 4,0	-	18,0
South Durham étage en fin ^d	0,6	Hivernale	3,7	-	18,0

a)(Onnis-Hayden *et al.*, 2007) ; b)(Regmi *et al.*, 2011) ; c)(Di Trapani *et al.*, 2011) ; d)(Kim *et al.*, 2011)

A la même température le NPR_{max} du biofilm varie de 0,3 à 1,1 $\text{gN-NOx/m}^2/\text{j}$. Le faible rendement obtenu sur la station de Broomfield en fin de bassin s'explique par une concentration en ammonium limitante pour le développement des autotrophes (Onnis-Hayden *et al.*, 2007).

On observe l'inverse sur la station de South Durham et la station pilote Trondheim où l'azote est suffisant mais le carbone semble limiter la nitrification. Les vitesses de nitrification du biofilm sont très dépendantes de la concentration en azote entrant dans le réacteur et peuvent être pénalisées par un apport de carbone trop important (Kim *et al.*, 2011). Une gamme de 2 à 8 mgN/L en ammonium permet d'entretenir un biofilm riche en bactéries autotrophes (Sen et Randall, 2008a). Un apport trop faible en azote crée un manque de nutriments tandis qu'un apport élevé pénalise les bactéries autotrophes par le carbone qui l'accompagne (Copithorn *et al.*, 2010).

Une masse de biofilm importante ne permet pas forcément d'obtenir un NPR_{max} élevé sur le biofilm. Comme le prouve l'étude de Kim *et al.* (2011) sur la station de South Durham. Ces NPR_{max} dépendent essentiellement des charges en azote appliquées, de l'oxygène dans le réacteur sur le long terme et de la température.

Le biofilm dispose d'une flore autotrophe non exposée à l'influence du MLSRT mais plus fragile quant aux limitations liées au substrat et à l'oxygène. Ainsi les vitesses de nitrification (NPR) du biofilm utilisées pour le dimensionnement du procédé IFAS doivent être déterminées en conditions de substrat (azoté et carboné), de température et d'oxygénation *in-situ* de traitement. Due à ces limitations, les NPR sont inférieures aux NPR_{max} . Copithorn *et al.* (2010) propose une gamme de NPR pour le biofilm de 0,05 à 0,50 $\text{gN/m}^2/\text{j}$ à 15°C pour un ratio C/N de 7,5 à 15 $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ dans un réacteur IFAS en tête de filière.

I.2.7. Conclusion

Les performances de nitrification du procédé IFAS sont relativement bien connues. Les charges traitées sont importantes, en moyenne de 0,30 kgDBO₅/kgMSVLM/j, pour un rendement épuratoire excellent notamment en traitement de l'azote et du carbone. Le biofilm permet le développement d'une quantité importante de biomasse autotrophe dans une surface restreinte, entre 5 à 15 gMS/m² en fonction du type de support et des conditions de traitement.

En revanche, une grande variabilité est observée sur les vitesses de nitrification de la liqueur mixte et du biofilm, provenant de l'interdépendance des processus en jeu. Les vitesses de nitrification du biofilm sont plus élevées que celles de la liqueur mixte à faible SRT. Les vitesses de nitrification maximales relevées dans la bibliographie sont proches de 1,0 gN/m²/j. Une surface effective en supports importante n'induit pas nécessairement des flux nitrifiés élevés. Ceux-ci dépendent des charges appliquées, de la concentration en oxygène et des températures. La bibliographie fournit cependant peu d'information sur les variations des vitesses de nitrification maximales (NPR_{max}) ou *in-situ* (NPR) en fonction des conditions de traitement (température, charge massique appliquée...). Or, les cinétiques des bactéries autotrophes en sont très dépendantes, tel que le substrat azoté, l'apport en oxygène ou l'apport de carbone dans le réacteur IFAS.

I.3. Modélisation du procédé IFAS

La modélisation du procédé IFAS nécessite la combinaison de plusieurs modèles :

- Un modèle de biofilm qui définit la structure et le transport des composés dans la culture fixée ;
- Un modèle biocinétique pour décrire le comportement de la biomasse (croissance, mortalité) dans la liqueur mixte et dans le biofilm ;
- Un modèle hydrodynamique caractérisant le mélange dans chaque réacteur ;
- Un modèle de transfert d'oxygène.

Ce chapitre présente un état des lieux du fonctionnement et enjeux d'amélioration de ces modèles.

I.3.1. Modèles de biofilm

Les biofilms sont utilisés depuis de nombreuses années dans les procédés épuratoires tels que les biofiltres ou les réacteurs à lit fluidisé.

Un biofilm est l'agglomération de biomasse sur un support formant une couche d'épaisseur variable (figure 11). Les cellules du biofilm sont liées par un polymère extracellulaire (exopolysaccharides : EPS) qui enveloppe les bactéries dans une matrice. Ces EPS proviennent essentiellement de sécrétion, perte cellulaire ou lyse.

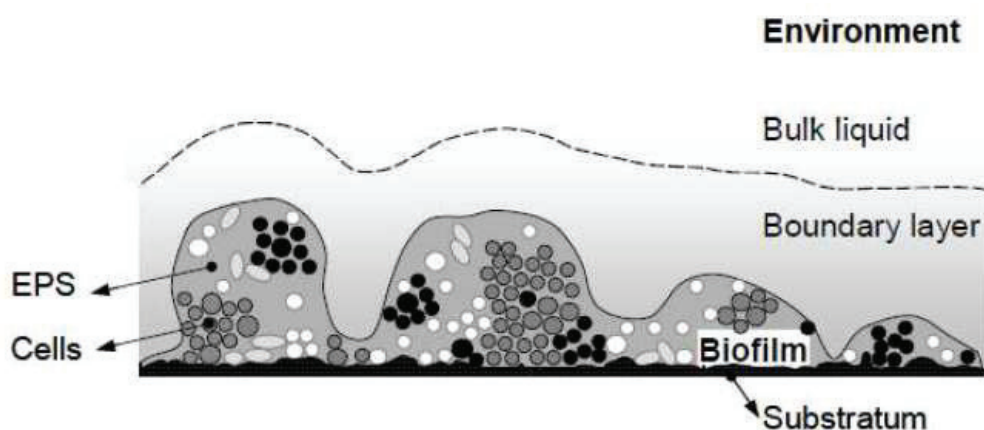


Figure 11 Structure du biofilm (Eberl *et al.*, 2006)

La bibliographie propose de nombreux modèles se distinguant chacun par les hypothèses associées à leur construction (structure, échange et loi physique...). Le modèle

utilisé dans ce travail comprend la diffusion au sein d'un biofilm homogène en biomasse avec l'épaisseur et la densité du biofilm connue à priori.

La figure 12 présente l'évolution du niveau de complexité des modèles de biofilm.

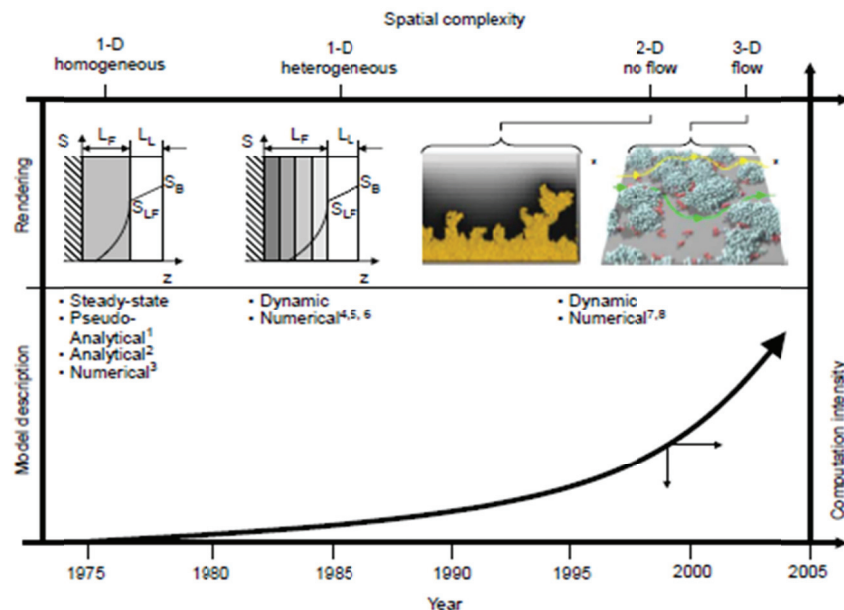


Figure 12 Evolution de la complexité spatiale des modèles depuis 1975 (Boltz *et al.*, 2010) (Eberl *et al.*, 2006)

Le biofilm a d'abord été conceptualisé comme un bloc homogène, avec une surface plane, dans lequel le flux de substrat est monodimensionnel (Suidan et Wang, 1985). Son épaisseur et la densité de la biomasse y est répartie en une couche homogène sur une surface plane (figure 13a). Ce type de modèle intègre le concept de couche liquide limite qui consiste en une couche de résistance à la diffusion des solubles dans le biofilm.

Ces modèles se sont améliorés dans les années 80, avec l'intégration du comportement du biofilm en régime dynamique (*i.e.* évolution de l'épaisseur), et considérant le développement de deux types de biomasse (autotrophes et hétérotrophes). Une répartition hétérogène des bactéries dans le biofilm est observée avec une compétition pour l'espace et le substrat (Wanner et Gujer, 1985). Le biofilm est alors divisé en plusieurs couches dont chacune est considérée comme un réacteur parfaitement agité. La division du biofilm en couche augmente la précision de la modélisation. Par exemple, le modèle développé par Sen et Randall (2008b) considère 12 couches de biofilm et une couche limite liquide.

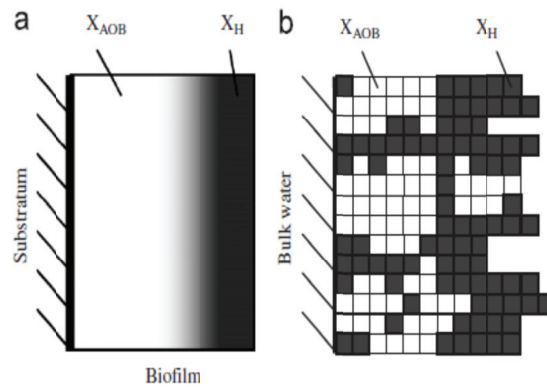


Figure 13 : Modèle 1D (a) et 2D (b) (Elenter *et al.*, 2007)

Un biofilm varie dans l'espace en termes de densité, porosité et activités microbiennes. C'est pourquoi des modèles multidimensionnels plus compliqués ont été développés. Les modèles à 2 ou 3 dimensions tendent à reproduire une distribution spatiale complexe de la biomasse (figure 13b), des composants (particulaire et soluble) et une géométrie du biofilm irrégulière à l'échelle microscopique (Picioreanu *et al.*, 2004). Ils restent des outils difficiles à utiliser en ingénierie par leur complexité.

I.3.1.1. Mécanisme de transfert et de transport dans le biofilm

A l'échelle du biofilm plusieurs mécanismes de transfert et transport coexistent, la figure 14 schématise ces mécanismes :

- Le transport des composés particuliers dans une même section considérée, par advection ;
- Le transport des composés solubles d'une section à une autre, par diffusion ;
- Le transfert des composés particuliers entre phase liquide et biofilm (attachement et détachement).

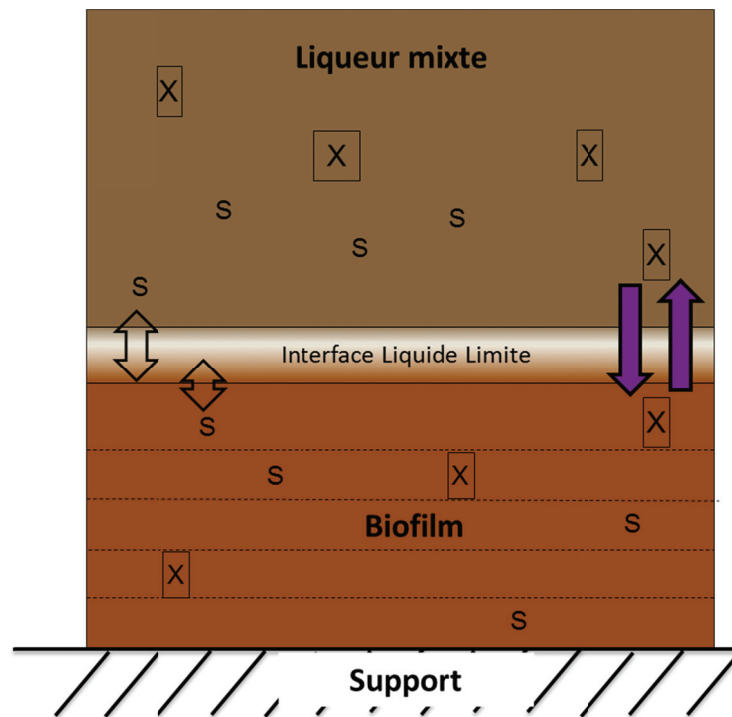


Figure 14 Représentation schématique du biofilm, de la phase liquide et phénomènes associés (adapté de Picioreanu *et al.*, (2004))

Ces phénomènes sont intégrés dans les bilans de matières effectués dans chaque compartiment, considérés comme des réacteurs parfaitement agités. Les composés solubles S une fois diffusés dans le biofilm sont consommés par la biologie (modèle biocinétique) ou diffusés dans la couche suivante.

Le composé particulaire X dans le biofilm se détache du biofilm vers la phase liquide en raison de contraintes mécaniques (cisaillement, collision...). Inversement, des particules X peuvent s'attacher au biofilm. Ces mécanismes sont détaillés dans les paragraphes suivants.

Transport des composés particuliers

A partir des années 90, le biofilm n'a plus été considéré comme une entité indépendante : le bilan de biomasse a inclus des phénomènes d'attachement et de détachement permettant de prédire les échanges de masse entre biofilm et phase liquide. Ces processus sont influencés par les conditions hydrodynamiques et l'épaisseur du biofilm (Rauch *et al.*, 1999, Wanner et Reichert, 1996). Néanmoins différents concepts et formulations ont été publiés sans pour autant qu'il y ait de tendances, de chacun de ces deux processus, déterminées à partir d'observations spécifiques.

- Le détachement

Le détachement des particules du biofilm vers la phase liquide influence son épaisseur et la biomasse qui le compose (Morgenroth et Wilderer, 2000).

Il existe trois processus de détachement : érosion, abrasion et déversement (Morgenroth et Wilderer, 2000, Stewart, 1993). L'érosion et l'abrasion sont des phénomènes continus de décrochement de petites particules créées par les conditions hydrodynamiques faisant pression sur la structure du biofilm (Gjaltema *et al.*, 1997). Le détachement localisé de grosses particules est appelé déversement et est un phénomène ponctuel. Une condition hydrodynamique turbulente et stable dans le temps, comme dans un procédé à lit fluidisé, l'érosion et l'abrasion sur toute la surface du biofilm sont des phénomènes largement dominants.

Le détachement représente le flux particulaire détaché ($F_{dét}$) exprimé en g/j comme présenté par l'équation 9.

$$F_{dét} = r_{dét} \cdot S_{biofilm} \quad (9.0)$$

Avec :

$S_{biofilm}$: surface du biofilm développée dans le réacteur (m^2)

$r_{dét}$: vitesse de détachement ($kg/m^2/j$)

La vitesse de détachement r_{det} dépend des conditions de fonctionnement. Son expression ne fait pas consensus et est exprimée différemment en fonction des auteurs (expression mathématique, unité). Le tableau 10 récapitule les formulations trouvées dans la bibliographie.

Tableau 10 Comparaison des modèles de détachement inspiré de Boltz *et al.* (2010)

Références	Expression mathématique	Conséquence sur la prévision de l'épaisseur du biofilm	Dépendance du détachement
Fruhen <i>et al.</i> , (1991)	-	Croissance non limitée	-
Rittman (1982)	$r_{dét} = k_d \cdot \rho_f \cdot L_f \cdot \tau^{0.58}$		Densité, Epaisseur et contrainte de cisaillement
Wanner et Gujer (1985)	Epaisseur définie (fixe)	Epaisseur constante	-
Wanner et Gujer (1996)	$r_{dét,Xj} = k_{det,j} \cdot X_{f,j}$	en condition stationnaire	Concentration du composé X _j
Speitel et Digiano (1987)	$r_{dét} = L_f (k'_{det} + k''_{det} \mu)$		Epaisseur et croissance
Chang <i>et al.</i> (1991)	$r_{dét} = k_d \cdot \rho_f \cdot L_f$		Densité et Epaisseur
Stewart (1993)	$r_{dét} = 0.5 \cdot (k_{de} \cdot \mu_k \cdot X_f \cdot L_{F,g}^2 + k_{de} \cdot X_f \cdot L_F^2)$	Epaisseur de croissance	Croissance, Epaisseur
Rauch <i>et al.</i> (1999)	$r_{dét} = k''_{det} \cdot X_{n,biof}$	Variation dynamique	Proportionnel à la concentration de l'espèce n considérée
Morgenroth et Wilderer (1999)	• 0 en phase de croissance		Dépend des conditions
Horn <i>et al.</i> (2003)	• $k_{dét}(L_f - L_{basale})$ phase de décolmatage		appliquées
Hydromantis (2008)	$r_{dét} = k_{dét} \cdot \frac{X_{f,k}}{X_f} \cdot \left(\frac{L_{f,max}}{L_{f,max} - L_f} - 1 \right)$	Croissance jusqu'à une épaisseur maximale définie	Epaisseur max. et quantité de biomasse

Sen et Randall (2008a)	$r_{det} = k_{det} \cdot X_f \cdot L_f$	Epaisseur constante	Quantité de biomasse et épaisseur
Sen et Randall (2008a)	$r_{det} = k_{det} \cdot X_f \cdot L_f^2$	en condition stationnaire	Quantité de biomasse et épaisseur
Plattes <i>et al.</i> (2008)	$r_{det} = k_{det} \cdot X_{f,biof}^2$	Variation dynamique	Quantité de biomasse dans le biofilm
Lin (2008)	Taux de cisaillement : $b_s = 2.29 \cdot 10^{-6} \left[\frac{v_w u (1-u)^3}{d_p^2 \varepsilon^2 a} \right]^{0.58}$	-	Conditions hydrodynamique
Boltz <i>et al.</i> (2009a)	$r_{det} = r_{g,k} + r_{dec,k} + r_{hyd,k}$	Epaisseur constante	Croissance, mortalité et hydrolyse k considéré

Considérer un détachement nul revient à négliger les échanges de solides entre phase liquide et biofilm ; un détachement constant néglige les variations des conditions locales de traitement. Le flux détaché doit ainsi être fonction de ces caractéristiques physiques et/ou des conditions locales dans lesquels il se développe.

La première approche dynamique du détachement a été de considérer celui-ci proportionnel à l'épaisseur du biofilm et à sa densité (Chang *et al.*, 1991). Cette équation a été améliorée en corrélant le détachement à la quantité de biomasse sur le support par une relation de second ordre (Maas *et al.*, 2008) ou fonction de la concentration de l'espèce X_f considérée (Sen et Randall, 2008b).

De nombreuses approches considèrent une épaisseur constante de biofilm en conditions stationnaires. Si cette hypothèse permet une bonne prédiction des flux traités, sa prédiction de la variation de la quantité de biomasse est faible. Il n'existe pas encore de théorie unifiée capable de prévoir et expliquer le détachement de biofilm vers la phase liquide. C'est un processus complexe et difficilement mesurable et le paramètre k_{det} est le plus souvent déterminé par calage du modèle sur la quantité de biomasse dans le réacteur.

Le détachement des composés particuliers dépend de leur localisation dans le biofilm, et le temps de séjour de ces composés varie avec la profondeur dans le biofilm. Des études en conditions de laboratoire montre une couche basale profonde non altérable par le détachement et très dense (Derlon *et al.*, 2008). Le calcul du temps de séjour des solides (ou boues) dans le biofilm n'est donc pas évident pour une culture fixée fluidisée.

- L'attachement

Des composés colloïdaux ou particuliers, comme des composés inertes et de la biomasse, sont adsorbés à la surface du biofilm. Ce phénomène est appelé attachement. Le flux qui s'attache (J_{att}) est souvent défini par une réaction du premier ordre fonction de la concentration en X (Rauch *et al.*, 1999) ou à la quantité de biomasse X_{tot} dans la phase liquide pour les modèles IFAS (Sen et Randall, 2008a, Sen et Randall, 2008b).

Composés particuliers dans le biofilm

Les composés particuliers dans le biofilm, biomasse et inerte, dépendent des réactions biologiques et de l'échange par advection entre les couches (Boltz *et al.*, 2009a).

Wanner et Reichert (1996) ont proposé un modèle qui décrit la distribution spatiale et la croissance des espèces microbiennes en fonction du transport par diffusion et des transformations biologiques. Les flux de substrats J_X arrivant dans chaque endroit du biofilm conditionnent le développement microbien. C'est ainsi qu'un microenvironnement en condition aérobie et/ou anoxique peut se créer en fonction de la diffusion de l'oxygène (Eberl *et al.*, 2006) et que la biomasse possède une croissance ralentie en profondeur selon l'impact de la diffusion. L'équation générale du bilan de matière de la concentration de biomasse dans le biofilm s'exprime par l'équation 10.

$$\frac{dC_X}{dt} = -\frac{dJ_X}{dz} + r_X \quad (10.0)$$

Transport des composés solubles à la surface du biofilm

Dès les premières études sur les biofilms, une résistance au transfert des solubles à la surface de celui-ci a été constatée (Williamson et McCarty, 1976). Cette résistance est due au phénomène de diffusion du substrat de la phase liquide vers le biofilm.

En considérant un substrat S transporté par un régime turbulent dans la phase liquide, la concentration de ce substrat à la surface S_g du biofilm sera légèrement inférieure à celle mesurée dans la phase liquide (figure 15). Cette différence est due à une couche d'eau à la surface du biofilm en régime laminaire, amenant un gradient des composés avant de pénétrer le biofilm.

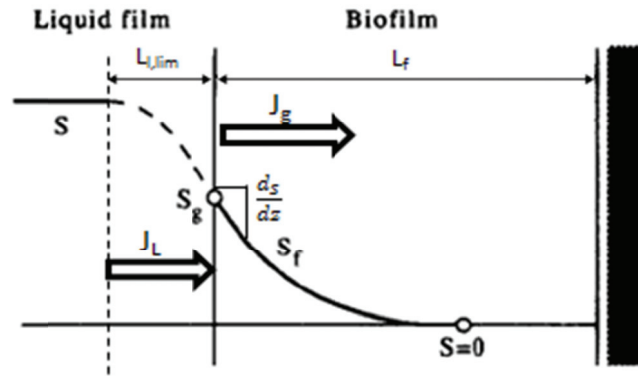


Figure 15 Illustration du profil de concentration d'un substrat S de la phase liquide au biofilm (Christiansen *et al.*, 1995)

En considérant la première loi de Fick, le flux J_L , en $\text{g/m}^2/\text{s}$, traversant cette couche peut être défini de la manière suivante :

$$J_L = D_w \cdot \frac{(S - S_g)}{L_L} \quad (11.0)$$

Avec

D_w : constante de diffusion du substrat dans l'eau (m^2/s)

S : concentration du substrat en phase liquide (mg/L)

S_g : concentration du substrat à la surface du biofilm (mg/L)

L_L : épaisseur de la couche liquide limite (m)

La concentration S_g est ainsi très liée à l'épaisseur de cette couche (L_L) et aux coefficients de diffusion des solubles dans l'eau D_w . Pour avoir un modèle robuste, il est important de bien définir ces paramètres.

L'épaisseur de la couche liquide limite (L_L) varie en fonction des propriétés du fluide : viscosité et vitesse (Metcalf et Eddy, 2003, Eberl *et al.*, 2006). De nombreux modèles considèrent cette couche liquide limite de transfert régie par la loi de diffusion de Fick. Mais certains modèles ne considèrent pas cette limite de transfert. Le modèle biocinétique

intègre alors une résistance à l'accès aux substrats et à l'oxygène de la biomasse via les constantes de demi-saturation de Monod (Plattes *et al.*, 2008).

Le simulateur GPS-X utilisé dans cette étude, intègre dans son modèle de biofilm cette couche liquide limite (Hydromantis, 2008).

Une étude réalisée par Boltz *et al.* (2011) s'intéresse à différentes méthodes de détermination de l'épaisseur de la couche liquide limite (L_L) pour la modélisation des biofilms. L'épaisseur de cette couche a une forte influence sur les simulations du modèle mais peu de protocoles de détermination sont disponibles dans la bibliographie. Une méthode de calcul propose de déterminer L_L à l'aide des paramètres hydrodynamiques de la phase liquide par le biais des équations 12 à 14 (Ohashi *et al.*, 1981, Morgenroth, 2008).

$$L_L = \frac{L_c}{S_h} \quad (12.0)$$

Dont,

$$Sh = A + B.Re^m.Sc^n \quad (13.0)$$

$$Sc = \frac{\nu}{D_w} \quad \text{et} \quad Re = \frac{U.L_c}{\nu} \quad (14.0)$$

Avec :

ν : viscosité cinématique de l'eau ($1.10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$)

U : vitesse de l'eau à la surface du biofilm (m/s)

D_w : coefficient de diffusion dans l'eau du composé (m^2/j)

Sh : nombre de Sherwood (-)

Sc : nombre de Schmidt (-)

Re : nombre de Reynolds (-)

A : 2.0 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

B : 0.8 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

m : 1/2 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

n : 1/3 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

Pour les coefficients de diffusion des solubles, les études réalisées par Williams et McCarty (1976), et Chen *et al.* (1989) proposent des valeurs dans l'eau à 20°C pour la modélisation d'un biofilm fixé-fluidisé (tableau 11).

Tableau 11 Valeur des coefficients de diffusion des composées dans l'eau claire D_w

Composé	Symbol	D_w à 20°C* (cm^2/s)
Ammonium	$D_{w,Snh}$	$1,4.10^{-5}$
Oxygène	$D_{w,So}$	$1,9.10^{-5}$
Alcalinité	$D_{w,Salk}$	$1,2.10^{-5}$
Nitrates	$D_{w,Snoa}$	$1,6.10^{-5}$

* Williams et McCarty (1976), et Chen et al. (1989)

Transport des composés solubles dans le biofilm

Le transport interne des composés solubles tels que les substrats est régi par la diffusion entre les couches. Un bilan de masse global en fonction de l'épaisseur permet de déterminer l'accumulation de substrat dans le biofilm. Spengel et Dzombak (1992), propose de déterminer cette accumulation par différence entre le flux diffusé et la vitesse d'utilisation du substrat (équation 15).

$$\frac{dS}{dt} = -D_e \cdot \frac{d^2S}{dz^2} - r_s \quad \text{avec} \quad J_g = D_e \cdot \frac{dS}{dz} \quad (15.0)$$

Avec :

J_g : flux de substrat diffusé dans le biofilm

D_e : coefficient de diffusion effective de l'espèce S dans le biofilm (m^2/j)

r_s : vitesse d'utilisation du substrat ($mg/L/j$)

S : concentration du substrat dans la couche considéré (mg/L)

z : épaisseur de la couche considérée (m)

En régime stationnaire, l'accumulation de substrat dans le biofilm est considérée nulle. Ainsi dans chaque couche de biofilm, le substrat diffusé est directement dégradé par la biomasse. La résolution de cette équation nécessite de considérer deux conditions limites. D'une part à $z=L_f$, interface liquide/solide, le flux de substrat provenant de la couche liquide est égal au flux de substrat entrant dans le biofilm, tel que : $S = S_g$. Enfin à l'interface entre le support plastique et le biofilm ($z=0$), le flux de substrat est nul tel que $dS/dz = 0$.

Le coefficient de diffusion D_e dans le biofilm est considéré inférieur au coefficient de diffusion dans l'eau (D_w). Le ratio entre les deux coefficients est noté f_d tel que : $D_e = f_d \cdot D_w$. Ce

coefficient de réduction de la diffusion varie en fonction du type de molécule qui se diffuse, de la densité du biofilm et de sa composition en EPS (Stewart, 1998, Hinson et Kocher, 1996, Horn et Morgenroth, 2006, Fan *et al.*, 1990).

Une première approche empirique de ce coefficient est faite par l'équation 16 en considérant la densité du biofilm sec ρ_{sec} (Fan *et al.*, 1990).

$$f_D = \frac{0.43\rho_{sec}^{0.92}}{11.19+0.27\rho_{sec}^{0.99}} \quad (16.0)$$

Un biofilm soumis à de fortes contraintes de cisaillement, comme dans les lits fluidisés, aura une densité sèche élevée $<80\text{kg/m}^3$. L'équation 16 permet d'obtenir un coefficient f_d moyen pour tout soluté d'environ 0,2 pour une densité de 100kg/m^3 (Fan *et al.*, 1990). Cette équation est à prendre en première approche, le type de substrat, la température et le type de biofilm ne sont pas considérés.

Stewart *et al.* (1998) fournissent une synthèse des valeurs mesurées dans la bibliographie ce qui permet d'exprimer la diffusion effective en fonction du soluté (poids moléculaire). Comme le présente le tableau 12, le coefficient varie de 0,4 à 0,7 pour des solutés ioniques et biofilm à faible densité $<80\text{kg/m}^3$.

Tableau 12 Valeur du coefficient de réduction de la diffusion (f_D) en fonction du soluté (Stewart *et al.*, 1998)

Soluté	f_D (-)
NH_4^+	0,71
NO_3^-	0,56
O_2	0,45

Le modèle de diffusion du simulateur GPS-X intègre un coefficient de réduction global pour tous les composés. Le phénomène de diffusion dans le biofilm détermine le substrat disponible à la biomasse dans chaque couche, il est donc important de caler ce processus.

I.3.1.2. Modèle biocinétique

Le modèle biologique utilisé est celui conçu pour les boues activées publié à la fin des années 80 (ASM 1, Henze *et al.*, 2000), et qui regroupe une série d'équations décrivant les activités de croissance et de mortalité associées au traitement du carbone et de l'azote des eaux usées. Ce modèle possède une bonne description du traitement de l'azote et du

carbone avec un degré de complexité acceptable pour une application en ingénierie. La figure 16 schématise les réactions biologiques incorporées dans ASM 1.

Modèle ASM 1

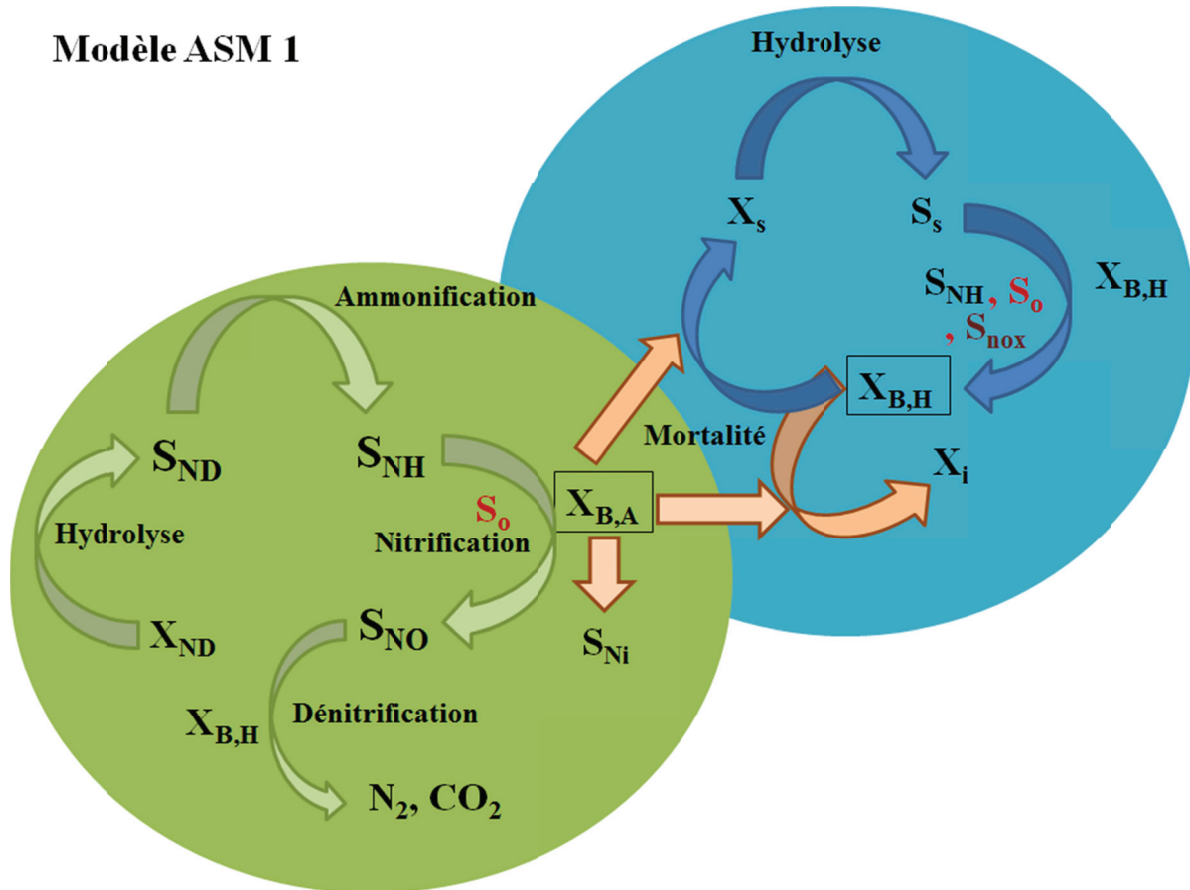


Figure 16 Schématisation du modèle ASM 1 (Henze *et al.*, 2000)

La partie bleue schématise le traitement du carbone, la partie verte le traitement de l'azote. Ce modèle intègre 8 processus biologiques dont la croissance et la mortalité de deux types de biomasses (autotrophe et hétérotrophe). Une représentation matricielle reprenant chaque équation, appelée matrice de Peterson, est présentée en annexe 7.1 (Henze *et al.*, 2000). Le modèle inclut 13 variables caractérisant l'eau brute par sa biodégradabilité, exprimées en mgDCO/L pour la matière organique et en mgN/L pour les matières azotées, le type de biomasse, l'oxygène et l'alcalinité (Henze *et al.*, 2000). Le fractionnement de la matière organique de l'eau brute a une influence directe sur les résultats de simulation obtenus comme la quantité de boue produite, la demande en oxygène ou les vitesses de dénitrification (Choubert *et al.*, 2010). Une mauvaise estimation de ces variables impliquera des valeurs erronées pour les paramètres calés.

A titre d'exemple la vitesse de production de biomasse autotrophe dans les bioréacteurs est détaillée par l'équation 17 (Henze *et al.*, 2000).

$$\frac{dX_{b,a}}{dt} = \mu_{a,max} \cdot \theta^{T_1-20} \cdot \left(\frac{S_{nh}}{k_{nh}+S_{nh}} \right) \cdot \left(\frac{S_o}{k_{o,a}+S_o} \right) \cdot X_{b,a} - b_a \cdot \theta^{T_1-20} X_{b,a} - \frac{X_{b,a}}{MLSRT} \quad (17.0)$$

Avec :

$X_{b,a}$: Concentration en biomasse autotrophe (mgDCO/l)

$\mu_{a,max}$: taux de croissance maximum de la biomasse autotrophe à 20°C (0.8 j⁻¹)*

k_{nh} : constante de demi-saturation d'utilisation de l'ammonium par la biomasse autotrophe (mgN/l)

$k_{o,a}$: constante de demi-saturation d'utilisation de l'oxygène par la biomasse autotrophe (mgO₂/l)

S_{nh} : Concentration en azote ammoniacal (mgN/l)

S_o : Concentration en oxygène dissous (mgO₂/l)

θ : coefficient de correction de température (1.05-1.07)*

b_a : taux de mortalité de la biomasse autotrophe à 20°C (0.15 j⁻¹)*

$MLSRT$: Temps de séjour des boues de la liqueur mixte (j)

*dans ASM 1, Henze *et al.* (2000)

Les coefficients de croissance et de mortalité autotrophe déterminent la vitesse à laquelle les cellules se multiplient et meurent. Ces coefficients ont une grande influence sur les résultats de simulation du modèle. Leurs valeurs peuvent être déterminées en laboratoire par respirométrie mais l'utilisation de ces valeurs est mal adaptée à l'échelle d'un procédé réel (Vanrolleghem *et al.*, 1999). Choubert *et al.* (2009) ont également mis en évidence le besoin de réévaluer certains paramètres cinétiques d'ASM1 pour améliorer la simulation du traitement de l'azote (Choubert *et al.*, 2009).

Les constantes de demi-saturation (k_w) régissent la facilité d'utilisation de l'élément w considéré : ainsi S_w à saturation augmente avec k_w . Les valeurs des constantes de demi-saturation, appliquées en modélisation des boues activées, incluent la diffusion dans le floc des composés. Ces constantes sont susceptibles de différer en culture fixée en fonction du modèle de biofilm utilisé. Par exemple certains modèles de biofilm ne considèrent pas de

processus de diffusion des composés dans le biofilm mais intègrent cette résistance avec des valeurs de constantes de demi-saturation plus élevées (Sriwiriyarat *et al.*, 2005, Sen et Randall, 2008a)

Les paramètres cinétiques du modèle biocinétique sont nombreux et difficilement mesurables. Ils sont le plus souvent déterminés par calage du modèle sur des jeux de données. Il est préférable de réaliser le calage avec une bonne connaissance des processus du modèle et à l'aide d'une méthodologie clairement définie. Des protocoles de calage existent dans la bibliographie et proposent de fixer les paramètres du modèle par étapes. La méthode proposée par Rieger *et al.* (2012) pour la modélisation des boues activées, consiste en une série de simulations itératives séparant le modèle en plusieurs processus. Les auteurs conseillent également de caler en dernier lieu les paramètres cinétiques de Monod après s'être bien assuré que les autres paramètres ou variables d'entrées soient correctement fixés (transfert d'oxygène, clarificateur, extraction, débit, fractionnement...).

Les travaux de recherches en modélisation s'orientent aujourd'hui vers l'obtention de jeux de paramètres sensibles calés et associés à un protocole de calage détaillé. Le chapitre I.3.2.1 synthétise les jeux de paramètres du modèle IFAS relevés dans la bibliographie mais leur procédure de calage associée est souvent absente ou peu détaillée.

I.3.2. Modélisation du procédé « IFAS »

Ces dernières années, des recherches ont utilisé la modélisation comme outil de conception et de conduite du procédé IFAS. Ces recherches ont essayé de lever les difficultés de mise en œuvre de ces modèles. Ce chapitre détaille l'application de ces modèles.

I.3.2.1. Les différentes approches existantes

L'enjeu est d'intégrer dans un bilan de matière culture libre et culture fixée au sein du réacteur IFAS. L'un des premiers modèles de réacteur hybride a été développé en définissant une fraction de substrat constante utilisée par la culture fixée sur le substrat total (Lee, 1992). Ce modèle s'applique pour des conditions de fonctionnement peu variables (charges appliquées, oxygène, température).

L'étude de Gebara (1999) a ensuite considéré un réacteur hybride séparé en deux réacteurs en série. Le premier contient le biofilm et réduit le substrat entrant dans le réacteur. Le deuxième contient la liqueur mixte et réduit le substrat sortant du réacteur biofilm. Cette approche a permis aux modèles de prédire le traitement du carbone et la production de biomasse d'un réacteur IFAS en condition dynamique de fonctionnement (Gebara, 1999). L'approche majoritairement répandue aujourd'hui intègre dans un réacteur IFAS deux compartiments : la liqueur mixte, assimilée à un réacteur parfaitement agité, et le biofilm, se développant sur un support plat et uniforme (Boltz *et al.*, 2009b). L'équation 18 décrit le bilan de consommation d'un substrat S_k dans un réacteur IFAS.

$$Q \cdot S_{k, \text{entrée}} = Q \cdot S_{k, \text{liq}} + (V - V_d) \cdot (r_{k, \text{lm}} + r_{k, \text{biof}} \cdot T_x) \quad (18.0)$$

Avec

Q : débit traversant le réacteur (m^3/j)

$S_{x, \text{entrée}}$: concentration du substrat x entrant dans le réacteur (g/m^3)

$S_{x, \text{liq}}$: concentration du substrat x dans la phase liquide du réacteur (g/m^3)

V : Volume total du réacteur (m^3)

V_d : Volume déplacé par la phase solide du lit fluidisé (m^3)

$r_{x, \text{lm}}$: vitesse de consommation du substrat x par la liqueur mixte

$r_{x, \text{biof}}$: vitesse de consommation du substrat x par le biofilm

T_x : taux de remplissage des supports dans le réacteur (%)

Les deux compartiments participent à la consommation de substrats en s'additionnant ; la vitesse de consommation du biofilm étant contrainte par la diffusion en son sein.

La modélisation du procédé IFAS nécessite la combinaison de modèles biologiques, dont les processus sont connus, et d'un modèle de biofilm, dont beaucoup de processus sont encore peu compris. Quatre modèles publiés les plus récents sont détaillés dans le tableau 13.

Tableau 13 Exemples de travaux de modélisation du procédé IFAS trouvés dans la bibliographie

Nom	AQUIFAS	-	IFAS model	Pro2D
Référence	Sen et Randall (2008a)	Mannina <i>et al.</i> (2011)	Sriwiriyarat <i>et al.</i> (2005)	Boltz <i>et al.</i> (2009a) Boltz <i>et al.</i> (2009b)
Modèle Biocinétique	Semi- Analytique (a)	ASM1 (b)	General Model (c)	ASM 2d (b)
Modèle Biofilm	1D- Hétérogène (d)	1D-Homogène (e)	Empirique (f)	1D-Homogène (d)
Transport des solubles	Diffusion	Diffusion	-	Diffusion
25% Industrie				
Type d'eau Usée	Domestique	75% domestique	Domestique	Industrielle
Type de supports	Fluidisé	K1 (60%)	Captormedia, Eponge (30%)	K1, Hydroxyl- Pac (25 à 60%)*
Taille de step	20 000 m ³ /j	0,5 à 1,3 m ³ /j	0,2 m ³ /j	1 à 20 000 m ³ /j
Taille du jeu de données	31 jours	50 jours	-	2 ans

(a) (Sen, 1995) ; (b) (Henze *et al.*, 2000) ; (c) (Barker et Dold, 1997) ; (d) (Wanner *et al.*, 2006) ; (e) (Rauch *et al.*, 1999) ; (f) (Sen et Randall, 2008a)

*quatre stations IFAS/MBBR ont été simulées avec ce modèle

La bibliographie ne rapporte pas d'étude de modélisation du procédé IFAS à l'aide du logiciel GPS-X.

Sen et Randall (2008) proposent une description semi-analytique du modèle biologique (solution simplifiée du modèle ASM1). Les autres modèles biologiques employés sont du type ASM1, ASM2d, ou modèle général. La réaction de nitrification en deux étapes, nitrification puis nitrification, n'est intégrée dans aucun des modèles référencés (la concentration de nitrites est donc négligée).

Le modèle 1D-Hétérogène à 12 couches de Sen et Randall (2008b) permet de simuler la variation de la quantité de biomasse du biofilm, alors que cette simulation semble difficile avec des modèles empiriques (Sriwiriyarat *et al.* 2005). Le modèle 1D-Homogène modélise le biofilm en une seule couche (Boltz *et al.* 2009a), pour approcher les limitations liées à la diffusion des substrats dans l'épaisseur profonde du biofilm, une fraction de biomasse active est introduite fonction de la biologie et d'un facteur de pénétration (Mannina *et al.* 2011 ; Boltz *et al.* (2009)). Cette approche ne permet pas de prédire la répartition interne des espèces dans le biofilm et rencontre des difficultés à simuler la quantité de MVS en condition dynamique pourtant décrit comme primordiale par les recherches effectuées.

Les modèles développés n'ont pas de difficulté à simuler les performances de traitement du carbone, de nitrification et dénitrification du procédé. Le modèle de Sen *et al.* (2008a) est capable de simuler la concentration en MVS moyenne, la masse de biofilm moyenne, la concentration en oxygène et l'azote en sortie moyen avec un écart d'erreur moyen inférieur à 20%. Ce modèle a plus de difficulté à simuler la dynamique des concentrations en azote en sortie. Le modèle de Mannina *et al.* (2011) simule les concentrations en ammonium et en nitrates (moyenne 24h) dans le réacteur IFAS avec une différence relative de 28% et 13% respectivement par rapport à la mesure. Le modèle de Boltz *et al.* (2009b) est capable de simuler la production de biomasse, la consommation d'ammonium et la production de nitrates avec des différences relatives acceptables (écart relatif <20%). Ce modèle a été validé sur 5 configurations de procédés IFAS/MBBR sur des périodes de données plus longues (2 ans).

Les paramètres interviennent dans la stœchiométrie des réactions biologiques, les cinétiques de la biomasse et le transport des composés dans le biofilm. Leurs valeurs ont généralement une influence importante sur la qualité de prévision d'un modèle numérique (Mannina *et al.* 2011). Ces paramètres sont liés aux conditions de fonctionnement, et aux

hypothèses sur lesquelles repose le modèle numérique. Le tableau 14 résume les valeurs des coefficients cinétiques des quatre modèles du procédé IFAS référencés dans le tableau 13.

Tableau 14 Valeurs des paramètres cinétiques de différents modèles du procédé IFAS (bibliographie)

Référence	Unité	Sen et Randall (2008a)	Mannina et al. (2011)	Sriwiriya et al. (2005)	Boltz et al. (2009) Boltz et al. (2009a)
Température	°C	20**	20	20	20
Autotrophes culture fixée					
$\mu_{a,max}$	j^{-1}	0,57	0,04	0,55	1,00
b_a	j^{-1}	0,04	0,06	0,04	0,15
$k_{n,a}$	mgN/L	1,0	-*	1,7	1,0
$k_{o,a}$	mgO ₂ /L	1,0	-*	3,0	0,5
Autotrophes culture libre					
$\mu_{a,max}$	j^{-1}	0,74	0,40	0,55	1,00
b_a	j^{-1}	0,04	0,20	0,04	0,15
$k_{n,a}$	mgN/L	1,0	1,0	1,7	1,0
$k_{o,a}$	mgO ₂ /L	1,0	0,2	0,5	0,5
Hétérotrophes culture fixée					
$\mu_{h,max}$	j^{-1}	4,4	2,8	6,4	6,0
b_h	j^{-1}	0,07	0,10	0,06	0,40
$k_{s,h}$	mg/L	35	-*	60	4
$k_{o,h}$	mgO ₂ /L	1,0	-*	2,0	0,2
$k_{no,h}$	mg/L	1,0	-*	-	0,5
Hétérotrophes culture libre					
$\mu_{h,max}$	j^{-1}	6,1	6,0	6,4	6,0
b_h	j^{-1}	0,07	0,45	0,06	0,40
$k_{s,h}$	mg/L	48	20	61	4
$k_{o,h}$	mgO ₂ /L	1,0	0,2	0,5	0,2
$k_{no,h}$	mgN/L	1,0	-	-	0,5
$k_{Hydrolyse}$	j^{-1}	-	-	4,5	3,0
θ	-	1,03-1,07	-	1,03-1,06	1,07-1,12

*Réaction biologique dans le biofilm considéré d'ordre 0, Pas de constante de demi-saturation,

**Valeur publiés à 12°C, ajusté à 20°C par la relation d'Arrhenius avec $\Theta = 1.05$

Le modèle biocinétique de Boltz et al. (2009) considère des taux de croissance et de mortalité autotrophe élevés dont les valeurs sont liées à celles de l'ASM2d. Les autres modèles intègrent des cinétiques de croissances autotrophes ($0,5-0,7 \text{ j}^{-1}$) et de mortalités plus faibles ($0,04 \text{ j}^{-1}$) dont les valeurs sont liées à celle de l'ASM1.

Les deux premiers modèles prennent en compte des valeurs plus faibles dans le biofilm par rapport à la culture libre pour les taux de croissance et de mortalité de la biomasse autotrophe (Sen et Randall 2008 ; Mannina *et al.* 2011). Le modèle de Mannina *et al.* (2011) utilise des réactions biologiques d'ordre 0 pour la biomasse fixée. En conséquence, le substrat est directement assimilé après diffusion mais la croissance des bactéries est lente. Cette hypothèse semble moins acceptable d'un point de vue microbiologique, elle est expliquée par l'auteur par la spécialisation du biofilm en nitrification.

Le modèle empirique de Sriwiriyarat *et al.* (2005) se différencie en considérant l'oxygène moins assimilable par le biofilm. Cette hypothèse provient certainement de l'absence de modèle de diffusion dans le biofilm.

Le modèle de Boltz *et al.* (2009) considère des paramètres identiques entre liqueur mixte et biofilm. Ainsi la biomasse croît et meurt de la même manière dans la culture libre et le biofilm mais la résistance liée à la diffusion différencie le biofilm. Cette approche est la plus juste d'un point de vue conceptuel et correspond à celle du modèle de GPS-x (Hydromantis, 2008).

La stœchiométrie des réactions biologiques influence la quantité de biomasse produite lors des réactions, et donc les concentrations à l'équilibre. Le tableau 15 reprend les valeurs proposées par les quatre modèles présentés précédemment. Ces coefficients stœchiométriques caractérisent les différentes biomasses (azote contenu dans la cellule, anabolisme, réduction de l'activité hétérotrophe).

Coefficient stœchiométrique	Unité	Sen et Randall (2008a)	Mannina <i>et al.</i> (2011)	Sriwiriyarat <i>et al.</i> (2005)	Boltz <i>et al.</i> (2009a),(2009b)
$Y_{h, \text{anoxie}}$	$gDCO/gDCO$	0,53	-	0,44	0,67
Y_h	$gDCO/gDCO$	0,67	0,67	0,58	0,67
Y_a	$gDCO/gN$	0,15	0,22	0,14	0,19
f_n	$mgN/mgDCO$	0,085	0,080	0,085	0,060
f_{DCO}	$mgDCO/mgMVS$	1,42	-	1,42	1,28
$\eta_{g,h}$	(-)	-*		0,50	0,80

Tableau 15 Coefficients stœchiométriques de différents modèles du procédé IFAS (bibliographie)

*dans ce modèle les paramètres cinétiques et stœchiométriques sont modifiés en anoxie

Leurs modifications ont une influence à tous les niveaux de simulation (production de boue, processus biologique...). Leur modification doit ainsi être faite sur la base de résultats solides.

I.3.2.2. Transport des composés particuliers dans le modèle IFAS (attachement / détachement)

De nombreuses hypothèses sur les processus de détachement et d'attachement ont été avancées. Boltz *et al.* (2009) ont défini la valeur moyenne du coefficient de vitesse de détachement à $0,10 \text{ j}^{-1}$. Cette étude considère l'épaisseur du biofilm constante, ce qui implique que la vitesse de croissance nette est égale au détachement du biofilm peu importe les conditions. Cette approche moyenne la quantité de biomasse du biofilm et crée un biais sur la simulation de la biomasse.

La même valeur est employée dans le modèle de Mannina *et al.* (2011) mais la vitesse de détachement varie avec la densité du biofilm. Dans la plupart des autres modèles, cette valeur n'est pas considérée ou indiquée dans les paramètres calibrés. Or, l'ajustement de ce modèle de transport par l'attachement et le détachement des composés particuliers est fondamental dans la prédiction des échanges entre biofilm et liqueur mixte, et sur les concentrations simulées en sortie.

I.3.3. Conclusion

Cette analyse bibliographique a montré que les modèles de biofilm sont nombreux et intègrent de nombreux paramètres. Les modèles de biofilm à 1 dimension hétérogène permettent de simuler le biofilm en condition dynamique avec un degré de complexité acceptable. Il est le plus souvent utilisé par les modèles IFAS/MBBR de la bibliographie. Le processus de détachement et d'attachement est complexe, sa description ne fait pas consensus. L'équation de détachement intégrée dans GPS-X permet de simuler une épaisseur de biofilm variable dans le temps en fonction d'une épaisseur maximale définie (cf. annexe VII.1). Les paramètres liés aux mécanismes de transfert et de transport des composés dans le biofilm (particulaire et soluble) nécessitent d'être mieux connue pour que le modèle IFAS gagne en précision de simulation.

Les paramètres cinétiques implantés dans les modèles biologiques, le plus répandu étant ASM1, sont de mieux en mieux connus. La bibliographie fournit des valeurs des paramètres de croissance et mortalité pour des modèle IFAS et MBBR calés et éprouvés sur des cas réel.

Le modèle doit être adapté aux objectifs de modélisation qui ont été fixés : échelle de temps, dynamique, loi physique, variables de sortie. Cette complexification impose une bonne connaissance des phénomènes en jeu et est difficile d'accès pour un simple outil d'ingénierie. Parfois, un modèle trop complexe nécessite beaucoup de temps de calage pour des finalités qu'un modèle plus simple serait capable de réaliser.

I.4. Objectifs et originalité du projet de thèse

L'objectif finalisé de la thèse est d'améliorer la méthode de dimensionnement du procédé IFAS (charge massique, taux de MES, concentration en oxygène, taux de remplissage, capacité d'aération ...).

Le premier enjeu est d'effectuer une analyse des performances du procédé en fonction des conditions de fonctionnement. Les charges polluantes appliquées, les concentrations attendues en azote et en carbone au rejet ainsi que les critères de dimensionnement seront déterminés. Le procédé IFAS sera étudié avec un bassin boue activée en amont, afin de minimiser la quantité de supports dans le bassin biologique. La charge massique maximale appliquée sera de 0,30 kgDBO₅/kgMVS/j, avec des MLSRT < 5 jours, en accord avec les charges relevées dans la bibliographie.

Le deuxième enjeu est de préciser la contribution du biofilm dans le processus de nitrification. Cet axe doit permettre d'évaluer et de définir les paramètres qui influencent la nitrification dans le biofilm, ainsi que l'influence de la liqueur mixte sur celui-ci. En effet comme nous l'avons vu dans ce chapitre une grande variabilité des vitesses de nitrification est constatée et souvent peu mise en relation avec les conditions de traitement.

Le troisième enjeu concerne la proposition d'un modèle permettant de consolider le dimensionnement du procédé IFAS pour le traitement de l'azote et du carbone. Ce modèle a pour objet de prévoir les performances de traitement dans des conditions de fonctionnement dynamiques. Le logiciel GPS-X est utilisé, une description des équations du modèle intégré dans ce logiciel est présentée en annexe VII. L'objectif est de déterminer un jeu de paramètres et un domaine d'application du modèle. Pour cela, nous étudierons les paramètres et leurs influences sur les variables de simulation afin de proposer une démarche de calage adaptée au procédé IFAS.

L'ensemble de ce travail est mené sur un pilote IFAS de taille semi-industrielle, automatisé et instrumenté, et alimenté par de l'eau usée réelle.

La figure 17 schématise la démarche de ce projet de thèse. L'originalité de ce projet de thèse réside dans la double démarche expérimentale et numérique. La démarche expérimentale n'a pas d'équivalent car elle est menée sur un pilote semi-industriel équipé de toute l'instrumentation permettant d'appliquer des conditions de traitement maîtrisées. Les mesures de suivi à l'échelle de l'heure associées aux mesures ciblées effectuées tout au

long de l'étude permettront d'étayer les conclusions sur les processus étudiés. Cette première démarche permettra ensuite d'alimenter une seconde démarche numérique. Le calage du modèle IFAS sera associé à un protocole de calage en plusieurs étapes et en relation avec les paramètres des processus du modèle.

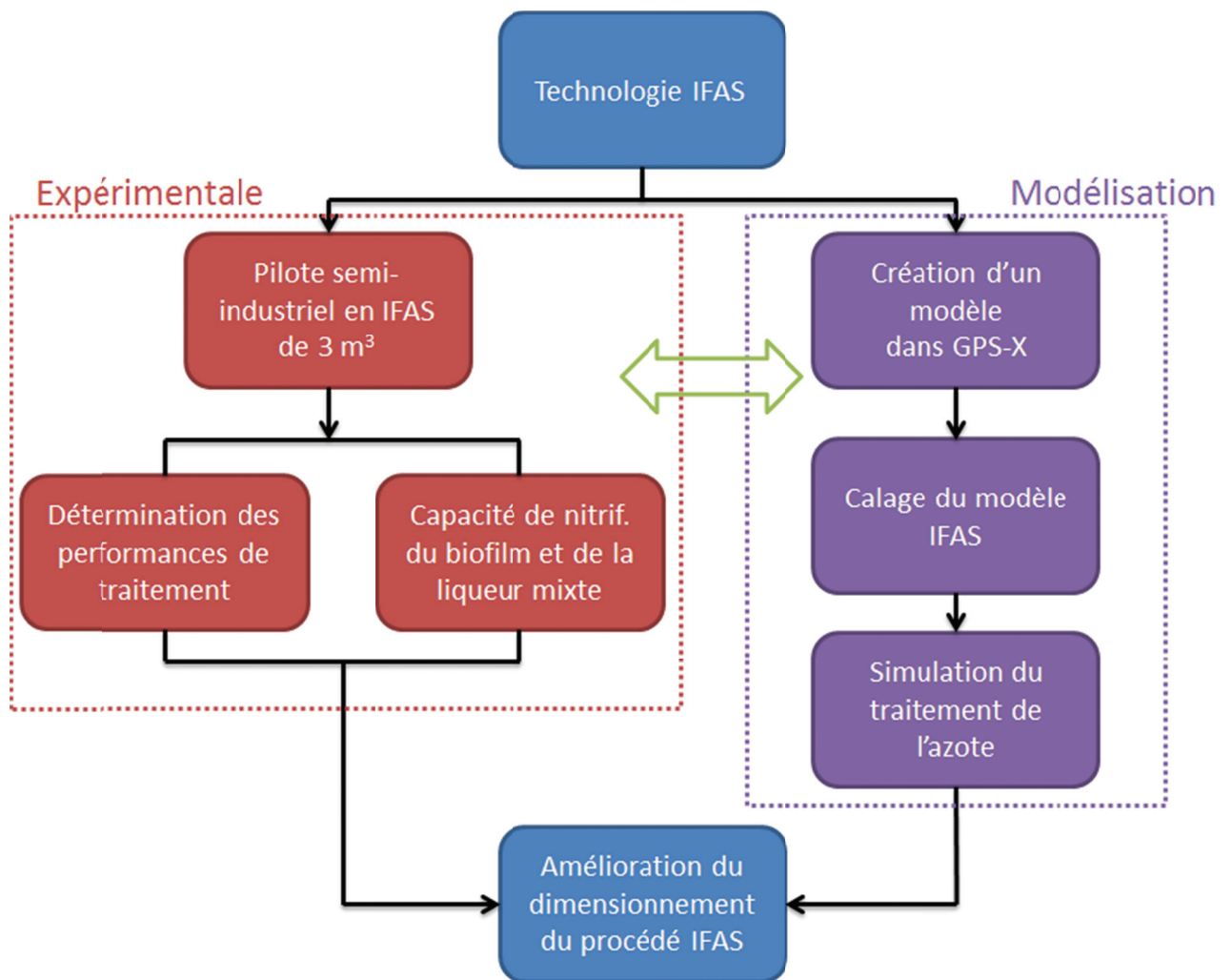


Figure 17 Démarche du travail de thèse

Chapitre II : Matériel et Méthodes

II.1. Le procédé IFAS à l'échelle pilote

La synthèse bibliographique a permis de définir les deux objectifs de ce projet de thèse. Ce chapitre II « Matériels et Méthodes » présente l'installation pilote, l'eau usée brute et l'ensemble des méthodologies de mesures pour réaliser les objectifs.

Une station pilote en configuration IFAS a été mise en place dans le hall expérimental de l'Irstea en 2012. Ce hall se situe sur le site de la station AquaLyon à Villeurbanne ce qui lui permet d'être alimenté en continu par de l'eau usée brute.

La STEP AquaLyon de la Feyssine collecte depuis 2011 les eaux usées du Grand Lyon et possède une capacité de traitement de 300 000 EH soit une capacité d'alimentation d'environ 91 000 m³/j. Cette eau usée provient de la partie Est du Grand-Lyon intégrant les communes de Décines, Vaulx-en-Velin et une partie de Villeurbanne. La composition attendue est essentiellement domestique.

II.1.1. Contexte de l'étude

La revue bibliographique a permis de sélectionner l'étude vers une configuration impliquant une zone d'anoxie en tête (dénitrification) suivie par deux zones aérées, dont l'une contient des supports.

II.1.1.1. Configuration du pilote IFAS

L'étude expérimentale a été menée sur une installation pilote IFAS de taille semi-industrielle présentée en figures 18, 19 et en annexe I. Le réacteur biologique de 2,8 m³ et de 1,65 m de profondeur est séparé en trois zones :

- une zone d'anoxie de 1,14 m³ placée en tête de la filière pour la dénitrification.
- une zone aérobie 1 en boue activée de 0,76 m³, dont l'objectif est le traitement du carbone ;
- une zone aérobie 2 en IFAS de 0,93 m³ avec 43% de taux de remplissage de support, dont l'objectif est la nitrification ;

Le traitement biologique est suivi d'une séparation par décantation gravitaire (Fig. 18) grâce à un clarificateur d'un volume de 0,35 m³ et d'une surface de 0,52 m².



Figure 18 Photo du pilote IFAS construit dans le hall expérimental de la Feysine (Villeurbanne)

Le flux de nitrates créé dans le bassin IFAS est recirculé vers la zone anoxie par une pompe de circulation des nitrates (RLM) à un taux de 200 à 250% du débit entrant. Une recirculation des boues du clarificateur (RB) est réalisée par une pompe avec un taux de 100 à 150% du débit entrant et maintient la concentration de MES dans tout le réacteur biologique.

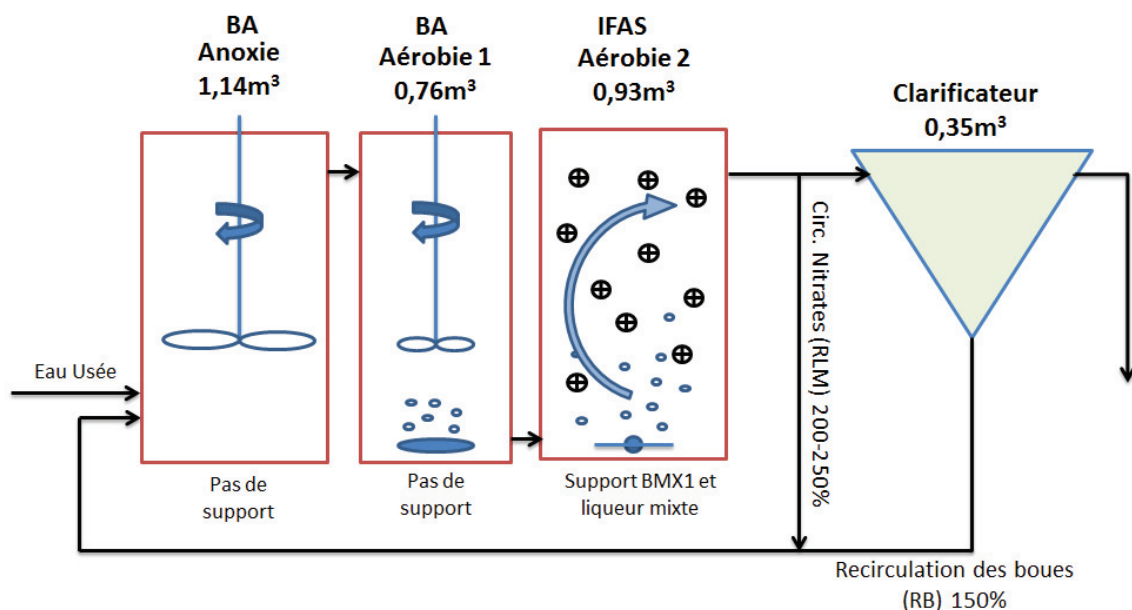


Figure 19 Schéma de l'installation pilote IFAS au hall de l'Irstea

Le support utilisé est le BMX1 fourni par VINCI Environnement (figure 20). Ce support cylindrique possède une croix intérieure ; sa taille est de 9 mm de diamètre et de 7 mm d'épaisseur. Il est fait en polyéthylène haute densité lui conférant une masse volumique

proche de celle de l'eau : $0,96 \text{ kg/m}^3$. Sa surface spécifique est de $545 \text{ m}^2/\text{m}^3_{\text{support}}$, la surface effective dans le réacteur aérobique 2 IFAS est estimé à 219 m^2 avec un taux de remplissage de 43% du réacteur. Avant d'être placé dans le réacteur, une phase de trempage dans de l'eau propre d'environ 15 jours a été réalisée afin d'améliorer les propriétés de fluidisation du support. Il a été placé dans le réacteur aérobique 2 IFAS à partir de mai 2012 jusqu'à septembre 2014.



Figure 20 Supports IFAS BMX 1 (Vinci)

Des volumes journaliers en eau usée brute de 5 à $9 \text{ m}^3/\text{j}$ ont été appliqués au pilote. Afin de se rapprocher au mieux des conditions d'une station de traitement, les variations horaires des débits ont été programmées à l'aide d'une courbe « type » de station de grande collectivité (<2000 EH). Cette courbe est présentée sur la figure 21 pour un débit journalier de $9 \text{ m}^3/\text{j}$ (coefficient de pointe = 1,35).

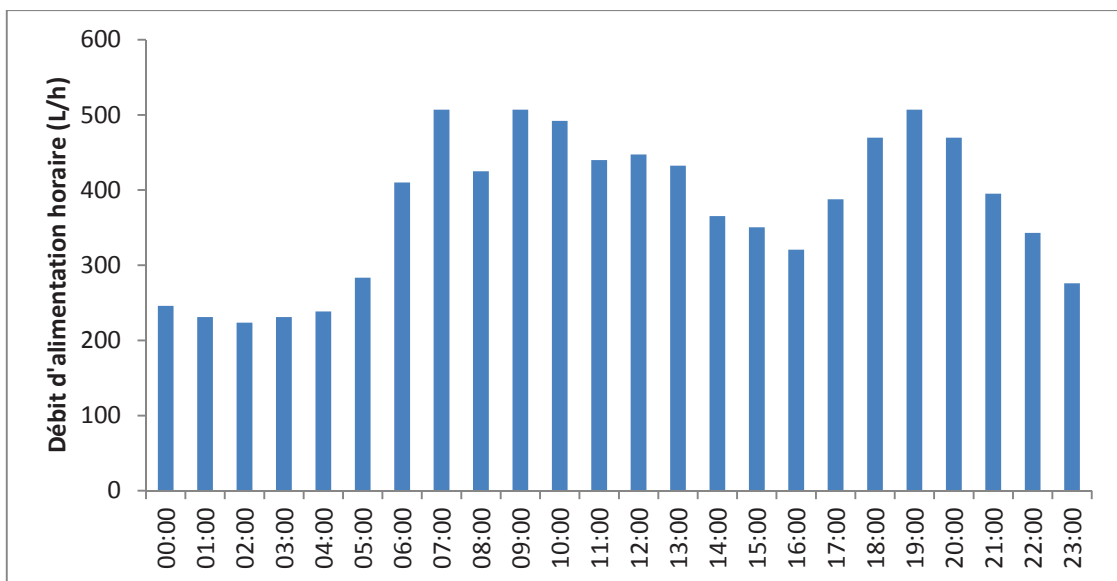


Figure 21 Courbe type du débit d'alimentation horaire appliqué au pilote IFAS

II.1.1.2. Les sondes de mesures du pilote IFAS

Les équipements de la station pilote sont semblables aux équipements d'une station à l'échelle industrielle, et cela afin de permettre une régulation équivalente aux conditions industrielles. Les pompes, de marque PCM, sont équipées de variateurs de fréquence

permettant des variations de débits entre 150 et 750 L/h, programmés dans un automate. Les débitmètres électromagnétiques utilisés sont de marque Endress Hauser.

Dans les réacteurs aérobie 1 et anoxie, deux agitateurs de marque Mixel assurent le mélange. Ces agitateurs à pales carrées sont à vitesse variable, la vitesse de rotation étant réglée de manière à obtenir une agitation suffisante et en évitant l'apparition de vortex.

Les mesures en continu de la concentration en oxygène dissous, du potentiel d'oxydo-réduction (RédOx), de la concentration des matières en suspension (MES), de l'ammonium et des nitrates ont été effectuées par des sondes de marque HACH Lange effectuant une mesure toutes les 3 à 5 minutes. Le tableau 16 ci-dessous présente chaque sonde avec son suivi et son emplacement. L'emplacement des sondes sur le pilote est schématisé en annexe I.

Tableau 16 Sondes placées sur le procédé pilote IFAS

Sonde	Paramètre	Réacteur d'emplacement	Nettoyage	Étalonnage
pHD	Potentiel d'oxydoréduction et pH	Anoxie Aérobie 2	1 à 2 fois/semaine	1 fois/mois
Solitax Sc	MES	Anoxie	1 à 2 fois/semaine	1 à 2 fois/mois
LDO	Oxygène dissous	Aérobie 1 Aérobie 2	1 à 2 fois/semaine	1 fois/mois
ANI-ISE Sc	N-NH ₄ ⁺ N-NO ₃ ⁻	Entrée Anoxie Aérobie 1 Sortie	1 fois/20 min	1 à 2 fois/semaine
Spectro::lyser	DCO DCO filtrée MES	Entrée	1fois/20 min	50 points de calibration matricielle en début d'utilisation

Les sondes AN-ISE Sc ont nécessité un suivi plus régulier que les autres sondes. Ces sondes à membranes sélectives d'ions possèdent une compensation en chlorure pour la

mesure de nitrates et en potassium pour la mesure d'ammonium. Une dérive progressive a été constatée très tôt après leur mise en place. Cette dérive dépend de l'emplacement de la sonde (eau brute, boue, eau traitée) et du paramètre mesuré. Par exemple, l'eau usée brute chargée en graisse semble fortement perturber les mesures des sondes. Pour obtenir des mesures plus fiables, les sondes ANISE Sc sont nettoyées 2 à 3 fois par semaine à l'eau claire et étalonnées par mesure comparative de laboratoire 2 fois par semaine. Une erreur moyenne inférieure à 20% a été obtenue sur les valeurs de concentrations en nitrates et en ammonium pour les sondes placées dans le réacteur anoxie et aérobie 1.

II.2. Eau usée brute

Une pompe positionnée après le dessableur de la station AquaLyon assure l'approvisionnement du hall expérimental en eau usée brute. Cette eau brute dessablée est d'abord tamisée à 1 mm avant d'alimenter le pilote IFAS. Un schéma des étapes de traitements des eaux de la Feyssine avant son arrivée au pilote est présentée en annexe I.

Une caractérisation de cette eau a été réalisée durant toute la période expérimentale à raison de deux prélèvements moyens 24h proportionnels au débit, réalisés chaque semaine (81 échantillons). Les résultats des analyses des pollutions carbonées, azotées et phosphorées sont présentés dans le tableau 17.

Tableau 17 Analyse des polluants majeurs de l'eau usée brute dessablée et tamisée alimentant le pilote IFAS (n= 81) (source = cette étude)

Eau usée brute (n=81)	MES (mgMES/L)	DCO_{totale} (mgDCO/L)	DCO_{filtrée} (mgDCO/L)	DBO₅ (mgDBO/L)	NTK (mgN/L)	N-NH₄⁺ (mgN/L)	P_{tot} (mgP/L)
Moyenne	204	434	114	155	54	36	6.5
Min.	86	249	47	85	30	19	3.9
Max.	346	702	170	224	71	52	9.0

Les concentrations observées correspondent à une eau usée domestique avec une part élevée de matière organique particulaire et colloïdale (env. 70%). La DCO_{filtrée} est obtenue par mesure sur l'échantillon obtenu après filtration sur filtre polymère de 0,45 µm.

L'azote organique réfractaire (dissous et particulaire mesuré dans les eaux traitées) varie entre 1,2 à 2,2 mgN/L pendant toute la période de l'étude. Cette part représente en moyenne 4%±2 de l'azote Kjeldhal (NTK).

Des mesures des nitrates ont été effectuées sur l'eau usée brute. Une concentration inférieure à 0,5 mgN/L a été obtenue durant toute l'étude.

Tableau 18 Valeurs moyennes pour les principaux ratios caractéristiques de l'eau usée brute appliquée au pilote IFAS (données Irstea, n=81)

	DCO_{total}/DBO₅ (gDCO/gBDO ₅)	DCO_{total}/NTK (gDCO/gN)	N-NH₄/NTK (ammonification) (%)
Eau usée brute	2,8	8,0	67%
dessablée	±0,5	±2,0	±7%

Le tableau 18 présente les ratios observés sur l'eau usée brute alimentant le pilote IFAS. Les ratios confirment une bonne biodégradabilité de l'eau usée brute avec 2,8 gDCO_{totale}/gDBO₅. Le rapport C/N de 8,0 gDCO_{totale}/gNTK montre un effluent riche en azote, puisque le ratio classique est généralement compris entre 10 et 12 gDCO_{totale}/gNTK.

Au point de prélèvement, la station Aqualyon déverse ses retours de digestion riches en azote ammoniacal et en matières en suspension. Le tableau 19 présente les mesures réalisées sur ces retours de digestion pour les années 2013 et 2014 par la station Aqualyon. Les quantités déversées sont importantes et peuvent modifier les concentrations de l'eau brute. Elles représentent environ 10% du débit volumique de l'eau usée.

Tableau 19 Caractéristiques des retours de digestion dans l'eau usée brute de la station Aqualyon (source = Lyonnaise des eaux, valeurs moyennes, n =290)

Année	Débit des retours de digestion (m ³ /j)	Concentration en MES des retours (gMES/L)	MVS/MES (%)	Débit Station Aqualyon (m ³ /j)	Contribution du débit « retours » vs. eau usée (%)
2013	3499 ±719	395 ±437	70 ±12%	38 390 ±17000	9,1%
2014	3974 ±715	410 ±440	72 ±15%	39 671 ±16500	10,0%

II.3. Suivi analytique et stratégie expérimentale

Ce paragraphe précise le suivi analytique réalisé sur les échantillons prélevés ainsi que la méthodologie d'échantillonnage utilisée durant toute cette étude. Il explique également la stratégie expérimentale adoptée en décrivant les conditions de fonctionnement appliquées choisies pour répondre aux objectifs scientifiques mentionnés au paragraphe I.4.

II.3.1. Suivi du pilote IFAS : Echantillonnage et analyse chimique

Un à deux prélèvements sont réalisés chaque semaine, proportionnellement au débit entrant et pendant 24 heures. Les points étudiés sont l'eau brute dessablée et l'eau traitée du pilote (voir annexe I.3). Les préleveurs automatiques utilisés sont de marque BAMOX et sont réfrigérés à 6°C. Ils sont programmés pour prélever 100 mL tous les 100 L entrant dans l'installation, ainsi pour un débit de 9 m³/j environ 90 prélèvements sont effectués sur 24h. Les prélèvements ont été effectués à partir de 8h au jour « j » jusqu'à 8h au jour « j+1 ».

Les échantillons moyens 24 heures ont été analysés par le laboratoire LAMA d'Irstea à Villeurbanne. Le tableau 20 précise les paramètres analysés associés à leur fréquence de mesure et la référence de la méthode d'analyse normalisée.

Tableau 20 Paramètres physicochimiques analysés et méthodes utilisées

Paramètres	Fréquence d'analyse	Méthode	Principe de mesure
DCO (total et filtrée)	2 fois par semaine	NF T 90-101	Oxydation à chaud du dichromate de potassium et dosage colorimétrique
N-NH ₄ ⁺	2 fois par semaine	NF T 90-015-2	Distillation ou colorimétrie
NTK	2 fois par semaine	NF EN 25663	Minéralisation en milieu acide puis distillation ou colorimétrie
N-NO ₃ ⁻	2 fois par semaine	EN ISO10304-1	Chromatographie ionique
N-NO ₂ ⁻	2 fois par semaine	NF EN26777	Colorimétrie
MES	2 fois par semaine	NF T 90-105-2 /NF EN 872	Centrifugation (boues) et/ou filtration (eaux) sur filtre en fibre de verre Sartorius
DBO ₅	1 fois par semaine	NF EN 1899-1	Dilution puis ensemencement
HCO ₃ ⁻	1 fois par mois	NF EN ISO9963-1	Titrimétrie
P-PO ₄ ³⁻	1 fois par 2 semaines	NF EN 6878	Colorimétrie
P _{tot}	1 fois par 2 semaines	NF EN 13346	Minéralisation puis colorimétrie

Les incertitudes liées à chaque méthode d'analyse sont déterminées par le laboratoire d'Irstea et sont présentées au tableau 21.

Tableau 21 Paramètres physico-chimique et incertitudes associées (source : LAMA, IRSTEA Lyon-Villeurbanne)

Paramètres	Gamme de concentration en mg/L	Incertitude sur la mesure en %
DCO	20 – 500	7 à 23 %
N-NH ₄ ⁺	0,1 – 50	4 à 17 %
NTK	3 – 60	3 à 9 %
N-NO ₃ ⁻	5 – 70	5%
MES	7 – 210	9 à 13%
DBO ₅	4 – 200	< 20%
HCO ₃ ⁻	-	2%
P _{tot}	1 – 9	7%

II.3.2. Mise en Route du procédé

Le démarrage du procédé pilote IFAS a débuté en Mai 2012. Une première étape (avant sa mise en eau) a consisté à placer les supports dans le réacteur aérobie 2 IFAS. Les réacteurs ont ensuite été remplis d'eau potable afin d'effectuer des mesures de transfert d'oxygène en eau claire. En parallèle, l'indication de tous les débitmètres (air et eau) ainsi que les modes de régulation ont été vérifiés par des mesures comparatives (mesure par empotage pour l'eau et à l'aide d'un compteur pour l'air). La seconde étape a consisté à alimenter le pilote en eau usée. Des boues de la station d'épuration de la Feyssine (env. 5 gMES/L) ont été utilisées pour ensemercer le pilote (2,3 g/L visé).

L'objectif était d'obtenir le plus efficacement et le plus rapidement possible un biofilm nitrifiant en se basant sur l'hypothèse que la biomasse nitrifiante se développe d'autant mieux que la liqueur mixte est riche en bactéries autotrophes.

Des charges massiques proches de 0,10 kgDBO₅/kgMVSLM/j ont d'abord été appliquées (environ 1 mois). Puis celles-ci ont été progressivement augmentées à l'aide du débit journalier d'alimentation jusqu'à 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j (environ 2 mois). Le suivi du développement du biofilm a été réalisé pour observer l'installation de la nitrification. Le procédé était opérationnel en deux mois avec une quantité de biomasse autotrophe suffisante pour traiter la charge en azote appliquée (C_m= 0,2 kgDBO₅/kgMVSLM/j).

II.3.3. Conditions de fonctionnement appliquées

Afin de répondre aux questions posées au paragraphe I.4, les expérimentations sont structurées en plusieurs périodes. Différentes conditions de fonctionnement influençant le traitement de l'azote et du carbone sont présentées aux tableaux 22 et 23.

Tableau 22 Composition de l'eau usée brute (valeurs moyennes)

Période	Date	Débit	Débit recirculé	Température °C	Ratio C/N $gDCO_{totale}/gNTK$
		Journalier	vers zone Anoxie*		
		Appliqué m^3/j	(RB + RLM) m^3/j		
1	Nov. 2012- Mai 2013	4,9	18,6	16	7,7
2	Juin 2013- Nov. 2013	8,9	31,2	22	7,3
3	Dec. 2013- Mars 2014	9,1	28,2	16	8,5
4	Avril-Mai 2014	8,6	33,5	19	6,9
5	Mai 2014- Juin 2014	9,0	23,4	22	9,2
6.1	Juillet 2014	8,4	26,3	22	10,4
6.2	Août 2014	7,8	25,7	23	9,5

*prélevé en sortie de réacteur aérobie 2 IFAS et amené vers le réacteur anoxique

L'étude expérimentale est divisée en deux phases correspondant chacune à trois conditions de traitement, numérotées de 1 à 3 et de 4 à 6. L'objectif est de mettre en évidence le ou les variables influençant la répartition de la nitrification entre la liqueur mixte et le biofilm, et leurs valeurs, permettant d'obtenir une nitrification maximale du flux d'azote sur le biofilm. C'est pourquoi, entre chaque condition, une seule variable est modifiée afin de déterminer son influence sur les performances de traitement sur le procédé.

Le tableau 23 présente de manière synthétique les conditions de traitement du procédé pour chaque période.

Tableau 23 Conditions de fonctionnement appliquées au pilote IFAS (valeurs moyennes)

Période	Date	TSH total <i>h</i>	TSH Aérobie* <i>h</i>	Charge massique en carbone <i>kgDBO₅/kgMVS LM/j</i>	Charge massique en azote <i>gN- NH₄⁺/kgMVS LM/j</i>	Concentration en MES (LM) <i>gMES/L</i>	Durée de présence d'oxygène <i>hO₂/j</i>
1	Nov. 2012- Mai 2013	13,4	8,1	0,18	44	2,2	24
2	Juin 2013- Nov. 2013	7,6	4,6	0,27	71	2,4	24
3	Dec. 2013- Mars 2014	7,4	4,5	0,29	69	2,2	24
4	Avril - Mai 2014	7,9	4,8	0,29	66	2,1	12
5	Mai. 2014- Juin 2014	7,5	4,5	0,32	52	2,6	14
6.1	Juillet 2014	8,5	5,1	0,40	69	1,5	17
6.2	Août 2014	8,5	5,1	0,22	52	2,4	17

*calculé sur la base du débit journalier appliqué sur le volume aérobie du réacteur biologique

(V_{aérobie1}+V_{aérobie2IFAS})

L'objectif de la première phase est d'observer l'influence de la charge massique et de la variation saisonnière de la température sur la nitrification. Après sa mise en route, le pilote est maintenu à une charge massique de 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j, période 1 (22°C). Après 6 mois de fonctionnement, la charge est augmentée à l'aide du débit entrant à 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j en période estivale, période 2. Enfin à la période 3, le pilote fonctionne à même charge massique mais subit des températures hivernales (14-18 °C).

L'objectif de la deuxième phase est d'évaluer l'influence de l'aération dans la zone aérobie 1 (boue activée) sur la nitrification du réacteur aérobie 2 IFAS. La diminution des performances de traitement du carbone dans le bassin aérobie 1 augmente les intrants de carbone et d'azote en aérobie 2 IFAS. A partir du maintien d'une charge massique élevée sur le pilote, l'aération est séquencée dans le bassin aérobie 1 à 12h/j, 14h/j puis 17h/j respectivement pour les périodes 4, 5 et 6 (6.1 et 6.2).

Durant la période 6 (périodes 6.1 et 6.2), une diminution de la charge massique a été observée de 0,40 à 0,23 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Cette diminution provient d'un effluent plus faiblement concentré entre le mois de juillet et le mois d'août 2014, et d'une augmentation de la concentration en MES dans le bassin biologique (non souhaitée). Dans le but d'observer l'influence de chaque paramètre indépendamment, la période 6 a été divisée en deux parties de 30 jours : 6.1 et 6.2, correspondant au mois de juillet et août 2014 respectivement.

La concentration en MES est maintenue entre 2,0 et 2,5 gMES/L avec environ 80% de MVS, cette gamme de valeurs est d'une part issue de l'expérience acquise par la bibliographie et d'autre part par la volonté de limiter la charge hydraulique et massique sur le clarificateur (Copithorn *et al.*, 2010). L'indice de boue a été mesuré chaque semaine, et est présenté en annexe VI.1, il varie de 96 à 200 mL/g (± 140 mL/g).

II.4. Mesures ciblées

Les mesures ciblées concernent les expérimentations servant à déterminer certaines caractéristiques telles que la capacité de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte, la vitesse de croissance du biofilm, l'hydrodynamique des réacteurs et la capacité de fluidisation des supports. Ces mesures permettent d'approfondir la compréhension des phénomènes observés dans le procédé. Elles permettent aussi de réaliser le travail de modélisation car elles font partie de la procédure de calage élaborée (Cf. IV.1.)

II.4.1. Porosité du lit non fluidisé

La porosité du lit non fluidisé correspond au rapport entre le volume de vide du lit propre et son volume apparent. Ces déterminations sont faites sur un échantillon de lit non fluidisé et propre placé en vrac. Grâce à la porosité du lit, il est possible de déduire le volume de plastique dans le réacteur.

Un litre apparent de supports propres, sans biofilm, est placé dans une éprouvette graduée de 1 litre (V_{ap}). De l'eau est ajoutée à l'éprouvette de façon à compléter les interstices créés par le support en vrac. Le volume d'eau ajoutée est mesuré et correspond au volume de vide. La différence entre le volume de l'éprouvette et l'eau ajoutée correspond au volume occupé par le plastique des supports. Cette mesure est renouvelée quatre fois et fournit le volume occupé par le plastique des supports dans le réacteur IFAS. Ce volume doit être soustrait au volume total du réacteur.

II.4.2. Vitesse de nitrification maximale (NPR_{max}) par mesure *ex-situ*

Ces tests *ex-situ* ont pour but de déterminer la vitesse maximale de nitrification des boues et du biofilm, et d'estimer la concentration en biomasse autotrophe active des boues et du biofilm. Ces tests sont réalisés en réacteurs séparés du pilote, sans alimentation en eau (i.e. fermés), et remplis de 5L d'un mélange de boue et de supports prélevés dans le bassin aérobie 2 (env. 1685 pièces). La mesure a été réalisée sur un prélèvement de supports dans sa liqueur mixte et sur un prélèvement de supports dans de l'eau traitée. Chaque mélange est aéré, dopé en ammonium (50 mgN/L) et en alcalinité à l'instant initial. L'aération et l'agitation sont maintenues pendant 120 min. à une température de 20°C. Des échantillons

sont prélevés toutes les 30 min, puis immédiatement filtrés, pour y analyser les formes azotées (N-NH_4^+ , N-NO_3^- , N-NO_2^-). Cette expérience est réalisée à une fréquence de 15 jours sur la liqueur mixte et sur le biofilm. Les détails méthodologiques de cette mesure sont présentés en annexe II.2.

La vitesse de nitrification maximale est déduite à partir des courbes de concentration de N-NH_4^+ et N-NO_x ($\text{N-NO}_3^- + \text{N-NO}_2^-$) obtenues en fonction du temps. En considérant que la production par lyse est négligeable, la vitesse de disparition de la concentration en ammonium lors du test *ex-situ* s'écrit (Henze *et al.*, 2000):

$$d\frac{S_{NH}}{dt} = -d\frac{S_{NOx}}{dt} = -\frac{1}{Y_a} \cdot X_{b,aa} \cdot \mu_{aa,max} \quad (18.0)$$

Avec $X_{b,aa}$: Biomasse nitritante (AOB) en mgDCO/L

S_{nh} : Concentration en ammonium dans le réacteur (mgN/L)

$\mu_{aa,max}$: Croissance maximale des nitritantes (AOB) à 20°C en j^{-1}

Y_a : Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe en gDCO/gN

L'assimilation et l'activité hétérotrophe sont négligées dans cette expérience en raison de l'absence de substrat organique. Les termes cinétiques et le rendement cellulaire sont considérés constants dans les conditions de mesure. La concentration d'ammonium dans le batch est alors linéaire. La pente de cette courbe correspond à la vitesse de nitrification maximale en mgN/L/h (NPR_{max}). La même approche est faite pour la production de N-NO_x et est comparée à la consommation d'ammonium.

La concentration en bactéries autotrophes est déduite à l'aide de l'équation 19.

$$X_{b,aa} = \frac{\text{NPR}_{max} \cdot Y_a}{\mu_{aa,max}} \quad (19.0)$$

Avec, NPR_{max} : Vitesse de nitrification maximale (gN/L/j)

L'observation de ces variations dans le temps permet de juger de l'influence des conditions de traitement sur la population autotrophe comme un lessivage par un MLSRT élevé.

En rapportant le flux nitrifié par le biofilm durant l'expérience au flux total nitrifié (liqueur mixte + biofilm), il est possible d'obtenir la contribution du biofilm (%) à la nitrification maximale.

II.4.3. Vitesse de nitrification dans les réacteurs du pilote (NPR) par mesure *in-situ*

Les faibles concentrations en substrats ou en oxygène, ainsi que la diffusion dans le biofilm, limitent la vitesse de nitrification dans les réacteurs du pilote IFAS (en conditions réelles). C'est pourquoi on cherche à estimer la vitesse moyenne journalière de nitrification dans chaque réacteur (NPR). Cette valeur (notée NPR) est comparée au NPR_{max} afin d'évaluer l'impact des limitations du processus de nitrification dans le réacteur (limitation par les substrats ou accepteur d'électrons, limitation diffusionnelle).

Ce NPR est déterminé par bilan massique des flux d'ammonium et de nitrates consommés et produits par jour dans chaque réacteur. Les sondes ANISE Sc de la marque Hach Lange mesurent les concentrations de $N-NO_3^-$ et $N-NH_4^+$ en continu dans chaque bassin. L'assimilation de l'azote par la biomasse est estimée à 5% du flux de DBO_5 traitée (Henze *et al.*, 2000). La méthodologie précise de ces bilans par bassin est présentée à l'annexe II.1.

Le NPR du biofilm a été obtenue en considérant la contribution du biofilm au flux nitrifié (%) obtenu par la mesure NPR_{max} . Cette approche surestime la vitesse du biofilm mais est la seule permettant de différencier NPR du biofilm et NPR liqueur mixte.

II.4.4. Masse surfacique de biofilm et épaisseur moyenne

La masse de biofilm ($M_{biofilm}$) totale (exprimée en gramme de matières sèches) et la surface développée par les supports permettent d'évaluer la masse spécifique de biomasse fixée sur les supports ($M_{surf,biofilm}$ exprimée en gMS/m^2). Celle-ci varie en fonction de la charge appliquée, des conditions hydrodynamiques (détachement), de la maturité du biofilm. Elle influence les performances du traitement du carbone et de nitrification du biofilm.

Le protocole décrit par Vigne *et al.* (2010) a été adapté à cette étude. Quarante supports sont prélevés du bassin aérobie 2 IFAS. Ces derniers sont séchés, pesés puis passés

sous ultrason pendant 45 min pour en décrocher la biomasse. Les supports propres sont ensuite séchés et pesés une nouvelle fois.

L'épaisseur du biofilm est déduite en utilisant la densité du biofilm mouillé (d) et la teneur en matière sèche (MS), estimée à 10% (équation 20).

$$L_f = \frac{M_{biofilm}}{1000 \cdot d \cdot MS \cdot S_{spé}} \quad (20.0)$$

Avec, L_f : épaisseur du biofilm (m)

$S_{spé}$: Surface effective de support dans le réacteur (m^2)

La densité du biofilm mouillé est proche de celle de l'eau, entre 1,020 à 1,007, et est mesurée par le protocole décrit ci-après dans le paragraphe II.5.2.

Les résultats du suivi de la masse surfacique de biofilm pendant toute la période expérimentale sont présentés en annexe VI.1.

II.4.5. Transfert d'oxygène en eau claire et en boue

La mesure du transfert d'oxygène caractérise le transfert de matière de l'oxygène dans la phase liquide des réacteurs aérobies de la filière : aérobie 1 et aérobie 2 IFAS. L'oxygène, sous forme de bulles gazeuses, au contact de l'eau dans le réacteur est transporté dans la phase liquide. La quantité d'oxygène transportée dans le liquide (J_{O_2} en $kg/m^3/s$) est déterminée par le coefficient volumique de transfert $k_L a$ (s^{-1}) et le gradient de concentration en oxygène entre la phase liquide (C) et la concentration à saturation (C_s) en mgO_2/L (équation 21).

$$J_{O_2} = k_L a \cdot (C_s - C) \quad (21.0)$$

La concentration C_s dépend des conditions thermodynamiques du transfert et est référencée par les tables de Mortimer. La détermination du transfert passe donc par la mesure du coefficient volumique de transfert $k_L a$ qui dépend du débit d'air, du type d'aérateur et du mélange dans le réacteur.

II.4.5.1. Mesures et performances des systèmes d'aération en eau claire

Les mesures en eau claire permettent d'évaluer le transfert ($k_L a$) en eau claire ainsi que les performances du système d'aération. Ces mesures de transfert d'oxygène en eau claire (eau potable) ont été réalisées lors de la mise en route de l'installation en avril 2012.

Cette détermination est accomplie par réoxygénation de l'eau claire suivant la méthode normalisée NF 12255-15 : l'eau du bassin est maintenue à saturation en oxygène puis est désoxygénée par l'ajout de sulfite, 130-180 mg/L, et cobalt, 3 mg/L. La concentration d'oxygène est ensuite suivie lors de la réoxygénation. Une série de mesures est faite pour chaque bassin aérobie pour trois débits d'air : minimum, intermédiaire et maximum. Le k_La est obtenu par l'exploitation des courbes de suivi de l'oxygène lors de la réoxygénation. Deux paramètres évaluent les performances du système d'aération en eau claire :

- l'apport horaire en oxygène en conditions standard (AH_{st}) en kgO_2/L dans le volume (V) du réacteur :

$$AH_{st} = k_L a \cdot C_s \cdot V \quad (22.0)$$

- le rendement d'oxygène du réacteur (RO_{st}/m) c'est-à-dire le rapport entre la quantité d'oxygène transférée et la quantité d'oxygène insufflée par hauteur de réacteur :

$$RO_{st} = \frac{AH_{st}}{\rho_{O_2} \cdot Q_{air} \cdot y_{O_2} \cdot h} \quad (23.0)$$

Avec ρ_{O_2} la masse volumique de l'oxygène (kg/m^3), y_{O_2} la fraction volumique de l'oxygène dans l'air insufflée (-) et h la hauteur entre les diffuseurs et le niveau de l'eau.

Les résultats obtenus sont exprimés dans les conditions standard de température et de pression, notées st.

II.4.5.2. Mesures et performances des systèmes d'aération en boue : bilan gazeux

La mesure de l'efficacité du transfert d'oxygène en boue (k_La') est réalisée par un bilan gazeux sur chaque réacteur aérobie (Rosso *et al.*, 2011). La quantité d'oxygène amenée au réacteur est suivie en fonction du débit d'air injecté et de la concentration en oxygène dans le bassin. L'oxygène sortant à la surface du réacteur est récupéré à l'aide d'une cloche hermétique et raccordé à un analyseur de gaz (voir Annexe II.3).

La présence de boue dans le réacteur crée une résistance supplémentaire au transfert, le k_La' est donc plus faible que le k_La pour des conditions similaires de transfert.

Le paramètre employé pour définir le transfert d'oxygène en boue dans le procédé est le facteur alpha : α défini comme le rapport entre k_La' et k_La (Stenstrom et Gilbert, 1981).

II.4.6. Hydraulique du réacteur

Des traçages au sel ont été réalisés pour vérifier le comportement hydraulique des réacteurs. Une impulsion (ou « dirac ») de sel (MgCl) est appliquée par injection d'une solution saline de 5 L concentrée de 4 à 5 gMgCl/L à l'entrée du réacteur à un instant $t=0$. L'évolution de la conductivité est suivie dans chaque réacteur pendant 24 h. Le protocole détaillé de cette expérience ainsi que ces résultats sont donnés au paragraphe IV.2.4 et en annexe II.4.

II.4.7. Caractérisation de la fluidisation : débit minimum pour un mélange homogène dans le réacteur

La densité des particules solides fluidisées a une importance non négligeable sur la dépense énergétique. Comme présenté précédemment, dans le cas du procédé IFAS, les supports ont une densité légèrement inférieure à celle de l'eau, 950 kg/m^3 . Dans notre cas, l'injection de gaz seul permet la création d'un « spiral flow » pour la mise en mouvement des solides. Le système est alors nommé lit turbulent inversé.

L'enjeu de la caractérisation de la fluidisation est de déterminer le débit minimum à l'obtention d'un mélange homogène (parfaitement agité) dans le réacteur. Ce débit doit être un parfait compromis entre agitation dans le réacteur et les dépenses énergétiques liées à l'apport d'air.

Dans un premier temps, ce débit minimum de mélange homogène a été déterminé par une mesure visuelle sur le réacteur IFAS. Trois débits d'air ont été testés sur chaque réacteur. Pour chacun, l'opérateur observe les mouvements en surface, la répartition des supports et la présence de zones mortes en fonction du débit d'air ascensionnel. L'inconvénient majeur de cette méthode est de permettre seulement une appréciation de l'agitation en surface du réacteur.

La bibliographie fournit des protocoles de détermination par le biais de descripteurs issus de la mécanique des fluides (Buffière et Moletta, 1999, Comte *et al.*, 1997). Grâce à un projet de stage de recherche mené en 2014, le débit minimum pour un mélange homogène dans un réacteur IFAS a été caractérisé. A l'aide d'un protocole précis, des mesures ont été

réalisés sur une colonne de 2,5 m de hauteur (figure 22) dans des conditions similaires au pilote IFAS.

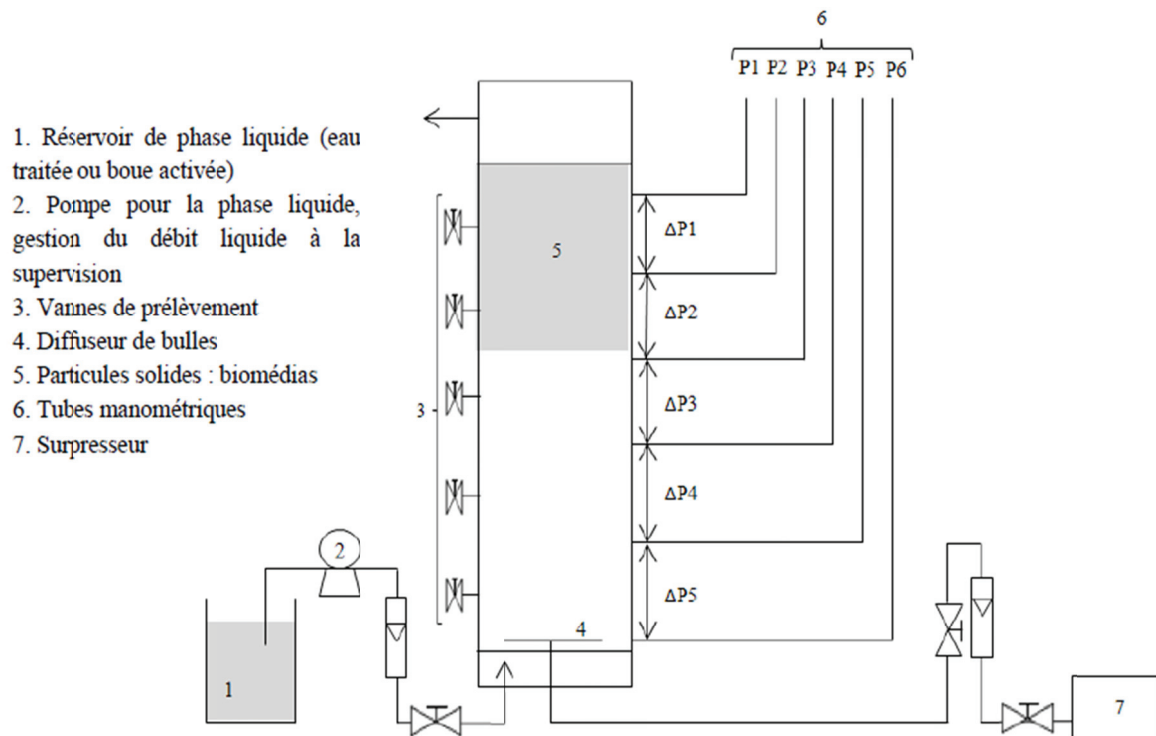


Figure 22 Schéma de la colonne pour les tests de fluidisation des supports

Pour caractériser le mélange fluidisé dans le réacteur, il est nécessaire de connaître les paramètres hydrodynamiques suivant :

- Vitesse du liquide ;
- Vitesse du gaz ;
- Hauteur du lit fluidisé ;
- Les fractions de chaque phase, appelées rétentions (liquide, solide, gazeuse).

Il est aisé de mesurer les vitesses du liquide et du gaz à partir d'une mesure de débit. De même, l'évaluation de la hauteur du lit fluidisé se fait visuellement. Les rétentions des différentes phases correspondent à leur fraction volumique dans le réacteur. Les rétentions des trois phases dans un réacteur fluidisé sont donc égales à 1,0.

Caractériser le mélange fluidisé dans le réacteur revient à observer l'influence du débit gazeux sur la rétention solide. Ainsi lors d'une répartition homogène des phases dans le réacteur, les rétentions solides sont identiques en tous points du réacteur.

Les fractions volumiques sont calculées par les équations 24 et 25.

$$\varepsilon_G + \varepsilon_S + \varepsilon_L = 1 \quad (24.0)$$

$$\Delta P = g\Delta z (\rho_G \varepsilon_G + \rho_S \varepsilon_S + \rho_L \varepsilon_L) \quad (25.0)$$

La différence de pression ΔP entre deux points à différentes hauteurs (Δz) du réacteur est mesurable facilement par des tubes manométrique (figure 23). Ces équations ont donc 3 inconnues : ε_G , ε_S et ε_L , reliées par 2 équations ; La rétention solide peut alors s'exprimer en fonction de la rétention gazeuse (équation 26).

$$\varepsilon_S = \frac{\frac{\Delta P}{g\Delta z} + \varepsilon_G \cdot \rho_L - \rho_G - \rho_L}{\rho_S - \rho_L} \quad (26.0)$$

La détermination de la rétention gazeuse est faite à l'aide de mesure de pression par tubes manométriques situés à différentes hauteurs de la colonne comme spécifié sur la figure 22. A partir de ces mesures, la rétention gazeuse globale est obtenue grâce à l'équation 27.

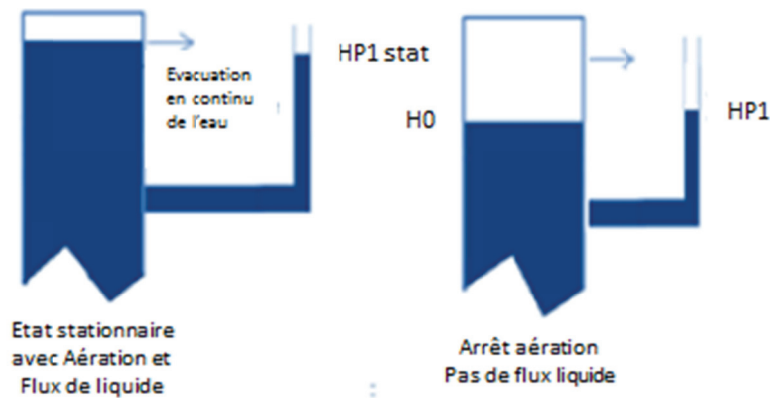


Figure 23 Schéma de mesure de la rétention gazeuse par tube manométrique

$$\varepsilon_G = \frac{HP_{1stat} - HP_1}{H_0 + HP_{1stat} - HP_1} \quad (27.0)$$

La hauteur HP_{1stat} est mesurée en condition stationnaire de fonctionnement avec débit d'air et débit liquide. La hauteur H_1 correspond à la hauteur d'eau dans le tube lors de l'arrêt de l'aération et du débit liquide.

L'évolution des rétentions gazeuses et solides ont été évaluées en fonction de la vitesse ascensionnelle en air (0 à 90 m³/m²/h) pour trois débits liquides (0 à 1,2 m³/h) et pour un taux de remplissage de 43% en support.

II.4.8. Bilan massique sur le pilote IFAS : Age de boue de la liqueur mixte (MLSRT)

Le bilan massique sur le pilote IFAS consiste à déterminer la quantité de boue formée lors du traitement biologique dans le pilote. Ce bilan permet de déterminer l'âge des boues de la liqueur mixte (MLSRT), variable importante pour le processus de nitrification en culture libre comme le précise le paragraphe I.1.4.4 de cette thèse.

Le bilan matière des boues de l'installation nécessite de quantifier la quantité de MES sortie du système par l'extraction. Ce suivi se fait sur une période définie d'environ trois fois l'âge de boue de la liqueur mixte (MLSRT) estimé (Δt). Il permet ensuite de calculer le MLSRT moyen sur la période considérée à partir de la masse de boues sorties du système et de la quantité de boue moyenne dans le réacteur biologique tel que :

$$MLSRT = \frac{m_{boue \text{ bassin}}}{m_{boue \text{ totale sortie du pilote pendant } \Delta t}} \cdot \Delta t \quad (28.0)$$

La masse de boue dans le bassin est le produit du volume du bassin biologique et de la concentration en MES. Cette concentration est mesurée par sonde infrarouge/photomètre SOLITAX Sc de la marque Hach Lange.

La masse de boue dans le clarificateur est négligé dans le calcul du MLSRT, elle représente environ 7% de la masse de boue totale du réacteur biologique.

La masse de boue totale sortie du système est obtenue en additionnant masse extraite et masse évacuée (équation 29).

$$m_{boue \text{ totale sortie du pilote pendant } \Delta t} = Q_{ext} t_{ext} X_{ext} + V_{evac} X_{evac} \quad (29.0)$$

La pompe d'extraction a un débit Q_{ext} fixe de 24 L/h et un temps de fonctionnement (t_{ext}) en h/j programmé dans l'automate. Afin de déterminer la concentration de boue (X_{ext}) en gMES/L, le volume extrait sur une durée de 6h est récupéré. Un prélèvement est fait dans le volume après homogénéisation. Cette mesure est réalisée une à deux fois par semaine et la concentration est moyennée sur la journée.

Des flottants de boues sont observés à la surface du clarificateur, régulièrement évacués, ils représentent une des sorties du système. Ils sont récupérés par un écumage lent de la surface du clarificateur à l'aide d'un récipient. Le volume récupéré (V_{evac}) est noté et un échantillon de ce volume est prélevé pour en déterminer la concentration en MES (X_{evac}).

Les valeurs obtenues pour la phase 1 et la phase 2 de l'étude sont présentées dans les tableaux 24 et 25 respectivement.

Tableau 24 Age des boues (MLSRT) mesuré par bilan de masse des boues aux périodes 1,2 et 3

Période	Cm sur la période ($\text{kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}$ /j)	MLSRT		Production spé. de boue		Température (°C)
		Total (j)	Aéré*** (j)	gMVS/gDBO_5	gMVS/gDCO	
1	0,18	10,7	5,7	0,46*	0,17*	16°C
2	0,27	4,8	3,0	0,74	0,26	22°C
3	0,29	4,5**	2,8	0,75	0,33	16°C

*biais dans la mesure, valeur faible et entachée d'une incertitude importante

**varie entre 4,0 et 5,4 jours sur la période de décembre à janvier

***correspond aux boues des zones aérobies 1 et aérobie 2 IFAS seulement

Le MLSRT aérobie est calculé suivant les équations 28 et 29 en remplaçant $m_{\text{boue bassin}}$ par la masse de boue des bassins aéré : $m_{\text{boue bassin aéré}} (m_{\text{boue aérobie1}} + m_{\text{boue aérobie2IFAS}})$.

Les MLSRT moyens de la phase 1 ont été obtenus sur des bilans effectués sur une période de 15 à 30 jours chacune. Le MLSRT est déterminé à environ 10 jours pour la première période, ce qui est plus faible que l'âge de boue généralement observé sur une station boue activée à faible charge massique appliquée (environ 15 j).

Favorisé par l'augmentation de la charge appliquée sur les périodes 2 et 3, ce MLSRT diminue à 4 et 5 jours respectivement. A charge massique appliquée similaire, les âges de boues obtenus correspondent à ceux observés dans la bibliographie sur les stations de Broomfield et Lakeview (Rutt *et al.*, 2006, Onnis-Hayden *et al.*, 2011, Stricker *et al.*, 2009).

Les MLSRT aérobie mesurés sur les périodes 2 et 3 sont proches de 3 jours et tiennent compte seulement de la masse de boues en condition aérobie dans le bassin dans l'équation 28. Ce MLSRT aérobie a pour objectif de décrire l'impact de l'aération sur la nitrification de la liqueur mixte. Diminuer l'aération dans la zone aérobie 1 diminue la

fraction aérée des boues dans la filière et donc le MLSRT aérobie. Le tableau 25 présente les MLSRT obtenus pour les périodes de la phase 2 avec le séquençage de l'aération en aérobie 1.

Tableau 25 MLSRT et production de boue du procédé IFAS aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Période	Cm sur la période <i>(kgDBO₅/kgMVSLM/j)</i>	MLSRT		Production spécifique de boue		Température (°C)
		Total <i>(j)</i>	Aéré <i>(j)</i>			
				<i>gMVS/gDBO₅</i>	<i>gMVS/gDCO</i>	
4	0,29	3,7	1,4	1,0	0,37	19
5	0,32	4,4	2,0	0,9	0,31	21
6.1	0,40	3,5	1,7	1,0	0,36	22
6.2	0,22	6.1*	2,9	-	-	22

*valeur obtenue par le calcul selon l'équation de Canler *et al.* (2007) = 1/Cm.PSB avec PSB=0.75gMVS/gDCO

Les MLSRT totaux observés varient de 3,5 à 4,4 jours pour les périodes 4 à 6.1. Ces valeurs sont bien en dessous des MLSRT opérés sur des boues activées faible charge.

Les MLSRT aérobies sont inférieurs ou égal à 2,0 jours pour les périodes 4, 5 et 6.1 ce qui est faible. Comparativement les MLSRT aérobie observés sur la station de Broomfield sur un an sont de 3,8 jours (Rutt *et al.*, 2006).

Une méthode de détermination par bilan phosphore sur l'installation a également été employée. Le phosphore étant conservatif, sa mesure dans les intrants et les sortants de l'installation permet de vérifier la conservation des masses sur l'installation. D'autre part, l'accumulation de phosphore dans le biofilm est une information supplémentaire sur ses caractéristiques. La méthodologie de ce bilan et ses résultats sont présentés en annexe IV.

II.5. Modèle du procédé IFAS

La représentation numérique du pilote IFAS dans GPS-X est constituée d'une entrée d'eau usée et de trois modules biologiques dont un module anoxie, un module boue activée aérobie et un module aérobie hybride. Le modèle biocinétique intégré dans ces modules est « Two-step-Mantis » proche du modèle ASM1 et détaillé en annexe VII.

Le modèle de biofilm utilisé dans le réacteur hybride IFAS considère un biofilm plat et uniforme à 1 dimension, son épaisseur, et est divisé en 5 couches de biofilm plus 1 couche liquide limite (diffusion). Les couches de biofilm sont assimilées à des réacteurs parfaitement agités. Les détails des équations de ces modèles dans GPS-X sont détaillés en annexe VII.

L'étape de séparation est modélisée par un décanteur conique associé au modèle simple 1d (modèle de Vesilind).

Dans GPS-X, l'eau usée est fractionnée en plusieurs classes de biodégradabilité ; la méthodologie de ce fractionnement est présentée dans ce chapitre.

Ce chapitre présente également les principales mesures ciblées et les critères d'évaluation des simulations pour le calage.

II.5.1. Fractionnement de la matière organique carbonée et azotée en classes de biodégradabilité

La concentration en DCO de l'eau usée brute a été répartie en 4 fractions :

S_s , rapidement biodégradable,

S_i , soluble inerte,

X_s , lentement biodégradable,

X_i , particulaire inerte.

L'azote total est fractionné en 5 classes :

S_{nh} , azote ammoniacal

S_{ni} , soluble inerte

S_{nd} , soluble ammonifiable

X_{nd} , particulaire organique hydrolysable

X_{ni} , particulaire inerte.

Le travail a consisté à obtenir des moyennes horaires pour chaque fraction lors des périodes simulées.

II.5.1.1. Fractionnement de la DCO

Le fractionnement de la matière organique est réalisé en combinant une méthode physico-chimique et une méthode biologique.

Les méthodes physico chimiques consistent à mesurer la concentration en DCO totale dans les échantillons en séparant la phase particulaire et la phase soluble (par filtration sur filtre 0,45 µm). Elles visent à mesurer la concentration en DCO filtrée (fraction $S_s + S_i$) et la concentration en DCO particulaire (fraction $X_s + X_i$). S_s est déduite en supposant S_i égale à 90% de la concentration en DCO filtrée de l'eau traitée en sortie de l'installation (Choubert *et al.*, 2010). C'est une méthode simple à mettre en œuvre mais qui considère qu'une partie des matières colloïdales présentes dans la DCO filtrée est rapidement biodégradable par les hétérotrophes.

La concentration en DCO totale et en DCO filtrée en entrée est mesurée en continu à l'aide d'une sonde Spectrolizer de la marque S::can. Cette sonde est immergée au point d'arrivée de l'eau usée brute dans le hall expérimental. Une campagne de calibration de la sonde intégrant 20 points d'étalonnage a été réalisée lors de sa mise en place.

La méthode biologique consiste en un test expérimental dans un réacteur batch en conditions d'oxydation aérobie par mesure Oxytop®. Elle vise à déterminer la somme $S_s + X_s$ de l'échantillon d'eau usée brute. Elle consiste à suivre la vitesse de consommation de l'oxygène au cours du temps. Les valeurs des fractions sont ensuite déterminées a posteriori. La mesure de la DBO après 21 jours (DBO_{ultime}) est une méthode permettant d'obtenir cette fraction (Roeleveld et Van Loosdrecht, 2002). A partir de cette mesure, $S_s + X_s$ est déterminé grâce à l'équation 30.

$$S_s + X_s = \frac{DBO_{ultime}}{1 - f_{DBO}} \quad (30.0)$$

Avec f_{DBO} un facteur de correction de la DCO initiale transformée en inerte au cours de la dégradation, évalué à 0,15 (Choubert *et al.*, 2010).

La mesure de la DBO_{ultime} a été réalisée sur 25 échantillons de l'eau usée brute réparties sur toute la période expérimentale.

II.5.1.2. Fractionnement de l'azote

Le fractionnement de la matière azotée est réalisé par méthode physico-chimique. La mesure de l'ammonium dans l'eau brute permet d'identifier S_{nh} . Cette mesure a été réalisée à l'aide d'une sonde AN-ISE Sc de la marque Hach Lang, immergée dans l'eau usée brute en continu.

La part d'azote soluble inerte et soluble organique ($S_{nd}+S_{ni}$) est assimilée à la mesure d'azote Kjeldhal filtrée ($NTK_{filtrée}$), obtenue par filtration sur filtre en fibres de verre à 0,45 μm , sans l'azote ammoniacal (S_{nh}). L'analyse de $NTK_{filtrée}$ a été réalisée sur chaque échantillon moyen 24h de l'eau usée brute (1 fois par semaine).

La fraction particulaire $X_{nd}+X_{ni}$ est définie par la différence entre le NTK_{totale} et le $NTK_{filtrée}$ de l'eau brute mesurée par analyse chimique sur échantillon moyen 24h. La fraction X_{ni} est considérée égale à la fraction S_{ni} .

Afin de différencier la part inerte de la part biodégradable, la mesure du $NTK_{filtrée}$ a également été effectuée sur les eaux traitées, en assumant que :

$$S_{ni} = NTK_{filtrée, sortie} - S_{nh, sortie} ,$$

$$X_{ni} = NTK_{particulaire, sortie}.$$

Chaque fraction de l'azote (% du NTK_{totale}) est supposée constante sur la journée.

II.5.2. Densité moyenne du biofilm mouillé

En génie des matériaux, un pycnomètre permet de déterminer la densité des solides homogènes (Spieweck et Bettin, 1992). Un pycnomètre est un flacon dont le col et le bouchon s'ajustent exactement. Une fois rempli, il rejette par un capillaire l'excédent de liquide de manière à ce que le volume contenu soit toujours le même à température constante (figure 24).

La masse volumique du biofilm mouillé correspond au rapport entre sa masse et son volume. Le volume du biofilm mouillé correspond au volume d'eau déplacé par celui-ci dans le pycnomètre.

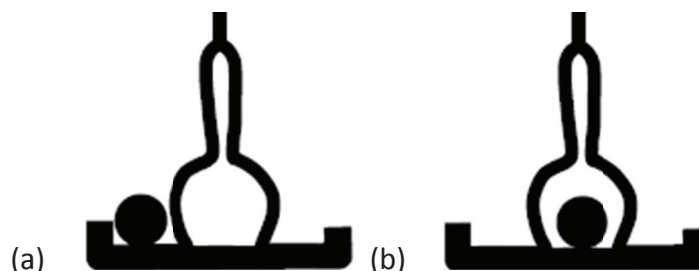


Figure 24 Schéma des pesées du pycnomètre pour la détermination de la densité du biofilm mouillé

Pour cette mesure le biofilm n'est pas détaché du support afin de ne pas modifier ses propriétés. Le protocole décrit par Spieweck et Bettin (1992) a été adapté pour le cas de cette étude afin de différencier le biofilm mouillé et les supports plastiques.

Dans un premier temps, il est nécessaire de connaître la masse d'eau déplacée par le support propre afin de la différencier du biofilm mouillé. Ainsi, 40 supports propres sont pesés avec et à côté du pycnomètre rempli entièrement d'eau (figure 24a) : m_1 . Puis les supports sont insérés dans le pycnomètre rempli d'eau et pesés (figure 24b) : m_2 . La différence entre m_1 et m_2 correspond à la masse d'eau déplacée par le support propre.

Dans un second temps, 40 supports ensemencés humides sont pesés avec et à côté du pycnomètre entièrement rempli d'eau : m_3 . Puis les supports ensemencés sont placés dans le flacon rempli d'eau et pesés : m_4 . Ainsi, la masse d'eau déplacée par le biofilm humide est déterminée par l'équation 31.

$$m_{eau,biofilm} = m_3 - m_4 - (m_1 - m_2) \quad (31.0)$$

En considérant que l'eau et le biofilm mouillé ont le même volume dans les mêmes conditions de température et de pression, le volume de biofilm mouillé correspond à l'équation 32.

$$V_{biof} = \frac{m_{eau,biofilm}}{\rho_{eau}} \quad (32.0)$$

Cette mesure a été répétée afin d'obtenir des mesures fiables de densité du biofilm mouillé qui ont été intégrées dans le modèle dans GPS-X.

II.5.3. Evaluation de la qualité de simulation

La qualité de simulation est estimée par rapport aux variables simulées par le modèle selon deux critères : l'écart standard (SD) estimant la différence entre moyenne simulée et moyenne mesurée, et le différent standard relatif (RSD) correspondant à cette même différence rapportée à la moyenne mesurée (équation 33 et 34) avec n le nombre de valeurs.

$$SD = \frac{\sum_{i=0}^n |C_{simulée} - C_{mesurée}|}{n} \quad (33.0)$$

$$RSD = \frac{\sum_{i=0}^n \frac{|C_{simulée} - C_{mesurée}|}{C_{mesurée}}}{n} \quad (34.0)$$

Ces deux critères sont dit globaux car ils sont calculés pour une période de plusieurs jours.

La qualité de simulation des dynamiques est évaluée par comparaison visuelle sur des graphiques tels que présenté sur la figure 25.

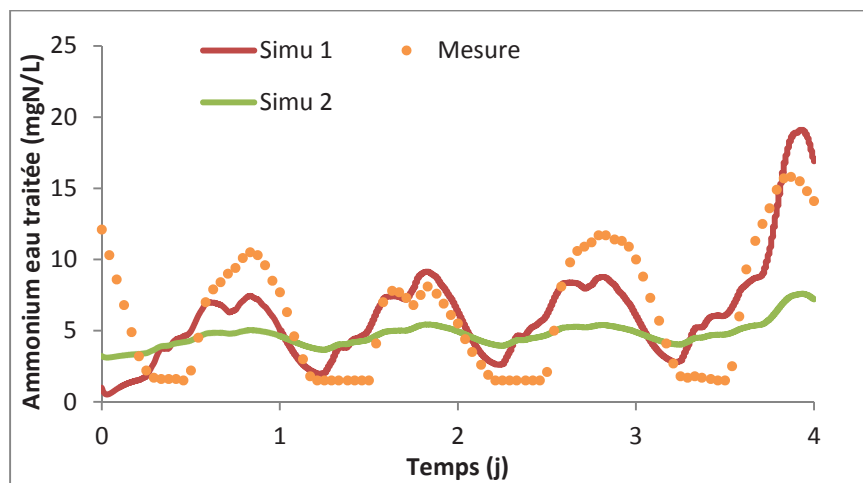


Figure 25 Comparaison entre les concentrations simulées et mesurées pour évaluer visuellement la qualité de simulation des concentrations en ammonium dans l'eau traitée

Par exemple, cette figure représente la concentration d'ammonium mesurée sur une journée ainsi que deux simulations associées (simu 1 et simu 2). La simulation 1 est préférée à la simulation 2 qui possède un RSD similaire (<10%) mais qui ne traduit pas l'amplitude des variations journalières.

Chapitre III : Résultats expérimentaux

III.1. Etude de la fluidisation et des performances d'aération du procédé IFAS

Les réacteurs IFAS sont des réacteurs tri-phasiques avec une phase liquide, gazeuse et solide. C'est un mélange complexe dont l'hydrodynamique nécessite d'être caractérisée. L'apport d'air génère un mouvement de fluide avec des zones ascendantes et des zones descendantes (« spiral flow »). C'est pourquoi il est nécessaire de déterminer les débits d'air minimum nécessaires à un mélange homogène dans le réacteur.

La présence de supports dans les réacteurs modifie la dispersion du gaz par rapport à un réacteur boue activée. Par conséquent, l'oxygénation du milieu est modifiée par la présence d'une phase solide. Cette section a également pour objectif de caractériser le transfert dans le réacteur IFAS.

III.1.1. Caractérisation de la fluidisation en réacteur IFAS

Comme présenté précédemment, dans le cas du procédé IFAS, les supports BMX1 ont une densité légèrement inférieure à celle de l'eau (env. 950kg/m^3). L'injection d'air seul permet la mise en mouvement des solides en « spiral flow » et le système est alors nommé lit fluidisé inversé. La caractérisation du mélange dans le réacteur est réalisée par mesure visuelle en surface dans le pilote et/ou à l'aide des outils fournis par le génie des procédés en colonne translucide.

III.1.1.1. Caractérisation de la fluidisation en colonne translucide

La détermination du débit minimum nécessaire à un mélange homogène a été réalisée en colonne translucide de 2,5 m de hauteur et d'un diamètre de 39 cm pour un volume de 300 L. La colonne est également équipée d'un système d'aération du type « grosse bulle », similaire au pilote IFAS. La figure 26 représente la création du « spiral flow » de son état initial sans aération à son état stable pour un débit surfacique de $18\text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$, exprimé en conditions normales de température et de pression (1 atm, 20°C).



T0: Lit fixe inversé - Etat initial sans aération **(a)**



T5s : Début de fluidisation - Mise en fonctionnement de l'aération **(b)**



T1min : Ensemble des supports en mouvement **(c)**

Figure 26 Mise en route de la fluidisation en colonne translucide avec un débit d'air injecté de $18\text{Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$

Le temps nécessaire à la mise en mouvement de tout le volume de la colonne est proche de 1 minute. Ce temps dépend du débit d'air surfacique injecté et des matériaux à fluidiser. Le « spiral flow » se met en place rapidement et les supports sont uniformément répartis dans toute la colonne.

La méthodologie suivie pour cette étude est développée au chapitre II.4.7. Si les rétentions solides sont identiques en tout point de la colonne (fraction volumique de solide dans le mélange), alors le mélange est considéré comme homogène. Le protocole mis en place vise à déterminer en trois points de hauteur de la colonne les variations de la rétention solide (cf. chap. II.4.7) en fonction du débit d'air injecté, et ce dans différentes conditions de fonctionnement (taux de remplissage, MES, alimentation).

La figure 27 présente l'impact du débit d'air sur les rétentions solides, pour un taux de remplissage de 40% de supportsensemencés à $4\text{gMS}/\text{m}^2$ dans de l'eau traitée. Ces mesures ont été réalisées en trois sections de hauteur de la colonne: dP1, dP2 et dP3.

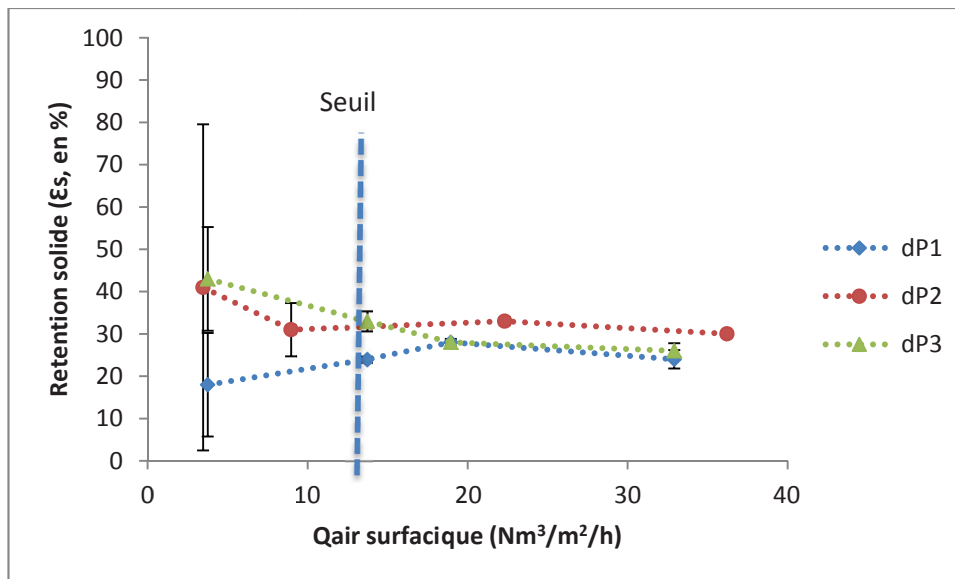


Figure 27 : Impact du débit gazeux sur la rétention solide (Conditions expérimentales = taux de remplissage en matériaux : 40%, eau traitée)

Pour des débits d'air surfaciques faibles, inférieurs à $10 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$, une différence très élevée est constatée sur la valeur de la rétention solide. Cette dernière n'est pas homogène dans la colonne comme le montre les différences entre dP1, dP2 et dP3, elle varie de 20 à 40% pour un même débit surfacique. Le débit d'air injecté n'est pas suffisant pour assurer un mélange homogène dans le réacteur.

A partir d'un débit d'air surfacique injecté de $12 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$, la rétention solide est identique pour les trois points de mesures avec un écart d'erreur faible. Elle ne varie plus avec l'augmentation du débit d'air injecté. La fluidisation est indépendante du débit d'air et le mélange est considéré homogène dans la colonne.

Les mesures effectuées à des taux de remplissage de 20% en support BMX1 montrent un débit d'air minimal plus faible que pour des taux de 40% de remplissage (annexe III).

Plusieurs études de lits fluidisés inversés ont été menées en colonne, souvent avec des diamètres inférieurs. La vitesse du gaz nécessaire pour une distribution homogène des solides dans la colonne est déterminée à $18 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$ (Buffière et Moletta, 1999, Comte *et al.*, 1997). Cette valeur est élevée par rapport aux résultats obtenus et dépend de la taille du réacteur, du type de solides dans la colonne et du type de diffuseur. C'est pourquoi des valeurs différentes peuvent être trouvées dans notre cas.

III.1.1.2. Caractérisation de la fluidisation dans le réacteur aérobie 2 IFAS du pilote

Une quantification visuelle de la fluidisation a été effectuée en eau claire dans le bassin aérobie 2 IFAS (figure 28 et tableau 26).



Figure 28 Appréciation visuelle de la fluidisation en surface du réacteur aérobie 2 IFAS

Tableau 26 Evaluation du mélange de fluidisation en surface dans le bassin aérobie 2 IFAS en eau claire avec un taux de remplissage de 43% en BMX1

Débit d'air (Nm ³ /h)*	Débit surfaccique (Nm ³ /m ² /h)	Observation en surface du réacteur**		Mélange dans le réacteur
		Vitesse globale du lit	Volume mort	
11,2	20,0	Très élevée	Non	Turbulent
8,0	14,3	Elevée	Non	Bon
6,5	11,6	Elevée	Non	Bon
5,0	8,9	Elevée	Petit	Moyen
3,0	5,3	Faible	Important, en profondeur	Mauvais

*conditions opératoires : 1010hPa ; 23°C ; ΔPa<200 mPa ; **43% de remplissage du réacteur en supports

La fluidisation est appréciée en fonction des volumes morts en surface (zone de supports sans mouvement) et de la vitesse globale estimée dans le bassin. Ces observations permettent d'établir, en conditions *in-situ* de traitement, le débit minimum de fluidisation. Un débit inférieur à 5 Nm³/h soit 9,0 Nm³/m²/h fait apparaître en surface des volumes morts même si la vitesse globale du lit reste élevée. Le mélange dans le réacteur est donc limite.

Des mesures ont été réalisées sur un réacteur pilote MBBR de 1,5 m de hauteur ($1,35 \text{ m}^3$) pour le même type de supports (BMX 1) à 60% de taux de remplissage (Barry, 2013). Un débit surfacique de $8,9 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$ permet une bonne fluidisation des supports. Cette étude conforte les résultats obtenus sur le pilote IFAS.

III.1.1.3. Comparaison et critique des deux méthodes de mesures de la fluidisation

Les résultats obtenus par mesures visuelles ont permis de mettre en valeur un débit d'air surfacique de $9,0 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$ dans le réacteur aérobie 2 IFAS. Elle permet une approche de l'homogénéité dans le bassin mais nécessite d'être complétée. Cette méthode ne permet qu'une appréciation de l'efficacité du mélange du « spiral flow » en surface du réacteur.

Les supports se fluidisent rapidement en colonne translucide ($t < 1 \text{ min}$). La description du mélange montre que celui-ci est homogène pour un débit d'air surfacique supérieur à $12 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$. Cette valeur seuil est proche du résultat obtenu par mesure visuelle. Les études comparatives en colonne de fluidisation montrent des valeurs supérieures (Comte *et al.*, 1997). Des difficultés subsistent pour transposer ces résultats au réacteur aérobie 2 IFAS de forme et volume différents ; par exemple, des effets de bords modifient la fluidisation d'un réacteur à un autre.

La fluidisation doit être mesurée en réacteur de traitement pour des résultats transposables au procédé étudié. Dans le cas de notre étude, un débit surfacique minimal de $10 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$ est retenu pour un mélange homogène dans le réacteur.

III.1.2. Evaluation du transfert d'oxygène

Les campagnes de mesures ont été réalisées dans les bassins aérobie 1 et aérobie 2 IFAS en mars 2012 pour les tests en eau claire, et en août 2013 pour les tests en boues (période 2). L'objectif de ces mesures est de caractériser le transfert en fonction du type de rampe d'aération, de définir l'influence du taux de remplissage sur le transfert d'oxygène et de caractériser le transfert en boue. L'apport en oxygène nécessaire au traitement sera défini.

III.1.2.1. Influence des types de rampes d'aération sur le transfert d'oxygène en eau claire

Les réacteurs IFAS disposent d'un transfert de l'oxygène moins performant par rapport aux réacteurs boues activées, dû à leur système d'aération de type « grosse bulle ». Pour le vérifier, les coefficients de transfert massique de l'oxygène en eau claire ont été obtenus pour chaque bassin en fonction du débit surfacique. Le réacteur aérobique 1 est équipé d'une rampe d'aération fine bulle, le réacteur aérobique 2 IFAS d'une rampe d'aération grosse bulle avec un taux de remplissage en supports de 40%. Ces résultats sont présentés à la figure 29.

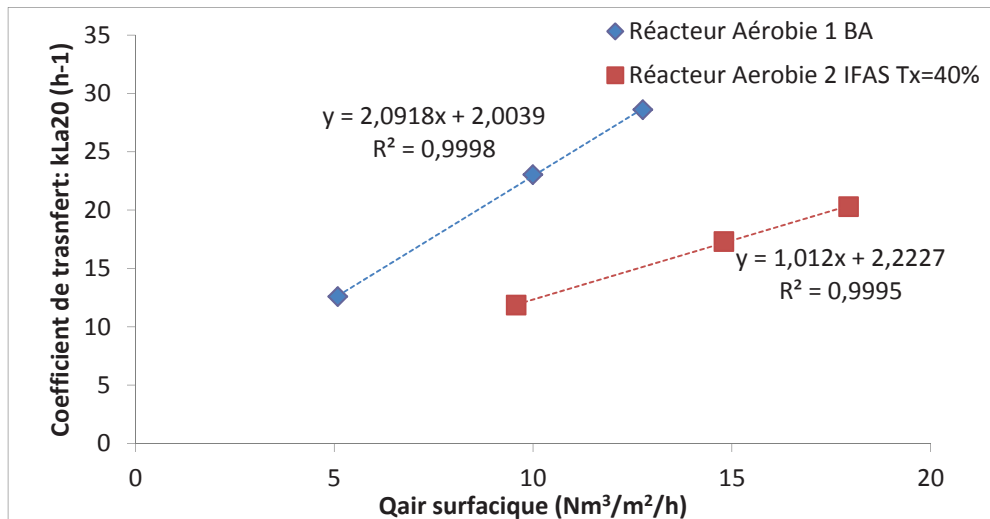


Figure 29 Coefficient de transfert de l'oxygène sur les deux zones aérobies en fonction du débit d'air surfacique (taux de remplissage aérobique 2 : 40%)

Il apparaît que les zones aérobique 1 et aérobique 2 IFAS ne possèdent pas le même transfert d'oxygène. En effet, la zone aérobique 2 IFAS montre des k_La trois à quatre fois plus faibles que ceux observés sur la zone aérobique 1 en boue activée et équipé d'une membrane d'aération fine bulle. Cette différence est nette sur le calcul des apports horaires d'oxygène (AH_{st}) : l'apport en oxygène du bassin aérobique 1 aéré de manière continue est de 190 gO₂/h pour un débit en air de 5,4 Nm³/h. Cet apport diminue à 58 gO₂/h pour ce même débit en aérobique 2 IFAS.

Les rendements d'oxygénation spécifiques de transfert de la zone aérobique 1 et aérobique 2 IFAS sont de 7,4%/m et 3,9%/m respectivement. La zone IFAS avec un taux de remplissage en support de 40% dispose d'un rendement spécifique 1,9 fois inférieur au réacteur boue activée. Rosso *et al.* (2011) ont réalisé des mesures sur des réacteurs IFAS et boues activées de la station de Greensboro en Caroline du Nord et équipés des mêmes types d'aérateurs (support K3, 40% de taux de remplissage). Leurs résultats montrent un

rendement d'oxygénation standard du réacteur IFAS de 1,5 à 1,9 fois inférieur au réacteur boue activée de même géométrie (Rosso *et al.*, 2011). Ces résultats sont cohérents avec les mesures obtenues sur le pilote IFAS.

III.1.2.2. Influence du taux de remplissage sur le transfert d'oxygène d'un réacteur IFAS

Les constructeurs de station MBBR et IFAS soutiennent l'hypothèse que l'ajout de supports favorise le transfert de l'oxygène en fractionnant les grosses bulles en bulles plus petites. Afin de vérifier cette hypothèse, des tests ont été réalisés sur le réacteur aérobie 2 IFAS pour des taux de remplissage de 0%, 20%, 40% et 50%. Les résultats obtenus sur le k_{La20} et les rendements spécifiques d'oxygénation en fonction du débit d'air surfacique sont présentés sur les figures 30a et 30b.

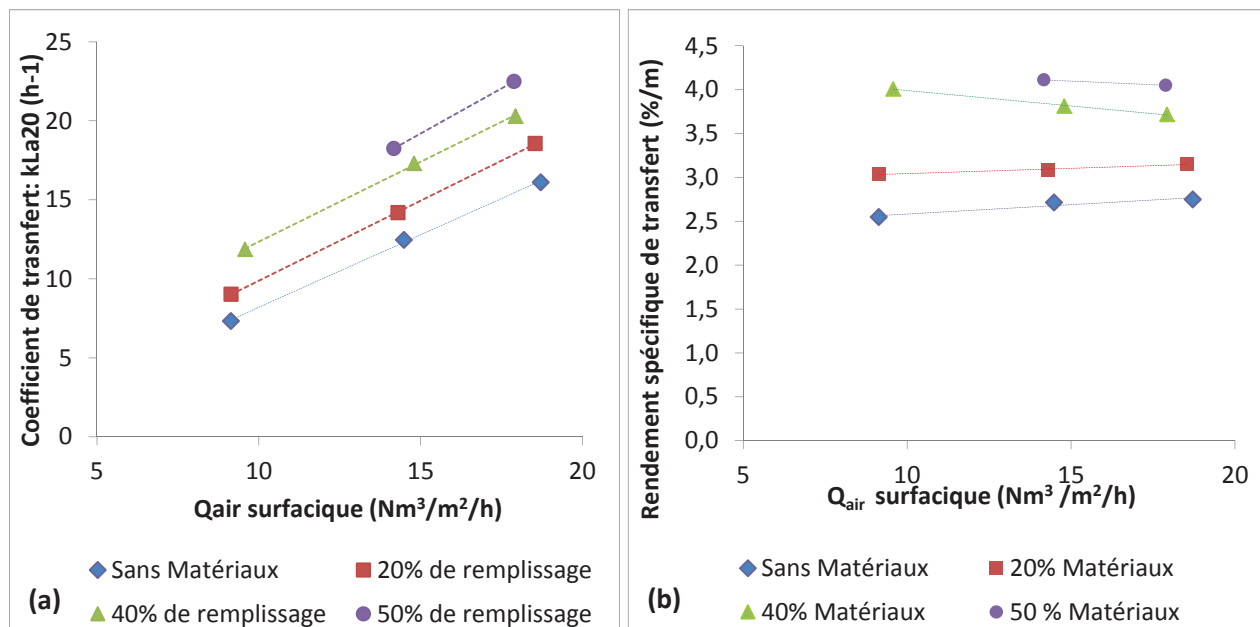


Figure 30 Coefficient de transfert (a) et rendement spécifique de transfert de l'oxygène (b) en fonction du taux de remplissage (0%,20%,40% et50%)

Le transfert de l'oxygène est nettement amélioré par l'apport de supports dans le bassin. Pour un débit d'air de $9,3 Nm^3/m^2/h$ et des taux de remplissage de 0 à 40%, le k_{La20} augmente de 7,3 à $12,0 h^{-1}$ soit une amélioration du transfert d'environ 65%. Le rendement d'oxygénation standard passe de 4,3% sans matériaux à 6,3% avec 40% de BMX1.

Cette amélioration du transfert avec la masse de solide dans le réacteur a été rapportée en colonne pour un lit inversé (Hamdad *et al.*, 2007). L'augmentation du débit d'air surfacique injecté augmente également le coefficient de transfert. En effet, le flux

d'oxygène transféré dépend également de la rétention gazeuse (ϵ_G), c'est-à-dire du temps de contact entre les bulles d'air et le milieu liquide.

III.1.2.3. Transfert d'oxygène en boue (réacteurs aérobies)

Le paramètre employé pour définir le transfert d'oxygène en boue dans le procédé est le facteur alpha (α) qui est défini comme le rapport entre le coefficient de transfert en boue ($k_L a'$) et le coefficient de transfert en eau claire ($k_L a$) (Stenstrom et Gilbert, 1981). Ce coefficient est influencé par les conditions de traitement du procédé comme la concentration en MVS de la liqueur mixte et l'âge des boues (MLSRT) (Rosso *et al.*, 2005, Henkel *et al.*, 2011). Ce facteur a été déterminé sur chaque bassin pendant la période 2 de fonctionnement (Tx : 43% ; Cm= 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j ; T°C= 22°C et MES = 2,2 gMES/L). Les résultats obtenus sont présentés au tableau 27.

Tableau 27 Résultats de mesures de transfert de l'oxygène en boue sur les réacteurs aérobie 1 et aérobie 2

Débit surfacique <i>(Nm³/m²/h)</i>	Type d'aérateur	k _L a' ₂₀ <i>(h⁻¹)</i>	α <i>(-)</i>	RO _{st} '/m <i>(%/m)</i>
Aérobie 1				
5,2	Fines bulles	13,2 ±0,2	-*	7,5 ±0,1
7,8		16,6 ±2,6	-*	6,3 ±0,5
14,2		27,8 ±2,5	-*	6,4 ±0,6
Aérobie 2 IFAS				
4,3	Grosses bulles	3,9 ±1,5	0,6	2,7 ±1,1
6,4		5,2 ±1,8	0,6	2,4 ±0,8
12,2		9,4 ±3,2	0,7	2,7 ±0,8

*biais expérimental, valeur non retenue

Un biais dans le protocole de mesure en eau claire sur la zone aérobie 1 a faussé la détermination où la mesure de transfert a été réalisée sans agitation mécanique. Ainsi, le coefficient α obtenu est proche de 1,0, ce qui est très élevée par rapport aux valeurs rapportées dans la bibliographie en boue activée pour des MLSRT similaires et une hauteur de bassin <5,5 m (Henkel *et al.*, 2011, Gillot et Héduit, 2008). Le coefficient α retenu sera pris entre 0,5 à 0,7 en fonction des conditions de traitement.

La valeur de α retenue sur le bassin aérobie 2 IFAS est de 0,63. Cette valeur concorde avec les mesures de l'étude de Rosso *et al.* (2011) sur la station IFAS de Greensboro. Le coefficient moyen obtenu est de 0,57 pour un MLSRT entre 3 à 4 jours.

Grâce à ces mesures, il a été possible de déterminer les débits minimum à injecter dans les réacteurs et nécessaire au traitement du carbone et de l'azote. Des débits de 0,5 Nm³/h et 5,5 Nm³/h ont été obtenus dans les réacteurs aérobie 1 et 2 respectivement. Ces calculs sont présentés en annexe III.

III.1.3. Conclusions

Le débit minimum de fluidisation dans le réacteur IFAS a été estimé à 5,5 Nm³/h, soit 10 Nm³/m²/h pour obtenir un mélange homogène.

Le transfert de l'oxygène en eau claire dépend de la taille des bulles injectées et de la quantité d'oxygène apportée (rétention gazeuse : ϵ_G). Le $k_L a$ sur la zone aérobie 2 IFAS varie de 12 à 20 h⁻¹ pour des débits d'air surfaciques de 9 à 19 Nm³/m²/h. L'ajout de supports (40% de remplissage) améliore le transfert de 65% en eau claire et le rendement spécifique d'oxygénation. La zone IFAS possède un transfert moins performant que la zone boue activée à cause de son système d'aération « grosse bulle ». Le coefficient de transfert en boue α retenu pour la zone aérobie 2 IFAS est d'environ 0,57 aux conditions de traitement étudiées.

III.2. Influence de la charge massique et de la température sur le procédé IFAS (périodes 1, 2 et 3)

Comme décrit dans le paragraphe II.1.5, l'objectif premier de cette thèse est d'observer l'influence de l'augmentation de la charge massique et de l'impact de la température sur les performances de traitement du procédé IFAS et sur l'évolution de la capacité de nitrification.

L'analyse se base sur les mesures des concentrations en entrée et sortie du procédé et sur les vitesses de nitrification (NPR et NPR_{max}) dans les réacteurs aérobies.

Ce chapitre présente les performances de traitement du carbone et de l'azote du procédé IFAS ainsi que les concentrations au rejet. Il présente également les vitesses maximales de nitrification (NPR_{max}) du biofilm et de la liqueur mixte, et les vitesses réelles (NPR) mesurées en réacteurs.

Ce chapitre permet de sélectionner les conditions optimales de traitement et les vitesses de nitrification et dénitrification permettant à termes d'optimiser le dimensionnement du procédé IFAS.

Les variations journalières de l'eau usée brute sont présentées au chapitre II.2 et en annexe VIII (par concentration des fractions de la matière organique et de l'azote).

III.2.1. Performances de traitement du carbone et de l'azote

III.2.1.1. Elimination du carbone

Les charges en DCO_{totale} éliminées en fonction des charges en DCO_{totale} appliquées par volume total du bassin sont présentées à la figure 31. Les rendements d'élimination de la DCO de 80%, 90% et 100% sont indiqués par les lignes en traits pointillés et continus.

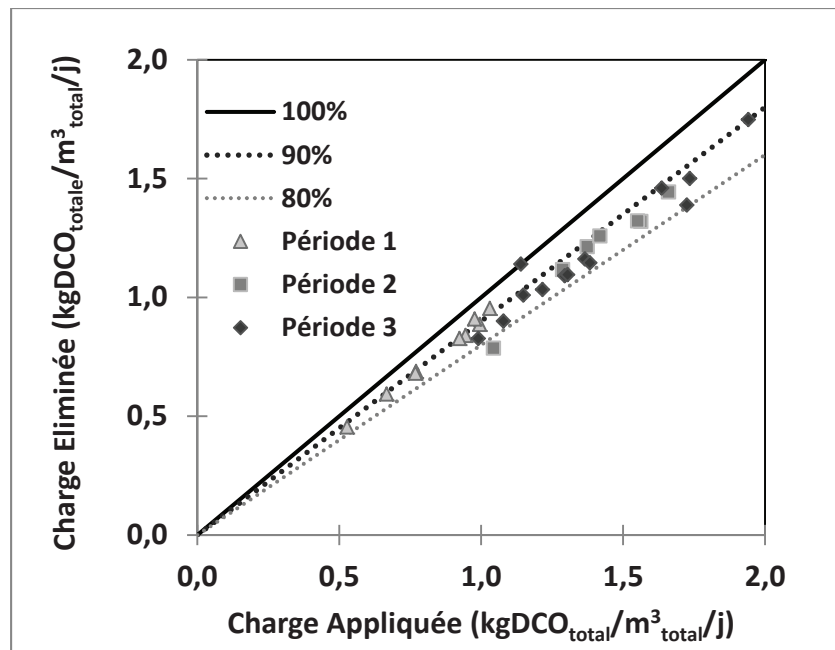


Figure 31 Performances de traitement de la DCO_{totale} du pilote IFAS aux périodes 1 (16°C), 2 (22°C) et 3 (16°C)

Pendant les périodes 1 et 3 la température de l'eau est en moyenne de 16°C. A la période 2 la température moyenne est de 22°C.

Le rendement sur la DCO_{totale} est constant et proche de 90% pour les périodes 1, 2 et 3 pour des charges de 0,5 à 1,8 $kgDCO/m^3_{total}/j$. L'augmentation de la charge massique entre les périodes 1 et 2 de 0,18 à 0,29 $kgDBO_5/kgMVSLM/j$, associée à une diminution du $TSH_{aérobie}$ de 8,1 h à 4,5 h, affectent peu ces rendements.

Pendant les périodes 2 et 3 aucune différence n'a été observée avec la diminution de la température de $22\pm 2^\circ C$ à $16\pm 2^\circ C$. Les performances de traitement du carbone ne semblent pas avoir été limitées lors de ces trois périodes. Le procédé IFAS est capable de fonctionner à une charge appliquée de 1,7 $kgDCO/m^3/j$ avec un rendement d'élimination de la DCO_{totale} proche de 90% pour l'eau usée brute testée. Le tableau 28 présente les concentrations en matière organique au rejet.

Tableau 28 Concentrations en matière organique des eaux traitées du pilote pour les périodes 1, 2 et 3 (n=28)

Eaux Traitées	DCO_{totale} (mgDCO/L)	$DCO_{filtrée}$ (mgDCO/L)	DBO_5 (mgDBO ₅ /L)	$DBO_{5filtrée}^*$ (mgDBO ₅ /L)	MES (mgMES/L)
Période 1	48±8	29±5	13±5	5,0	16±3
Période 2	63±12	29±3	19±4	7,0	24±6
Période 3	61±14	30±8	19±5	7,0	24±5

*calculée : $DBO_{5filtrée} = DBO_5 - 0,5.MES$

Pendant la période 1, les concentrations en $\text{DCO}_{\text{totale}}$ et en MES sont plus faibles en raison des temps de séjour hydrauliques: les TSH aérobies sont en moyenne 55% plus faibles que lors des périodes suivantes.

Les concentrations en $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ dans les eaux traitées sont restées stables et inférieures à 30 mgDCO/L durant ces trois périodes. L'augmentation des charges a peu perturbé le traitement du carbone biodégradable.

Les concentrations en $\text{DCO}_{\text{totale}}$ et DBO_5 sont sensibles à l'augmentation de la charge appliquée. Des concentrations en DCO particulaire plus importantes sont observées et associées à une augmentation de MES au rejet de 16 à 24mgMES/L entre les périodes 1 et 2-3. Ces résultats traduisent une décantation moins efficace dans le clarificateur. Les TSH ont été diminués de 55% en moyenne entre la période 1 et 2-3.

Les concentrations observées pendant plus d'un an sur l'effluent de la station de Lakeview en Ontario étaient de 55 ± 30 mgDCO/L et de 4 à 20 mgMES/L (Stricker *et al.*, 2009). Ces concentrations ont été obtenues à des charges proches de 0,3 kg DBO_5 /kgMVSLM/j et un TSH aérobique de 5h30. Dans cette étude, le clarificateur est opéré en dessous de sa charge de dimensionnement ce qui permet une vitesse de décantation plus faible.

III.2.1.2. Elimination de l'azote

Les performances de traitement de l'azote réduit (NTK) sont issues des réactions de nitrification et d'assimilation. La charge éliminée en NTK en fonction de la charge appliquée par volume total du réacteur est présentée sur la figure 32 ci-dessous. Les rendements d'élimination de l'azote de 80%, 90% et 100% sont représentés par les traits continus et en pointillés.

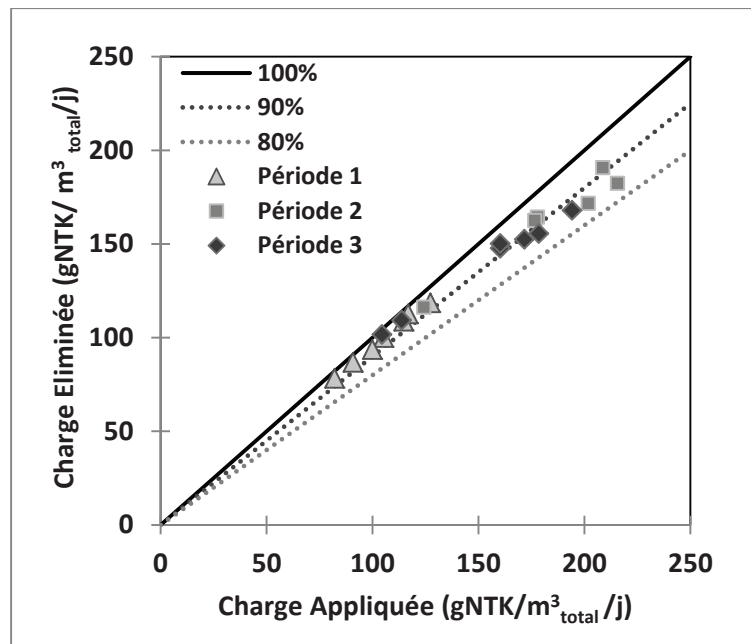


Figure 32 Performances de traitement de l'azote réduit (assimilation et nitrification) périodes 1, 2 et 3

Ces performances sont stables même avec la diminution du MLSRT de 10 à 4 jours entre les périodes 1 et 2. Un rendement moyen proche de 90% est observé pendant les trois périodes pour une gamme de charge appliquée de 70 à 230 gNTK/m³/j. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par Rutt *et al.* (2006) pour des charges appliquées de 110 à 170 gN-NH₄/m³_{total}/j avec un MLSRT de 4 jours et des rendements observés de 99% entre 13 à 22°C.

Le tableau 29 présente les concentrations moyennes en azote au rejet par périodes.

Tableau 29 Concentrations en azote des eaux traitées pour les périodes 1, 2 et 3 (n=28)

Eaux Traitées	NTK	N-NH ₄ ⁺	N-NO ₂ ⁻	N-NO ₃ ⁻
	(mgN/L)	(mgN/L)	(mgN/L)	(mgN/L)
Période 1	3,0±1,0	0,8±0,8	0,6±0,4	12,7±3,5
Période 2	6,0±2,8	3,9±2,4	1,2±0,3	10,3±1,9
Période 3	5,4±2,8	3,8±2,9	0,5±0,1	10,8±3,8

La concentration en ammonium des eaux traitées est de 0,8±0,8 mgN/L pour la période 1. Les concentrations observées sur la période 2 à plus forte charge sont plus élevées, en moyenne de 3,9 ±2,4 mgN/L. Cette concentration est la même lors de la période 3. Le changement de température de 22°C à 16°C entre les périodes 2 et 3 ne semble pas perturber le rejet en ammonium en régime stabilisé. La nitrification dans le procédé semble

stable avec la diminution de température. Les résultats des périodes 2 et 3 sont comparables aux rejets des stations de Broomfield et Lakeview pour des conditions de charge massique et de température similaires (Stricker *et al.*, 2009, Rutt *et al.*, 2006).

Afin de mieux appréhender l'influence de la charge appliquée sur le rejet, la figure 33 présente la concentration en NTK des eaux traitées en fonction des charges entrantes.

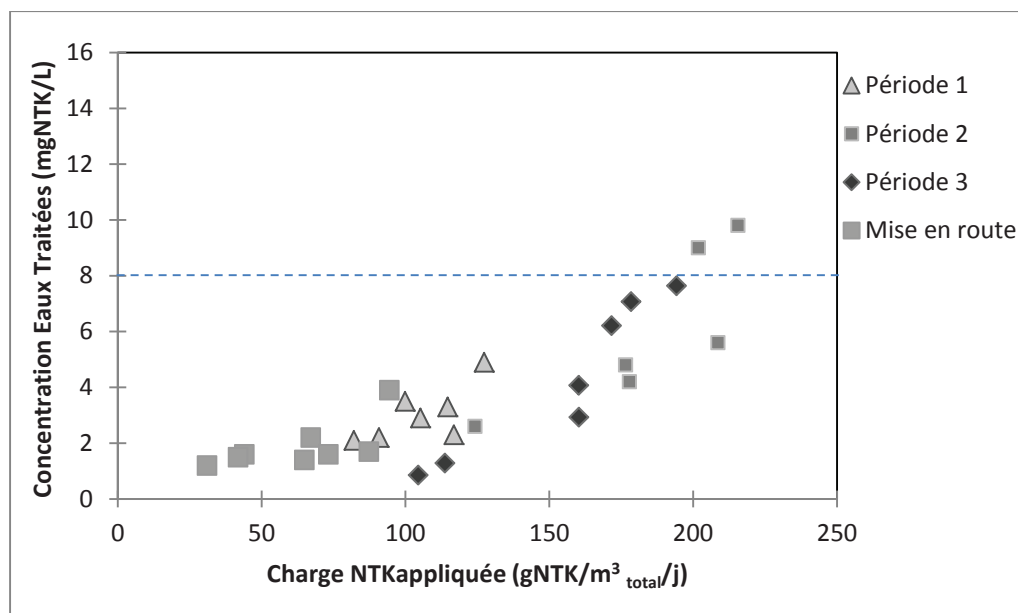


Figure 33 Concentrations en NTK des eaux traitées en fonction de la charge en NTK appliquées au procédé IFAS

Pour rappel, les limites imposées sur la qualité de rejet par la réglementation en NGL (N-NO_x + NTK) est de 15 mgN/L et/ou 70% d'abattement (arrêté 22 juin 2007). Des valeurs plus restrictives peuvent être demandées par arrêtés préfectoraux dans certaines zones très fragiles.

Le procédé est capable de maintenir une concentration en NTK au rejet inférieure à 8 mgN/L jusqu'à une charge appliquée de 180 gNTK/m³ total/j pour l'effluent testé.

Pour la période à faible charge (1 et mise en route), la qualité des rejets sont faibles et augmentent faiblement sur la gamme de 50 à 125 gNTK/m³ total/j. Pour les périodes 2 et 3, la concentration en NTK en sortie augmente rapidement sur la gamme 150 à 200 gNTK/m³/j. Des mesures supplémentaires à des charges appliquées en NTK supérieures seraient nécessaires afin de confirmer cette dernière tendance.

La figure 34 reprend les valeurs moyennes en azote au rejet du pilote IFAS pour chaque période.

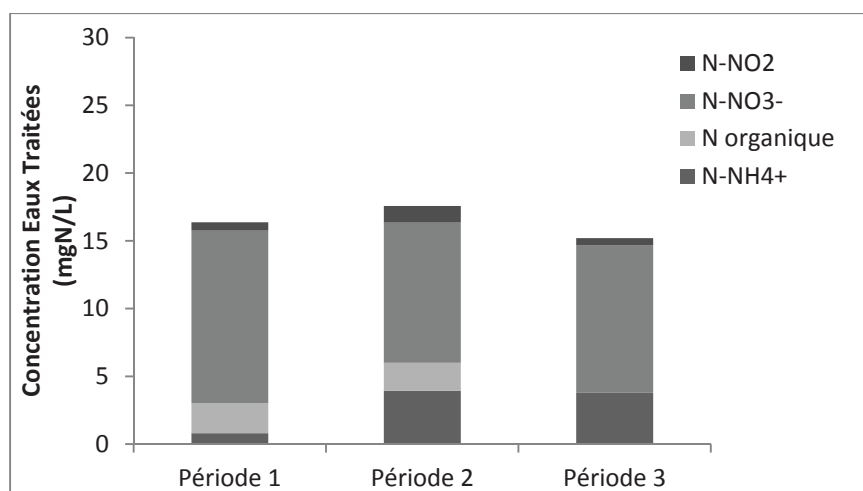


Figure 34 Concentrations moyennes en NGL au rejet aux périodes 1, 2 et 3

Les concentrations mesurées au rejet sont proches de 15mgN/L pour les périodes 1, 2 et 3.

Durant la période 1, la concentration en nitrates approche $12,7 \pm 3,0$ mgN/L associée à un rejet en azote réduit inférieur à 3,0 mgN/L. A cette période, le pilote est capable de nitrifier presque totalement la charge mais avec une concentration élevée en N-NO_3^- .

L'augmentation de la charge à la période 2 diminue le rejet en nitrates à $10,3 \pm 2$ mgN/L mais cette diminution est associée à une augmentation de la concentration en ammonium de 3,0 mgN/L.

A la période 3, la diminution de température ne semble pas modifier la composition en azote des eaux traitées. Un écart plus variable des concentrations en NTK est constaté à cette période. En effet, la période 3 correspond à la période d'hiver 2013 pendant laquelle l'alternance de temps de pluie et de temps sec fait varier les flux appliqués et favorise des régimes transitoires.

Afin de compléter cette analyse, la figure 35 présente les charges éliminées en NGL rapportées aux charges appliquées. Les rendements de 80%, 90% et 100% sont représentés par des traits continus et en pointillés.

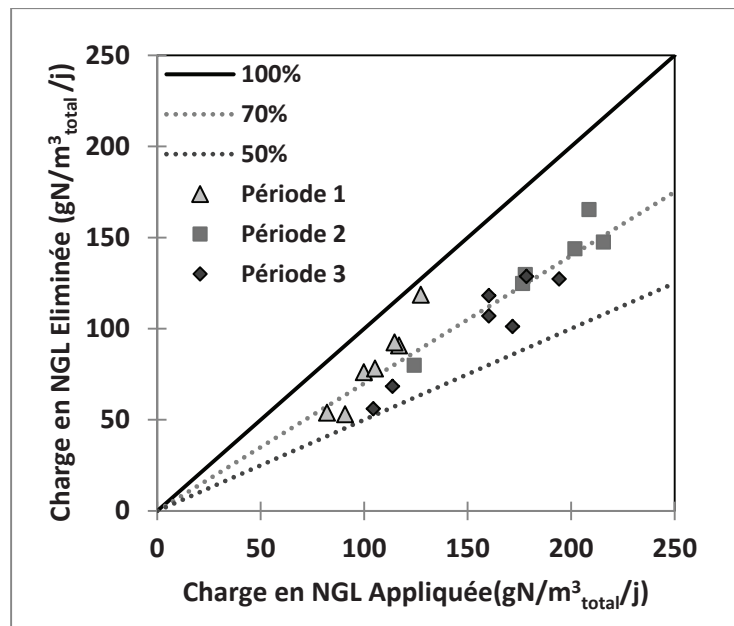


Figure 35 Performances de traitement de l'azote global (NTK et Nitrates) pour les périodes 1,2 et 3

Le rendement d'élimination en NGL est inférieur à 70% même pour les charges appliquées les plus faibles ($100 \text{ gNTK/m}^3_{\text{total}}/\text{j}$). Les rendements de traitement du NGL sur l'installation sont pénalisés par une concentration élevée en nitrates au rejet. Cette concentration favorise une dénitrification dite « sauvage » dans le clarificateur qui se traduit par la présence de boues à la surface. L'étape de dénitrification est donc insuffisante pour assurer une faible concentration en nitrates dans les eaux traitées.

Les études de Onnis-Hayden *et al.* (2007) sur la station de Broomfield confirment ces résultats. Cette station fonctionne à une charge massique similaire aux périodes 2 et 3, et dispose d'une zone de pré-dénitrification. Le rejet de nitrates moyen constaté est de $13 \pm 1 \text{ mgN/L}$ pour un rejet en ammonium proche de zéro (Onnis-Hayden *et al.*, 2011, Onnis-Hayden *et al.*, 2007). Il est donc nécessaire de comprendre les limitations de la dénitrification afin de diminuer la concentration en NGL au rejet du procédé. Le paragraphe III.7.4 aborde ce point.

III.2.2. Vitesse de nitrification par réacteur de traitement aérobie (NPR et NPR_{max})

Dès les premiers essais sur le pilote, une nitrification a été constatée dans la zone aérobie 1 à boue activée. Le but de ce chapitre est d'observer la répartition de la nitrification

entre la zone aérobie 1 et 2 IFAS, et de comprendre l'influence de la nitrification en aérobie 1 sur la zone aérobie 2 IFAS.

Les NPR et NPR_{max} ont été obtenus à l'aide des protocoles de détermination décrits au chapitre II.4.3. Le NPR_{max} représente la capacité de nitrification dans le réacteur et le NPR la vitesse de nitrification réelle en condition de traitement. Ces vitesses sont présentées à la figure 36. Les vitesses de nitrification du réacteur aérobie 2 IFAS comprennent le biofilm et la liqueur mixte.

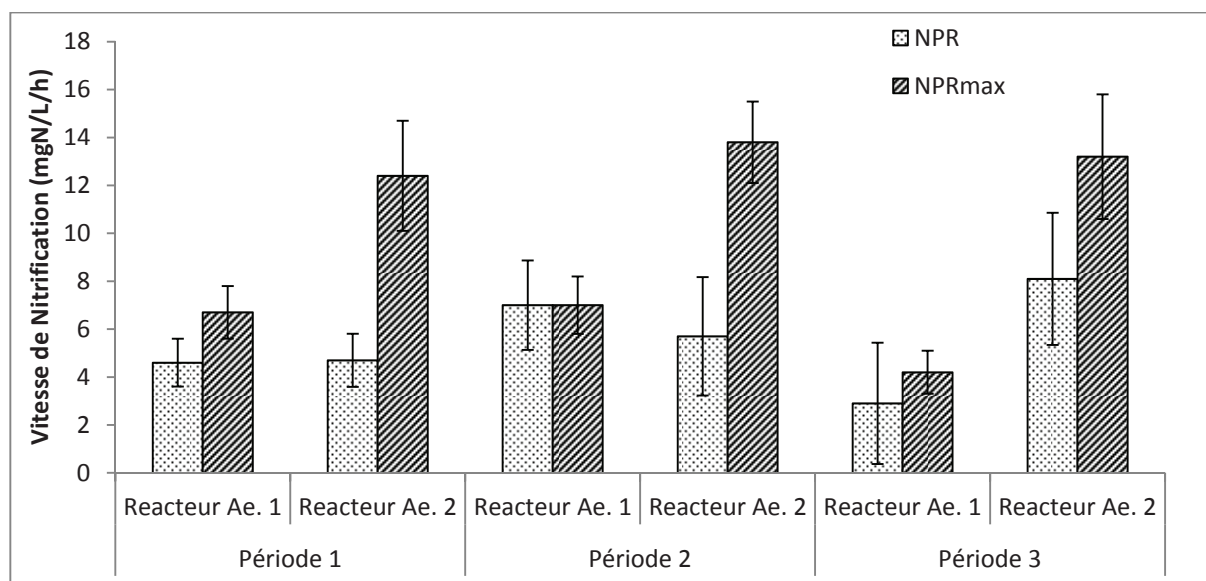


Figure 36 Comparaison des NPR et NPR_{max} dans les réacteurs aérobies 1 et 2 IFAS pour la période 1, 2, et 3

Dans le réacteur aérobie 1, peu de différences sont constatées entre le NPR et le NPR_{max} toutes périodes confondues. En effet, ce réacteur, en première ligne de traitement, ne subit pas de limitation en substrat (flux d'ammonium entrant 24h/24h) et en oxygène (3 à 6 mgO_2/L).

Le réacteur 2 IFAS subit plus de limitations, les NPR sont en moyenne 40 à 60% inférieurs à la capacité de nitrification du réacteur. Par exemple, à la période 2, si toutes les conditions étaient favorables à la nitrification, ce réacteur pourrait nitrifier en moyenne 13,6 $\text{mgN}/\text{L}/\text{h}$ à 22°C. Ce NPR_{max} est comparable aux résultats obtenus par Regmi *et al.* (2011) observés sur la station de Newport News à 21°C avec un MLSRT de 4,8 jours. Les conditions de substrat et d'oxygène du réacteur peuvent expliquer ces performances du pilote IFAS.

D'abord, la concentration en oxygène sur cette zone est de $3,4 \pm 0,6$ mgO_2/L . Cette valeur est inférieure à la concentration de 5 mgO_2/L recommandée en réacteur à biofilm fluidisé afin de ne pas limiter la nitrification (Ødegaard, 2006).

Ensuite, les sondes de mesure en ammonium sur l'entrée du bassin aérobie 2 IFAS mettent en valeur une durée moyenne de présence d'ammonium sur une journée de 5 à 8 heures pour les périodes 1 et 2, et de 19h pour la période 3. Les concentrations horaires mesurées en ammonium par bassin et par période sont présentées en annexe VI.4. Le bassin aérobie 2 IFAS n'est notamment pas alimenté en ammonium la nuit ($[N-NH_4^+] < 0,2 \text{ mgN/L}$), les faibles concentrations sont consommées par assimilation ou par la nitrification résiduelle dans le bassin aérobie 1.

La zone aérobie 1 nitrifie en moyenne 50% du flux d'ammonium sur les périodes 1 et 2. L'augmentation de la charge ne semble pas diminuer la nitrification du réacteur 1. La diminution de la température à la période 3 divise par deux (24%) la contribution de cette zone à la nitrification de la filière. Sur la période 3, le NPR moyen est de $3,0 \text{ mgN/L/h}$ en aérobie 1. Le NPR de la zone aérobie 2 IFAS augmente par rapport aux autres périodes avec en moyenne $8,1 \text{ mgN/L/h}$ nitrifié. A noter que l'oxygène dans la zone est proche de $5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ et qu'un flux d'ammonium entre dans la zone en moyenne 19 heure par jour.

Ces résultats suggèrent que la charge en azote entrant dans la zone aérobie 2 est limitant pour les périodes 1 et 2, car ce flux est nitrifié dans la zone aérobie 1. Aussi, une concentration minimale en oxygène de $5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ doit être appliquée sur un réacteur IFAS pour une nitrification optimale.

III.2.3. Répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm

III.2.3.1. Influence de l'âge de boues de la liqueur mixte (MLSRT) et valeurs limites aux périodes 1, 2 et 3

La nitrification dans la liqueur mixte est sensible à la diminution de l'âge des boues en suspension (MLSRT). Ce MLSRT est déterminé par bilan de masse sur l'installation pour chaque période.

L'un des enjeux de ce chapitre est de permettre au biofilm de nitrifier un maximum d'azote afin d'atteindre un haut niveau de compacité du procédé. Pour cela, il est nécessaire de diminuer la nitrification dans la liqueur mixte. Celle-ci dépend du développement de la biomasse autotrophe en culture libre associé au MLSRT.

Le temps minimum nécessaire à la croissance des bactéries autotrophes est déterminé par le MCRT décrit au paragraphe I.1.4.5. La comparaison du MCRT et du MLSRT

permet d'évaluer si les conditions de fonctionnement du procédé favorisent ou non le maintien de la biomasse autotrophe dans la liqueur mixte.

Le MCRT a été calculé en supposant à 20°C que la croissance autotrophe ($\mu_{a,max}$) était de $0,8 \text{ j}^{-1}$, et que le taux de mortalité était de $0,15 \text{ j}^{-1}$ (cf. chap. I.1.4.5). Le taux de croissance μ_a est déduit du taux de croissance maximale $\mu_{a,max}$ grâce aux cinétiques de Monod fonction de la concentration d'oxygène, $k_{n,o}$ est estimé à $0,5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ (l'ammonium est considéré non limitant) (Henze *et al.*, 2000). L'apport de biomasse autotrophe dans la liqueur mixte par détachement de biofilm est négligé dans cette approche. Le coefficient de l'équation d'Arrhenius, Θ , est pris à 1,06 pour $\mu_{a,max}$ et b_a .

L'évolution du MCRT, en fonction de la température et pour une concentration en oxygène de $4,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$ dans les bassins aérés, est présentée sur la figure 37. Les MLSRT mesurés pour chaque période sont représentés par des cercles pointillés.

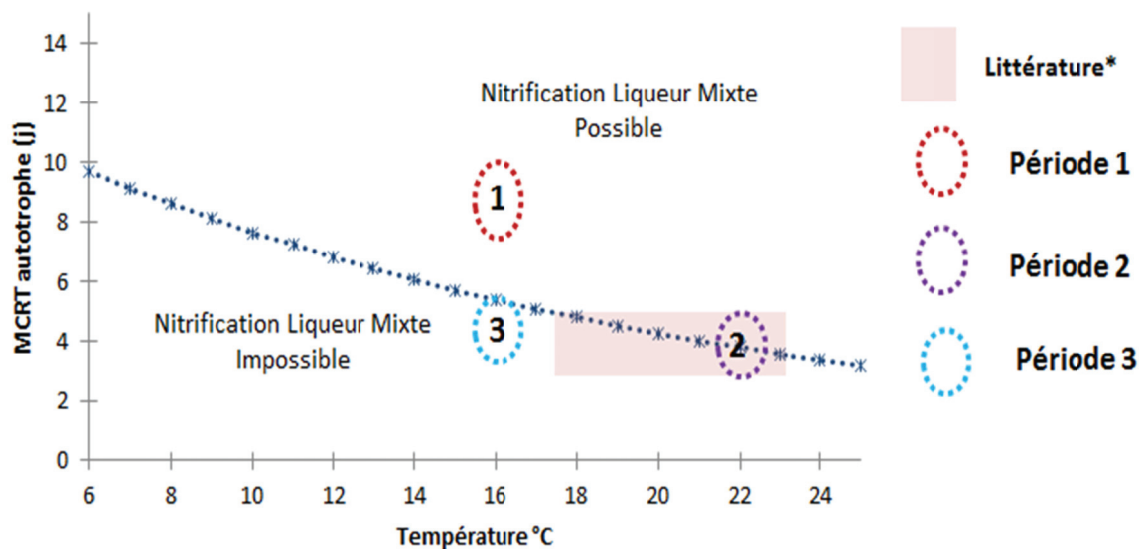


Figure 37 Age des boues limite pour la biomasse nitrifiante (MCRT) autotrophe en fonction de la température, à concentration en oxygène limite, et âges des boues de la liqueur mixte (MLSRT) des périodes 1, 2 et 3

Favorisé par l'augmentation de la charge appliquée sur les périodes 2 et 3, le MLSRT diminue à 4 et 5 jours respectivement. A charge massique appliquée similaire, les âges de boues obtenus aux périodes 2 et 3 correspondent à ceux observés dans la bibliographie sur les stations de Broomfield et Lakeview (Rutt *et al.*, 2006 ; Onnis-Hayden *et al.*, 2011 ; Stricker *et al.*, 2009).

Les valeurs des MLSRT de ces périodes et leurs paramètres associés sont présentés au paragraphe II.8. La période 1 est favorable au développement de la biomasse autotrophe dans la liqueur mixte (MLSRT > MCRT). La période 2 est caractérisée par un MLSRT de 4,8 j, proche de la limite du MCRT, mais les températures élevées favorisent la croissance des bactéries autotrophes et leur développement dans la culture libre. Finalement, seule la période 3 caractérisée par $\text{MLSRT} < \text{MCRT}$ semble défavorable au développement de la biomasse autotrophe en culture libre. L'étude de Randall *et al.* (1992), sur un procédé boue activée avec pré-anoxie, a constaté une perte de la nitrification pour des MLSRT aérobie proches de 5 jours à 15°C.

La concentration en biomasse nitrifiante a été mesurée par détermination *ex-situ* des NPR_{max} du biofilm et de la liqueur mixte (cf. II.4.2). Pour cela, l'hypothèse d'un rendement $Y_a = 0,24 \text{ gDCO}_{\text{produit}}/\text{gN}_{\text{éliminé}}$ et un taux de croissance maximal $\mu_{a,\text{max}}$ de $0,8 \text{ j}^{-1}$ avec $\Theta = 1,07$ sont considérés pour déterminer $X_{b,a}$ dans le bassin aérobie 2 IFAS (Henze *et al.*, 2000). Le tableau 30 présente les valeurs moyennes obtenues sur la période 1 et 3 à 16°C.

Tableau 30 Evolution de la concentration en bactéries autotrophes du biofilm et de la liqueur mixte avec l'augmentation de la charge (T°C=16°C)

Période	T eau (°C)	Charge	MLSRT (j)	X _{b,a} liqueur	X _{b,a} biofilm (mgDCO/L)	Flux	
		Massique (kgDBO ₅ /kg MVSLM/j)		mixte (mgDCO/L)		Nitrifié Aérobie 2 (gN/j)	
1	Déc. 2012 Janv. 2013	16	0,20	10,0	36	29	63
3	Déc. 2013 Janv. 2014	16	0,32	4,5	24	51	165

La concentration en biomasse autotrophe du biofilm augmente de 29 à 51 mgDCO/L entre ces deux périodes. Lors de la période 3, 64% de la biomasse autotrophe totale réside sur le biofilm. Le flux nitrifié par la zone aérobie 2 est également plus important pour la dernière période. Les conditions de charge appliquée favorisent le développement de bactéries autotrophes sur le biofilm alors que la diminution du MLSRT à 4,5 jours à 16°C pénalise leur développement dans la liqueur mixte.

III.2.3.2. Capacité de nitrification (NPR_{max}) dans la liqueur mixte aux périodes 1, 2, 3

La mesure *ex-situ* des vitesses de nitrification (NPR_{max}) en conditions optimales pour la réaction de nitrification permet d'évaluer la capacité de nitrification de la liqueur mixte. Celle-ci a été répétée trois fois, réparties sur la durée de chaque période : en début, au milieu et en fin de période. Ces NPR_{max} sont présentés sur la figure 38.

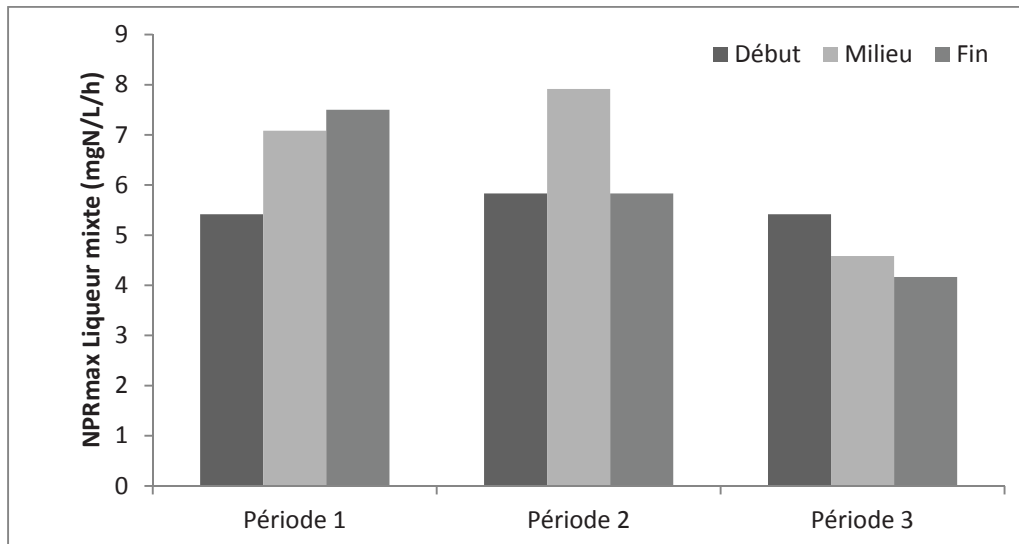


Figure 38 Vitesses de nitrification maximales (NPR_{max}) de la liqueur mixte pour les périodes 1, 2 et 3

Dans un premier temps, la liqueur mixte dispose d'une capacité de nitrification élevée et similaire entre les périodes 1 et 2. Le NPR_{max} moyen approche 6,0 mgN/L/h nitrifié en conditions optimales pour la nitrification. Ces valeurs sont comparables aux vitesses observées en boues activées, 5,0 – 10,0 mgN/L/h à 20°C à MLSRT supérieur à 10 jours (Randall *et al.*, 1992, Deronzier *et al.*, 2001). Ces résultats confirment les hypothèses développées par le calcul du MCRT.

Concernant la période 3, une diminution de 20% en moyenne des NPR_{max} est observée avec une valeur moyenne de 4,0 mgN/L/j. Cette observation concorde avec le MLSRT mesuré en fonction de la température qui est défavorable à la nitrification dans la liqueur mixte à cette période. Cependant la nitrification n'est pas totalement supprimée. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer cette nitrification résiduelle :

- Si le biofilm est riche en bactéries autotrophes, alors le détachement de biofilm alimente la liqueur mixte en bactéries autotrophes. L'impact du détachement sur le traitement est peu compris dans ce type de procédé et difficilement mesurable en conditions *in-situ* (Boltz *et al.*, 2010).

- D'autre part, le MLSRT mesuré est une moyenne sur un temps donné. Cependant ce MLSRT varie au cours du temps avec la concentration de MES dans le bassin et le débit d'extraction des boues. Il peut donc, sur certaines périodes, être proche du MCRT limite. Cette hypothèse est vérifiée par le calcul du MLSRT dynamique (Takacs, 2008). Le MLSRT dynamique est équivalent à $4,5 \pm 0,5$ jours (cf. équation 7, paragraphe I.1.4.4). Cette variation est faible et ne dépasse pas le MCRT limite de 6,0 jours.

Afin de valider l'hypothèse d'un apport de bactéries autotrophes par le biofilm, il est nécessaire d'étudier la nitrification dans le biofilm.

Pour les deux périodes (2 et 3) à charge massique appliquée moyenne de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$, les NPR_{max} de la liqueur mixte sont en moyenne de $3,1 \text{ mgN}/\text{L}/\text{h}$ à 12°C .

III.2.3.3. Capacité de nitrification (NPR et NPR_{max}) du biofilm seul aux périodes 1, 2, 3

La figure 39 présente les vitesses maximales de nitrification (NPR_{max}) obtenues pour chacune des trois périodes d'étude.

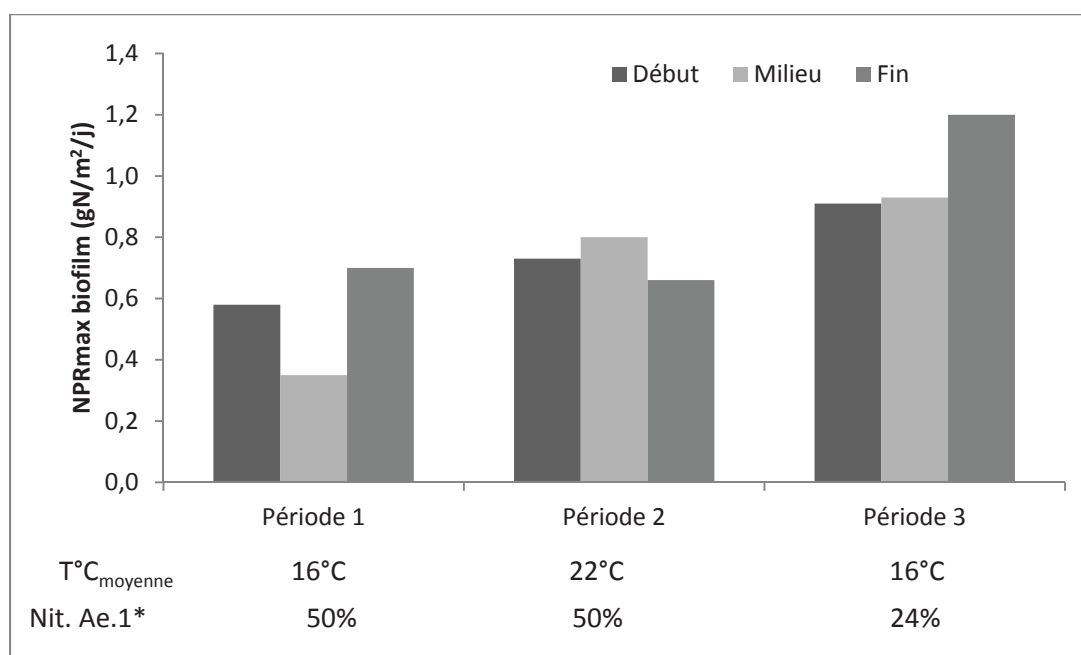


Figure 39 Vitesses de nitrification maximales (NPR_{max}) du biofilm pour les périodes 1, 2 et 3

*Contribution du réacteur aérobie 1 au flux total nitrifié dans le pilote IFAS

A la période 1, le biofilm dispose d'un NPR_{max} moyen de $0,54 \pm 0,1 \text{ gN}/\text{m}^2/\text{j}$. Comparé à la liqueur mixte, le biofilm participe à hauteur de 50% du flux total nitrifié. Les bactéries autotrophes sont également réparties entre les deux types de cultures.

A la période 2, la charge massique augmente de 60%. Le NPR_{max} moyen du biofilm augmente alors de 30% par rapport à la période 1 pour atteindre $0,73 \pm 0,1 \text{ gN/m}^2/\text{j}$. Comme vu précédemment, les performances de la liqueur mixte sont similaires. Avec l'augmentation de la charge, le biofilm profite du flux d'azote supplémentaire apporté mais ne nitrifie encore que 60% du flux d'azote nitrifiable dans ce bassin.

Entre les périodes 2 et 3, les NPR_{max} du biofilm varient de $0,73$ à $0,95 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ respectivement. Regmi *et al.* (2011) ont obtenu des vitesses proches de $0,89 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ sur la station de Newport News à 20°C et Onnis-Hayden *et al.* (2007) observent des NPR_{max} jusqu'à $1,1 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 20°C à charge massique appliquée similaire. Ces résultats sont supérieurs à notre étude à température égale mais ont été obtenus sur des IFAS sans zone boue activée aérobie précédant le réacteur hybride. Une partie du flux d'azote nitrifiable est traitée en aérobie 1 laissant un flux nitrifiable moins important au biofilm du bassin aérobie 2.

Les vitesses de nitrification dans le réacteur de traitement (NPR) ont été obtenues par un bilan massique sur le réacteur 2 IFAS. Les NPR et NPR_{max} du biofilm sont présentés pour chaque période sur la figure 40. Cette comparaison permet d'observer les limitations contraignant le biofilm par rapport à sa capacité de nitrification.

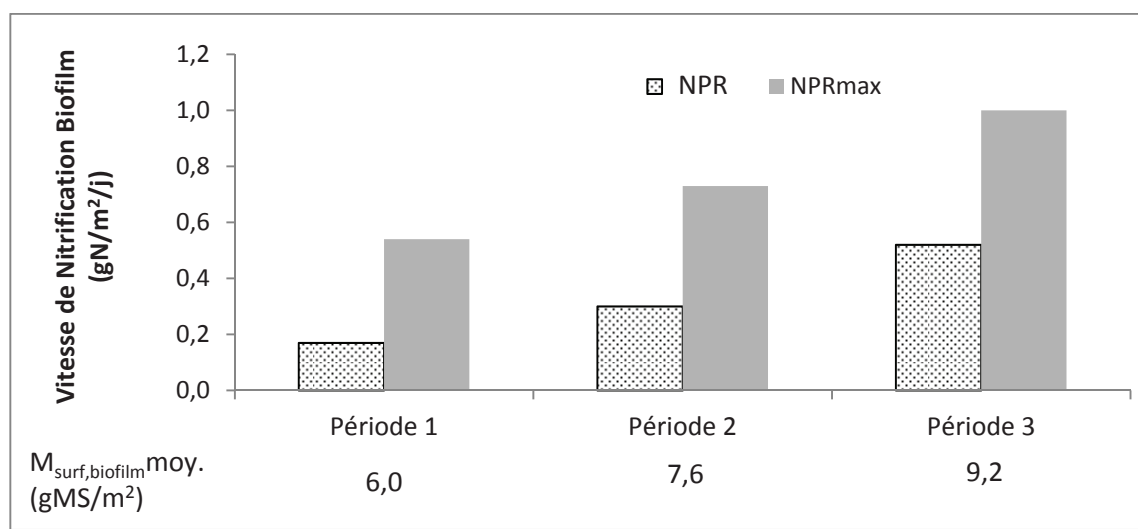


Figure 40 Vitesses de nitrification réelles (NPR) et maximales (NPR_{max}) du biofilm seul et masse surfacique de biofilm pour les périodes 1, 2 et 3

Le NPR du biofilm augmente avec l'augmentation de la charge (période 1 à 2) et la diminution de la température (période 2 à 3). Le NPR est systématiquement inférieur (de 50 à 70%) au NPR_{max} pour toutes les périodes.

A la période 1, le NPR est d'environ $0,17 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ ce qui est faible, il représente seulement 30% du NPR_{max} . Ce résultat confirme que le biofilm est peu alimenté en substrat qui est rapidement nitrifié par la liqueur mixte. Le biofilm est contraint par les limites de diffusion des composés solubles en son sein. Cette période ne semble pas optimiser la compacité du procédé, le biofilm participe peu à la nitrification ($>50\%$). Des observations similaires sont faites pour la période 2.

Lors de la période 3, le biofilm dispose d'une vitesse de nitrification (NPR) correcte en nitrifiant $0,5 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 16°C , soit $0,4 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C . Cette vitesse est proche des valeurs obtenues en procédé MBBR de $0,65 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 16°C pour le support BMX1 (Barry, 2013). Cependant, ce NPR représente 50% de sa capacité de nitrification, le biofilm dispose d'un potentiel de nitrification deux fois plus élevé. Les NPR du biofilm sont limités par le substrat azoté faible entrant dans la zone.

Parallèlement, $9,2 \text{ gMS/m}^2$ de masse surfacique de biofilm est mesurée en moyenne à la période 3. Cela représente 50% de plus qu'à la période 1. L'augmentation de la charge appliquée et la diminution de température favorise le développement de biofilm. L'annexe VI présente les variations de masse surfacique du biofilm tout au long de l'étude.

Il n'existe pas d'études équivalentes, en conditions de traitement similaire, qui mettent en évidence ce phénomène. Cependant, les limitations du biofilm par la diffusion des composés solubles sont bien connues. Le transfert des solubles dépend des conditions de substrats et de l'hydrodynamique dans le réacteur (Wäsche *et al.*, 2002). Ces conditions influencent les propriétés physiques du biofilm (densité, épaisseur). Or, les vitesses de consommation des composés solubles augmentent avec la densité du biofilm et/ou l'épaisseur jusqu'à une valeur critique puis diminuent (Şeker *et al.*, 1995).

Pour optimiser les vitesses de nitrification du biofilm, il est primordial de contrôler les conditions de substrats et d'oxygène dans la zone en évitant des concentrations trop faibles pour se diffuser correctement et trop élevées qui favorisent un biofilm trop dense.

Le biofilm est riche en bactéries autotrophes avec des vitesses maximales (NPR_{max}) constatées de $0,73$ à $0,95 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ de 16 à 22°C pour des charges massiques appliquées de $0,3 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$, soit une vitesse maximale moyenne de $0,65 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C (équation d'Arrhénius, $\Theta=1,07$).

Le NPR du biofilm retenu dans la configuration testée pour une charge massique appliquée de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ à 16°C est de $0,5 \text{ gN/m}^2/\text{j}$.

III.2.4. Vitesse de dénitrification en zone de tête

Durant l'étude, les mesures réalisées sur les eaux traitées ont montré des concentrations élevées en nitrates dans les eaux traitées ($> 8 \text{ mgN/L}$).

Le tableau 31 présente les vitesses de dénitrification réelles moyennes obtenues pour les périodes 1 à 3. Ces vitesses varient entre 2,0 à 4,0 mgN/gMVSLM/h sur les trois périodes et ne sont pas suffisantes pour atteindre une concentration en nitrates faible au rejet.

Tableau 31 Vitesses de dénitrification réelles moyennes observées aux périodes 1, 2 et 3

	Vitesse de dénitrification (mgN/gMVS/h)	Flux de DCO _{filtrée} eau brute (gDCO/j)	Température (°C)	Flux d'oxygène circulé par RLM (gO ₂ /j)
Période 1	2,2±0,8	590±120	16	63
Période 2	3,8±0,8	1000±250	22	99
Période 3	2,7±1,0	883±260	16	152

Note : MES = 2,2 à 2,4 gMES/L

Les vitesses de dénitrification mesurées en zone anoxie de la station de Broomfield sont de $7,3 \pm 1,5 \text{ mgN/gMVSLM/h}$ à 20°C (Onnis-Hayden *et al.*, 2007). Les vitesses usuellement observées en station avec pré-anoxie sont de 3 à 5 mgN/gMVSLM/j à 20°C (Naidoo *et al.*, 1998 ; Deronzier *et al.*, 2001). Plusieurs hypothèses peuvent expliquer les vitesses obtenues sur le pilote IFAS.

D'abord, la présence d'oxygène perturbe le processus de dénitrification (condition anoxie). L'oxygène provient de la circulation des nitrates. Le suivi des potentiels d'oxydo-réduction permet de vérifier ces hypothèses (annexe VI.3). Le potentiel d'oxydo-réduction dans ce bassin est resté en dessous de -50 mV (référence Ag/AgCl) environ 60 à 70% du temps pour les périodes 1 et 2. Cette hypothèse n'est pas retenue pour ces deux périodes. Pour la période 3, le potentiel d'oxydo-réduction est plus élevée et est inférieur à -0 mV seulement 30% du temps, ce qui signifie qu'un apport d'oxygène plus élevé vient perturber la zone.

Ensuite, le temps de passage dans la zone anoxie varie de 30 à 50 min aux heures de pointe (de 45 min à 1 h en moyenne) en fonction de la période. Ceci est inférieur à la valeur de dimensionnement préconisée par Deronzier *et al.* (2001) de 1h. Il semblerait que la

charge hydraulique de la zone d'anoxie soit trop élevée pour utiliser le carbone disponible, et ne permette pas d'utiliser la fraction X_s hydrolysable de la DCO.

Enfin, l'apport de DCO par l'eau usée brute et assimilable pour la dénitrification peut être trop faible. Selon cette hypothèse, la figure 41 présente l'efficacité de la zone de dénitrification mesurée, c'est-à-dire le flux dénitrifié dans la zone rapporté à la quantité amenée à la zone, en fonction du ratio DCO filtrée sur $N-NO_3^-$ amené.

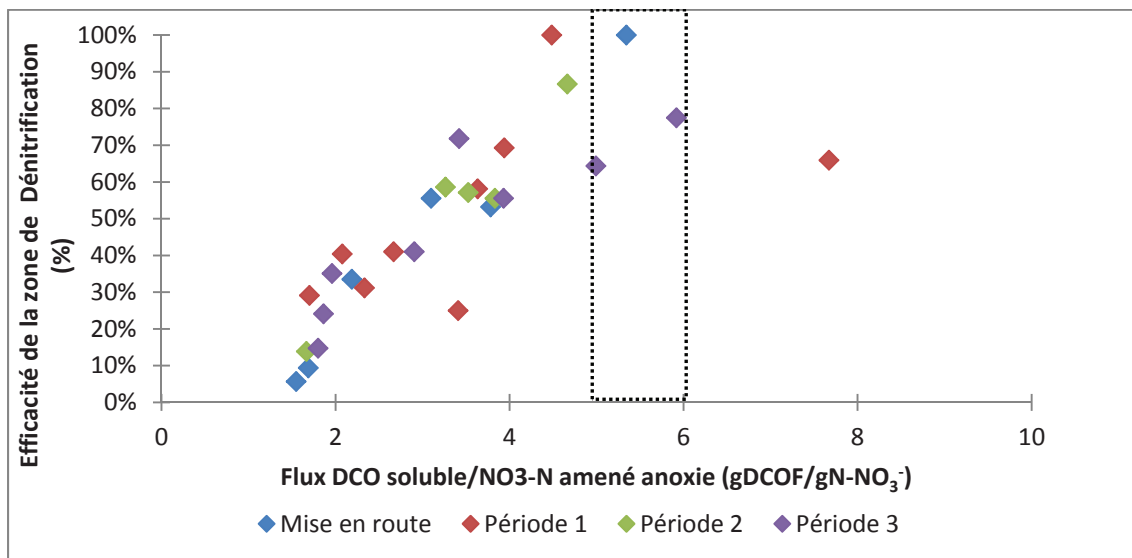


Figure 41 Efficacité du processus de dénitrification en fonction du ratio DCO/ $N-NO_3^-$ amené pour les périodes 1, 2 et 3

Le ratio optimal observé se situe entre 5,0 à 6,0 $gDCO_{filtrée}/gN-NO_3^-$ pour obtenir au moins 80% de rendement sur la zone d'anoxie. L'eau usée brute alimentant le pilote IFAS est impactée par les retours de digesteur de la station de la Feyssine. Ces retours sont très chargés en azote et en matière organique particulaire. Le ratio C/N moyen mesuré dans cette eau usée est de $2,8 \pm 0,5$ $gDCO_{filtrée}/gN-NH_4^+$, ce qui est faible comparé au ratio usuellement observé sur une eau usée brute domestique.

Le faible ratio C/N de l'eau usée brute utilisé dans notre étude pénalise l'étape de dénitrification, peu de DCO est assimilable pour la dénitrification par rapport à l'azote dénitrifiable. Dans le cas présent, il serait nécessaire d'ajouter du carbone exogène pour atteindre des vitesses de dénitrifications supérieures et diminuer le rejet en nitrates.

III.2.5. Conclusions

Ces trois premières périodes ont évalué les performances d'une filière en IFAS avec l'augmentation des charges massiques et la variation de la température. Les performances d'élimination de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ et du NTK par le procédé IFAS sont élevées et proches de 90%. La charge appliquée maximale est de $1,7 \text{ kg DCO}_{\text{totale}}/\text{m}^3_{\text{total}}/\text{j}$ pour une eau usée brute avec un ratio C/N de $8,0 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ et la configuration du procédé testée.

Dans cette configuration, le réacteur aérobie 1 participe à la nitrification. Même à charge élevée la nitrification dans la liqueur mixte reste importante. Le processus de détachement peut expliquer cette nitrification résiduelle. L'apport de biomasse autotrophe dans la liqueur mixte par le détachement et son impact sur les NPR sont à étudier dans de futurs travaux.

Les vitesses réelles de nitrification (NPR) ont été déterminées à $2,0 \text{ mgN/L/h}$ à 12°C pour la liqueur mixte (aérobie 1) et $0,40 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C pour le biofilm à une charge massique appliquée de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVS}/\text{j}$. Les vitesses maximales (NPR_{max}) associées ont été de $3,1 \text{ gN/L/h}$ à 12°C pour la liqueur mixte et $0,65 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C pour le biofilm.

La nitrification dans le biofilm dépend de la diffusion des composés solubles. Ces observations sont en accord avec la bibliographie (Christiansen *et al.*, 1995, Stewart, 1998). Pour optimiser les vitesses de nitrification du biofilm, il est primordial de contrôler les conditions de substrat et d'oxygène dans la zone en évitant des concentrations trop faibles pour permettre une diffusion correcte, et trop élevées qui favorisent un biofilm trop dense.

Afin de favoriser un développement maximal de bactéries autotrophes sur le biofilm, il est nécessaire de diminuer les performances de traitement de la zone aérobie 1 afin d'apporter plus de substrat à la zone aérobie 2 IFAS et au biofilm.

Les performances de traitement du NGL sont inférieures à 70% en moyenne, car perturbées par un rejet en nitrates élevé ($>8 \text{ mgN/L}$). L'étape de dénitrification est limitée par le ratio C/N faible de l'eau usée brute. Les vitesses de dénitrification sont très variables sur la période entre $2,2$ à $3,8 \text{ gN/gMVSLM}/\text{j}$. Pour un rejet en nitrates inférieur à 5 mgN/L , il est nécessaire d'apporter du carbone supplémentaire notamment pour l'effluent étudié avec un ratio C/N de $8,0 \text{ gDCO}_{\text{total}}/\text{gNTK}$.

III.3. Influence du séquençage de l'aération dans le réacteur aérobie 1 (périodes 4, 5, 6.1 et 6.2)

Dans le premier temps de ce chapitre nous avons observé les performances de traitement du procédé IFAS en nitrification, dénitrification et traitement du carbone en fonction de la température et des charges massique appliquées. Nous avons vu qu'il était difficile de supprimer totalement la nitrification dans la liqueur mixte et que le biofilm contribuait de 50 à 65% au flux nitrifié en conditions optimales pour le processus de nitrification.

Afin d'observer les limites de la nitrification du biofilm sur le procédé pilote, il est nécessaire de supprimer la nitrification dans la liqueur mixte.

La phase 2 consiste en quatre périodes d'un mois avec séquençage de l'aération dans le réacteur aérobie 1 pour atteindre différentes durées de présence d'oxygène : 12 hO₂/j (période 4), 14 hO₂/j (période 5) et 17 hO₂/j (période 6.1 et 6.2) avec des charges massiques proches de 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Les concentrations en oxygène dans le réacteur aérobie 1 à ces périodes sont présentées en annexe VI.2. Ce séquençage diminue le flux nitrifié dans la zone aérobie 1, et défavorise le développement de la biomasse nitrifiante dans ce réacteur.

Durant la période 6 (6.1 et 6.2), une diminution de la charge massique a été observée de 0,40 à 0,23 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Dans le but d'observer l'influence de chaque paramètre indépendamment, la période 6 a été subdivisée en deux parties : 6.1 et 6.2 correspondant au mois de Juillet et Août 2014 respectivement.

Cette phase permet de tester une nouvelle configuration du procédé avec séquençage de l'aération dont aucune équivalence n'a été trouvée dans la bibliographie. Elle pourrait également permettre de favoriser la dénitrification en augmentant légèrement le temps de passage en condition anoxique.

III.3.1. Performances de traitement du carbone et de l'azote

III.3.1.1. Elimination du carbone

Les performances de traitement de la DCO_{totale} sont présentées à la figure 42a par volume du procédé et 42b par masse de MVS. Cette différenciation d'unité est due à la

variation non souhaitée de MES entre les périodes 6.1 et 6.2 faussant la représentation volumique des performances de traitement. Les rendements de 80%, 90% et 100% sont représentés par les traits en pointillés et continus.

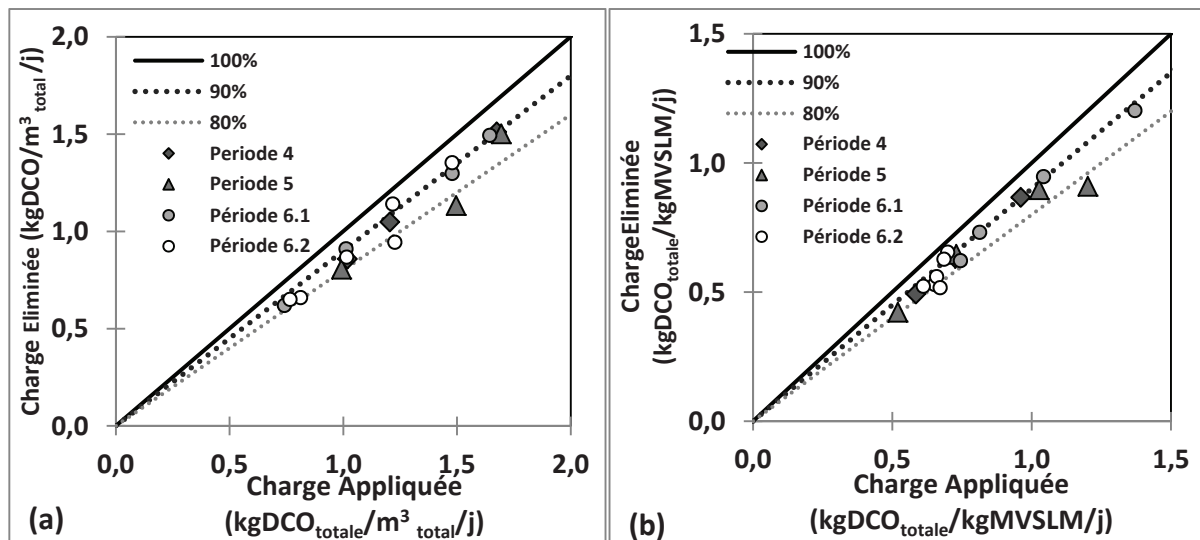


Figure 42 Performances de traitement de la DCO brute sur la filière par volume (a) et par masse de MVS (b) pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

Les gammes de charges appliquées en $\text{DCO}_{\text{totale}}$ sont de 0,74 à 1,70 $\text{kgDCO}_{\text{totale}}/\text{m}^3_{\text{total}}/\text{j}$ équivalentes à 0,5 - 1,0 $\text{kgDCO}_{\text{totale}}/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ et similaires aux charges des périodes 1, 2 et 3 sans séquençage. Les rendements varient de 80 à 90% indépendamment du séquençage de l'aération en aérobie 1 à 20°C. Comme pour les périodes précédentes, peu de variations sur les rendements ont été observées. Les rendements observés sur les stations de Broomfield et Lakview en conditions similaires de traitement (MLSRT de 4 jours et MES proche de 2,5 gMES/L) étaient de 95 à 98% (Rutt *et al.*, 2006, Stricker *et al.*, 2009). Cependant les charges appliquées sur ces stations sont inférieures à cette étude. Les concentrations observées sur les eaux traitées sont présentées dans le tableau 32.

Tableau 32 Concentrations en matières organiques des eaux traitées pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

Eaux Traitées	DCO _{totale} (mgDCO/L)	DCO _{filtrée} (mgDCO/L)	DBO ₅ (mgDBO ₅ /L)	DBO _{5filtrée} * (mgDBO ₅ /L)	MES (mgMES/L)
Période 4	52±1	28±3	18±4	6,0	24±3
Période 5	69±14	32±6	23±4	10,5	25±7
Période 6.1	46±9	22±3	16±5	7,0	18±3
Période 6.2	54±24	22±3	12±4	4,0	16±5

*calculée : $DBO_{5filtrée} = DBO_5 - 0,5.MES$

Les concentrations en DCO_{filtrée} des eaux de sortie sont inférieures à 32 mgDCO/L et varient peu pour les périodes 4, 5 et 6.1. L'installation est capable de traiter la charge en carbone appliquée, quelque soient les conditions d'oxygénation dans la zone aérobie 1. La diminution de charge à la période 6.2, améliore la qualité du rejet en DBO₅ filtrée.

III.3.1.2. Elimination de l'azote

La figure 43 présente les performances de traitement de l'azote réduit en fonction de la charge volumique appliquée pour les périodes 4 à 6. Les rendements épuratoires du 80%, 90% et 100% sont représentés par les traits en pointillés et continus.

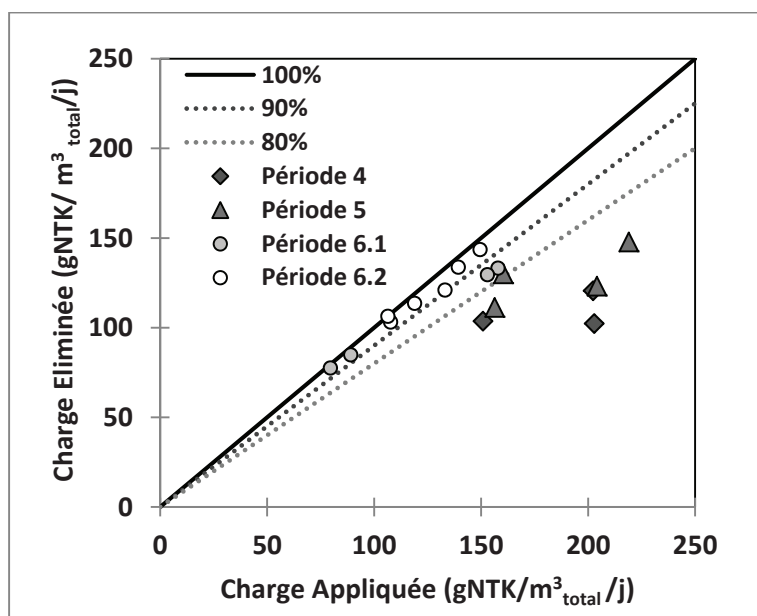


Figure 43 Performances de traitement de l'azote pour les périodes 4, 5, 6.1, et 6.2

Les rendements d'éliminations du NTK des périodes 4 (1 mois) et 5 (1 mois) sont inférieurs à 80%, et sont associés à des concentrations des eaux traitées élevées de 14 à 33 mgNTK/L à 20°C. L'apport en oxygène de 12hO₂/j et 14hO₂/j semble insuffisant pour assurer un rendement de traitement de l'azote total Kjeldahl supérieur à 80%. Cette diminution de performance de nitrification provient soit d'un apport élevé de carbone dans la zone aérobie 2 non traitée en aérobie 1, soit de vitesses de nitrification trop faibles dans le réacteur aérobie 2 IFAS. Les analyses chimiques en DCO, réalisées ponctuellement en sortie de réacteur aérobie 1, montrent une concentration en moyenne inférieure à 15 mgDCO/L. L'hypothèse d'une perturbation par le carbone dans le réacteur aérobie 2 est donc rejetée.

Les rendements des périodes 6.1 et 6.2 sont supérieures à 90% à 20°C, cependant les charges appliquées sont entre 80 à 150 gNTK/m³_{total}/j ce qui est inférieur aux périodes précédentes.

Le tableau 33 présente les concentrations moyennes en azote mesurées dans les eaux traitées pour les périodes discutées.

Tableau 33 Concentrations moyennes en azote des eaux traitées pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

Eaux Traitées	NTK (mgN/L)	N-NH₄⁺ (mgN/L)	N-NO₂⁻ (mgN/L)	N-NO₃⁻ (mgN/L)
Période 4	24,1±8,5	21,8±10,2	0,7±0,1	3,1±0,5
Période 5	17,6±7,2	15,4±7,8	1,7±0,1	3,5±1,0
Période 6.1	4,4±3,7	2,6±2,6	0,4±0,2	5,5±1,9
Période 6.2	2,4±1,0	0,6±0,4	0,3±0,2	9,9±5,0

Les concentrations observées en azote Kjeldahl (NTK) dans les eaux traitées diminuent significativement avec l'augmentation du temps d'aération de 12h/j à 17h/j et également associée à une diminution de la charge appliquée pour la période 6.2.

La période 6.1 et 6.2 possèdent un rejet en NTK de 4,4±3,7 mgNTK/L et 2,4±1,0 mgNTK/L respectivement. La diminution de la charge massique à 0,24 kgDBO₅/kgMVSLM/j diminue le rejet en NTK de 45% pour un temps d'aération de 17h/j.

Une concentration élevée en nitrites est mesurée dans les eaux traitées de la période 5 avec en moyenne 1,7±0,1 mgN/L. L'oxygène limite l'étape de nitrification, l'apport en

oxygène en aérobie 2 IFAS n'est pas suffisant. La concentration mesurée moyenne dans cette zone est de $2,9 \pm 0,6 \text{ mgO}_2/\text{L}$.

Les performances sur l'azote global (NGL) ont été présentées sur la figure 44 en fonction des charges volumiques appliquées sur le bassin biologique. Les rendements épuratoires du 80%, 90% et 100% sont représentés par les traits en pointillés et continus.

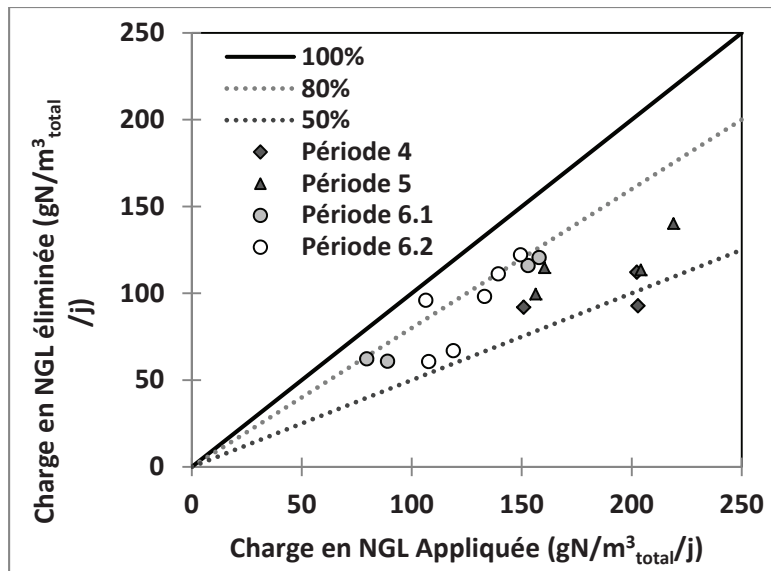


Figure 44 Performances du procédé IFAS sur l'abattement en NGL pour les périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Pour des charges appliquées de 80 à $220 \text{ gN/m}^3_{\text{total}}/\text{j}$ des rendements de traitement du NGL sont observés entre 50 à 80%. Un temps d'aération de $17 \text{ hO}_2/\text{j}$ dans la zone aérobie 1 favorise cependant des rendements supérieurs, proche de 80% pour des charge appliquées de 80 à $150 \text{ gN/m}^3_{\text{total}}/\text{j}$ à 20°C .

La figure 45 présente sous forme d'histogramme la concentration en azote des eaux traitées des périodes 4 à 6.2.

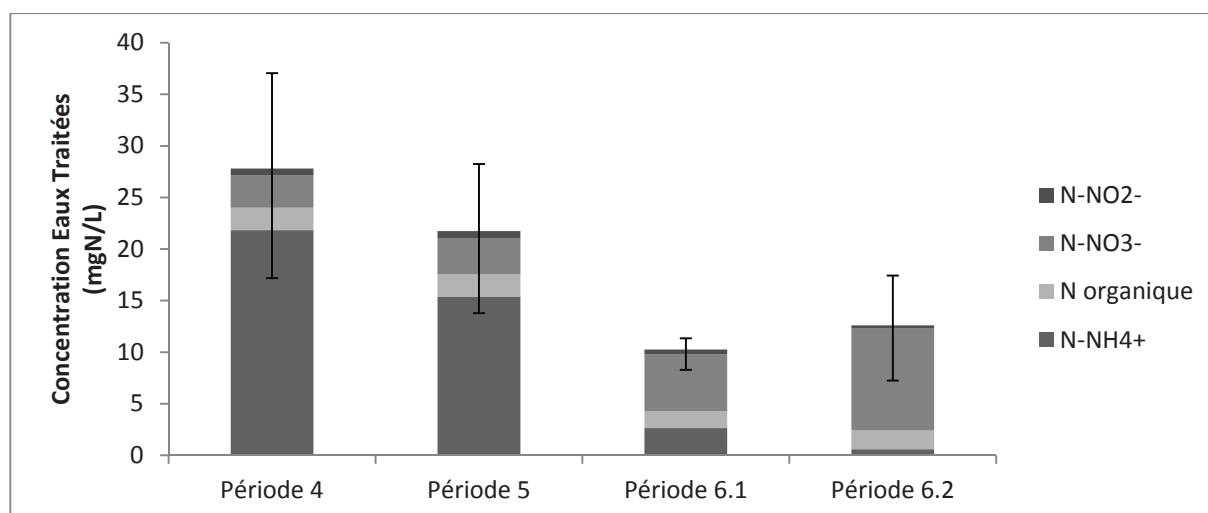


Figure 45 Concentrations moyennes en azote au rejet pour les périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Les concentrations en azote global dans les eaux traitées diminuent à travers ces quatre périodes. Les périodes 4 et 5 sont pénalisées par un rejet élevé en azote réduit.

Pour les périodes 6.1 et 6.2, la concentration en nitrates des eaux traitées est deux fois supérieure à celles des périodes précédentes. Une concentration en ammonium quatre à cinq fois plus faible est constatée. Ces résultats alimentent l'hypothèse que l'apport de 17 hO₂/j d'oxygène dans la zone aérobie 1 améliore significativement l'azote nitrifié mais celui-ci n'est pas dénitrifié dans la zone anoxie.

La diminution de charge à la période 6.2 favorise un rejet élevé en nitrates avec une augmentation de 80% de sa concentration. Les concentrations observées sont similaires à celles observées lors de la période 1. Ces deux périodes fonctionnent à des charges massiques appliquées proches (0,18 et 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j respectivement).

Le procédé montre de bonnes performances d'élimination du carbone et de l'azote réduit pour un apport en oxygène de 17 hO₂/j en aérobie 1 à 20°C et pour des charges appliquées de 0,22 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j et de 52 à 69 gN-NH₄⁺/kgMVSLM/j.

III.3.2. Vitesse de nitrification moyennes (NPR) et maximales (NPR_{max}) par réacteur

Le NPR est déterminé par bilan dans le réacteur de traitement considéré (annexe II.2), le NPR_{max} est obtenu par détermination *ex-situ* suivant le protocole décrit au

paragraphe II.4.1. Leur comparaison permet d'identifier pour chaque période les limitations induites dans les réacteurs de traitement.

Les NPR moyens mesurés dans le réacteur aérobie 1 et aérobie 2 IFAS sont comparés aux NPR_{max} moyens sur la figure 46.

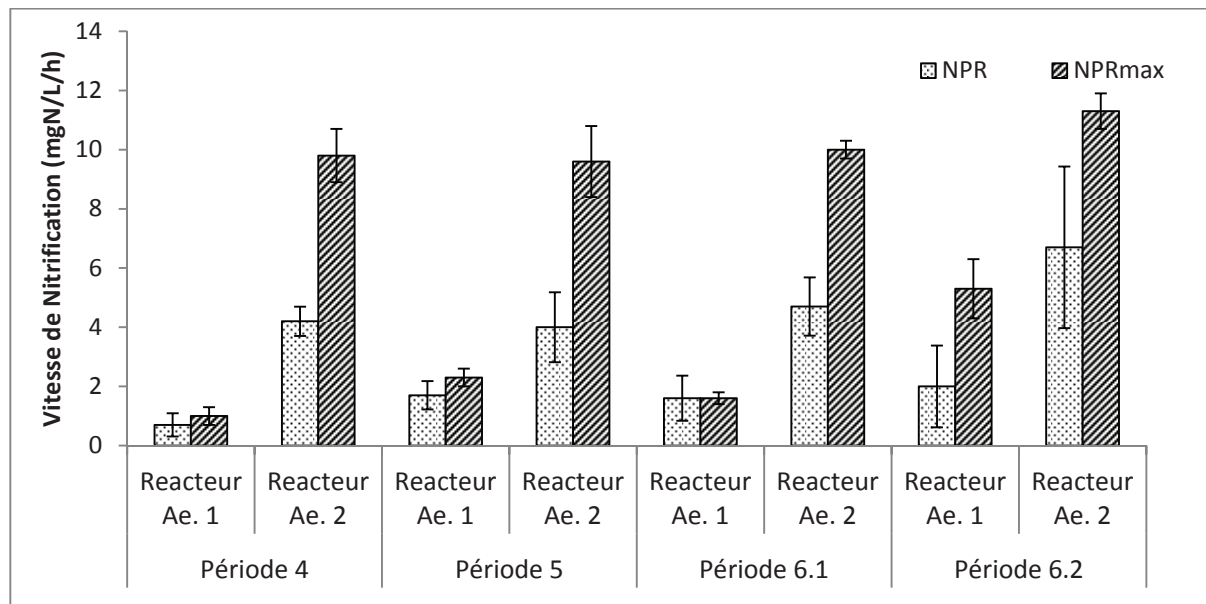


Figure 46 Comparaison des NPR (in-situ) et NPR_{max} (ex-situ) entre les réacteurs aérobie 1 et 2 IFAS aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Pour les périodes 4 à 6.1, les NPR en aérobie 1 sont inférieurs à 2,0 mgN/L/h et concordant aux NPR_{max} . Ce réacteur nitrifie en moyenne 25% du flux total dans la filière.

Le NPR total à 20°C de la zone aérobie 2 IFAS est stable pour les périodes 4 à 6.1 avec une valeur de 4,5 mgN/L/h nitrifié pour 43% de remplissage du réacteur. La nitrification se fait majoritairement dans ce bassin. Cependant le NPR est en moyenne 2,6 fois inférieur aux NPR_{max} . Cette différence s'explique par une concentration en oxygène limitante pour la diffusion dans le biofilm. Les concentrations en oxygène varient entre 3 à 5 mgO₂/L. Cette concentration est moyenne et la diffusion de l'oxygène dans le biofilm limite le développement de la nitrification.

Le séquençage de l'aération permet de diminuer de 50 à 80% le NPR dans la zone aérobie 1 à charge massique appliquée de 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j.

La zone aérobie 2 IFAS dispose d'un NPR_{max} d'environ 10 mgN/L/h à 20°C et est peu variable avec le séquençage de l'aération en aérobie 1. L'apport en oxygène est limitant dans ce bassin, une concentration supérieure à 5 mgO₂/L est nécessaire sur ce réacteur IFAS.

III.3.3. Répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm

Le procédé dispose d'un rendement d'élimination de l'azote influencé par le séquençage de l'aération du réacteur aérobique 1. Le but de ce paragraphe est d'observer l'influence du séquençage en aérobique 1 sur la nitrification du biofilm et de la liqueur mixte dans le réacteur aérobique 2 IFAS.

III.3.3.1. Influence du temps de séjour des boues et valeurs limites aux périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

L'augmentation de la charge et la diminution de température n'ont pas pu supprimer totalement la nitrification en phase liquide aux périodes 1 à 3. Une nitrification élevée dans le réacteur aérobique 1 a été constatée alors que celui-ci était initialement pressenti pour un traitement du carbone.

L'enjeu est donc d'appliquer des conditions défavorables au développement des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte. La figure 47 présente les MCRT vs. MLSRT en fonction de la durée de présence d'oxygène imposée par le séquençage de l'aération en aérobique 1.

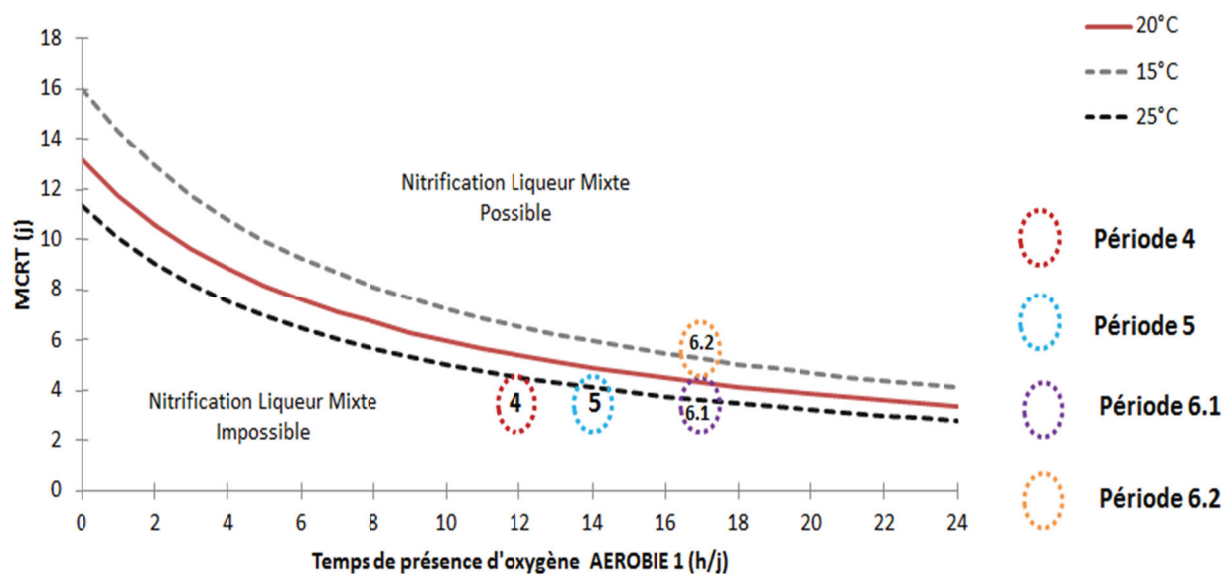


Figure 47 Age des boues limite pour le développement de la biomasse nitrifiante (MCRT) de la liqueur mixte en fonction de temps de présence d'oxygène dans le réacteur aérobique 1

Les périodes 4, 5, 6.1 ne permettent pas le développement autotrophe d'un point de vue cinétique à 20°C. Le MCRT varie de 4 à 6 jours et est supérieur au MLSRT aérobie mesuré sur ces périodes (de 3,5 à 4,4 j ; voir paragraphe II.4.8.).

L'augmentation du MLSRT aérobie à 4.1 jours à la période 6.2 (1mois) favorise la biomasse autotrophe dans la liqueur mixte à 20°C.

De la même manière que dans le paragraphe III.2.3.1, la concentration en biomasse nitrifiante (mgDCO/L) a été mesurée par détermination *ex-situ* des NPR_{max} . Le tableau 34 présente ces concentrations pour le biofilm et la liqueur mixte pour les périodes 2 et 6.1, opérées à 22°C et à MLSRT aérobie de 3 et 2 jours respectivement.

Tableau 34 Concentrations en biomasse autotrophe et valeurs des principaux paramètres du pilote IFAS pour les périodes 2 et 6.1

Période		Température (°C)	MLSRT (j)	MLSRT aérobie (j)	$X_{b,a}$ liqueur mixte (mgDCO/L)	$X_{b,a}$ biofilm (mgDCO/L)	Flux Nitrifié Aérobie 2 (gN/j)
2	Oct. 2013	21	4.1	3.0	55	61	111
6.1	Juil. 2014	22	4.2	2.0	9	79	95

Une différence significative des concentrations d'autotrophes dans la liqueur mixte est observée, de 55 mgDCO/L (période 2) à 9 mgDCO/L (période 6.1). L'apport d'oxygène à 17hO₂/j dans le réacteur aérobie 1 limite la croissance des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte. Ce séquençage permet d'obtenir un MLSRT aérobie de 2 jours, ce qui est faible.

Les mesures réalisées sur la station de Broomfield montrent une concentration en autotrophe significative pour des MLSRT aérobie d'environ 3,8 jours (Onnis-Hayden *et al.*, 2007). Les mesures obtenues dans notre étude vont plus loin avec des MLSRT aérobies 1,5 à 2,0 fois plus faibles.

En parallèle la concentration en bactéries autotrophes du biofilm n'augmente que de 30%. La suppression des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte ne favorise pas pour autant leur développement dans le biofilm.

La diminution du MLSRT aérobie à 2 jours permet de supprimer le développement des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte et augmente leur concentration dans le biofilm d'environ 30%.

Ces mesures ont été complétées par des tests de microbiologie moléculaire, sur des échantillons de la liqueur mixte et du biofilm, présentées en annexe V.

III.3.3.2. Capacité de nitrification maximales de la liqueur mixte

Les capacités de nitrification maximales (NPR_{max}) de la liqueur mixte ont été mesurées par détermination *ex-situ* des vitesses maximales en milieu et en fin de chaque période. Ces mesures ont été faites tous les 10 à 15 jours, les résultats obtenus sont présentés à la figure 48.

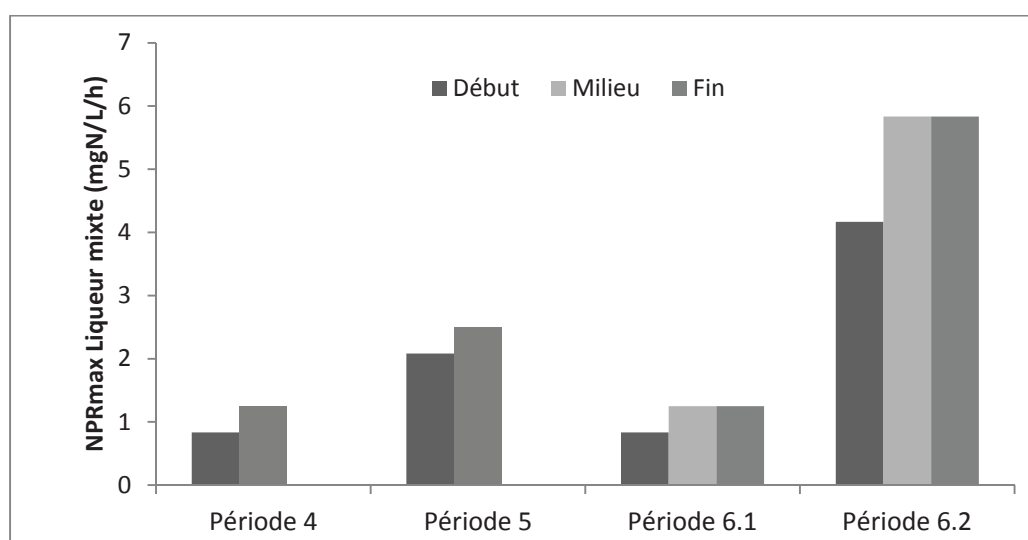


Figure 48 Vitesses de nitrification (NPR_{max}) de la liqueur mixte aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Les NPR_{max} mesurés entre les périodes 4, 5 et 6.1 sont très faibles et varient de 1 à 2 mgN/L/h. Les conditions de fonctionnement ne sont pas favorables au développement autotrophe et la nitrification est perdue dans cette phase. La nitrification dans la liqueur mixte représente 10 à 22% du flux nitrifié total. Cette nitrification résiduelle dans la liqueur mixte provient de biomasses autotrophes apportées par le détachement de biofilm dans la liqueur mixte.

L'apport d'oxygène en aérobie 1 de 12 hO₂/j à 17 hO₂/j permet de perdre la nitrification dans la liqueur mixte avec des MLSRT aérobie d'environ 2,0 jours et à 20°C. Les mesures réalisées sur la station de Broomfield montrent des NPR_{max} de 3,0 à 4,0 mgN/L/h pour des MLSRT aérobie d'environ 3,0 à 4,0 jours. Nous pouvons supposer dans ce cas que le développement des bactéries nitrifiantes n'est pas stoppé. Les mesures obtenues complètent celles de la bibliographie.

La nitrification est retrouvée dans la liqueur mixte à la période 6.2 avec une vitesse de 5,8 mgN/L/h à 22°C et est similaire à la période 1. La charge massique moyenne à cette période est de 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j avec un ratio C/N de 8,7 gDCO_{totale}/gNTK. Cette charge augmente significativement le MLSRT et favorise le développement des bactéries autotrophes.

La vitesse maximale de nitrification (NPR_{max}) est de 1,3 mgN/L/h pour une température de 20°C et pour un séquençage de l'aération en aérobie 1 de 17 hO₂/j et une charge massique de 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j.

III.3.3.3. Capacité de nitrification maximale dans le biofilm

Les capacités de nitrification maximale (NPR_{max}) dans le biofilm ont été mesurées par détermination *ex-situ* en considérant le flux maximal nitrifié rapporté à la surface effective de biofilm. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 49.

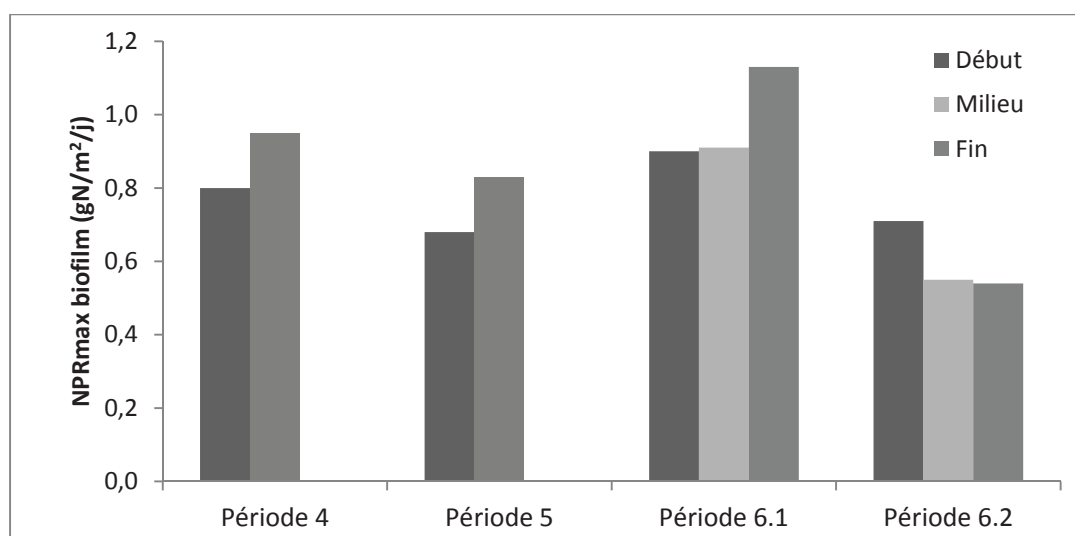


Figure 49 Vitesses de nitrification (NPR_{max}) du biofilm aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2

L'augmentation du temps d'aération entre les périodes 4 à 6.1 ne modifie pas significativement la présence d'autotrophes du biofilm. Le NPR_{max} moyen à ces périodes est de $0,87 \pm 0,10 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 21°C . Les études précédentes ont obtenu des valeurs comprises entre 0,9 et $1,1 \text{ mgN/m}^2/\text{j}$ sur des installations à charges appliquées similaires mais sans séquençage de l'aération (Di Trapani *et al.*, 2011, Onnis-Hayden *et al.*, 2007, Kim *et al.*, 2011). L'étude de Kim *et al.* (2011) observe des vitesses faibles sur le biofilm pour des charges appliquées en carbone et en azote élevées. Leur hypothèse est que le biofilm est perturbé par la compétition entre bactéries autotrophes et hétérotrophes dans le bassin le plus exposé à la charge. Les mesures ponctuelles de $\text{DCO}_{\text{filtrée}}$ en entrée du bassin aérobie 2 IFAS montrent des concentrations proches de 15 mgDCO/L toutes périodes confondues, ce qui est faible. Il y a donc peu de compétition autotrophe/hétérotrophe dans notre cas.

Une diminution des NPR_{max} de 30% est observée à la période 6.2, proche des valeurs observées à la période 1 à faible charge. Cette baisse provient de la faible charge massique appliquée à cette période ($0,22 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$). Les bactéries autotrophes réagissent à l'augmentation du MLSRT de 4,2 jours à 7,0 jours en se développant dans la liqueur mixte aux dépens du biofilm qui est plus limité par le substrat et l'oxygène. La concentration en oxygène dans la zone joue également un rôle. La concentration moyenne en oxygène mesurée dans le réacteur aérobie 2 est présentée sur la figure 50.

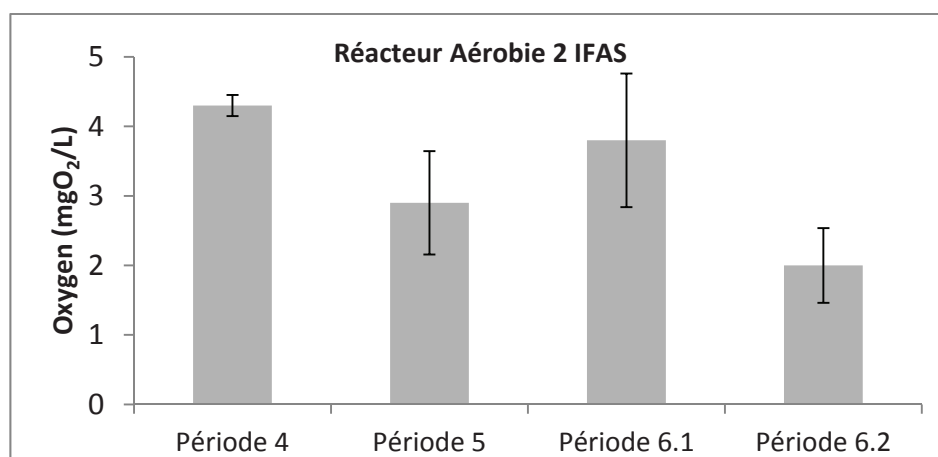


Figure 50 Concentrations moyennes en oxygène sur le réacteur aérobie 2 aux périodes 4, 5, 6.1, 6.2

Les concentrations moyennes à la période 6.2 atteignent $2,0 \pm 0,5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ alors qu'elle est supérieure à $3,0 \text{ mgO}_2/\text{L}$ pour les périodes précédentes. Cette valeur est faible et peut limiter l'accessibilité du biofilm à l'oxygène.

Les concentrations en oxygène dans le réacteur aérobique 1 sont présentées en annexe VI.2. La diminution de l'aération en aérobique 1 augmente les intrants en ammonium en aérobique 2 et favorise le développement des bactéries autotrophes sur le biofilm. Un NPR_{max} de $0,95 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ du biofilm est retenu dans la configuration étudiée à 20°C avec un séquençage de l'aération à $17 \text{ hO}_2/\text{j}$ et une charge massique de $0,40 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$. Ce NPR_{max} diminue dès que la nitrification de la liqueur mixte est retrouvée.

La figure 51 présente les NPR et NPR_{max} du biofilm pour les quatre périodes étudiées.

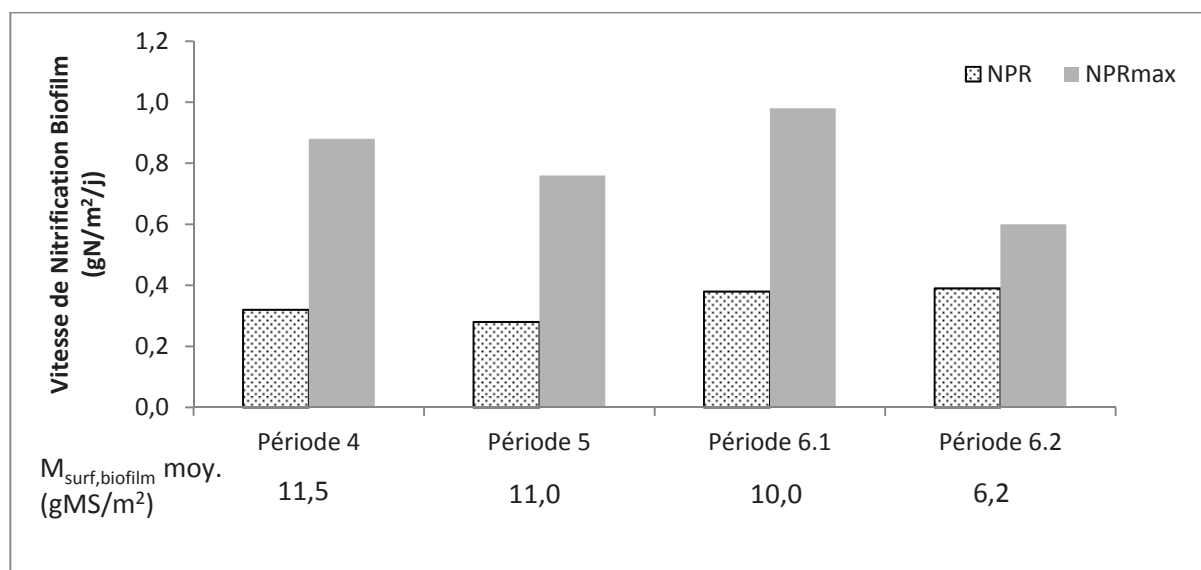


Figure 51 Vitesses de nitrification réelles (NPR) et maximales (NPR_{max}) du biofilm pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

Les NPR sont environ de 50 à 60% inférieurs à leur capacité de nitrification maximale (NPR_{max}) à 20°C pour les périodes 4 à 6.1. Comme pour les périodes 1 à 3, le biofilm est limité par la diffusion des composés solubles. A la différence des trois premières périodes, le substrat n'est pas limitant dans le réacteur. La concentration en oxygène dans le réacteur aérobique 2 IFAS n'est pas suffisante. Les vitesses de nitrification du biofilm dans le réacteur peuvent être optimisées à ces périodes. L'étude de Stricker *et al.* (2009) conseille une concentration supérieure à $5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ pour un biofilm complètement aéré.

La vitesse de nitrification (NPR) du biofilm est de $0,35 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 20°C pour une charge de $0,40 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ dans la configuration testée. Cette valeur est faible par rapport à la charge appliquée. Cette configuration n'optimise pas l'étape de nitrification et un apport en oxygène supérieur doit être envisagé.

La masse surfacique de biofilm est stable et proche de 11 gMS/m² pour les périodes 4,5 et 6,1. Cette masse diminue de 70% à la période 6.2 avec la diminution de la charge appliquée. L'annexe VI.1 présente les variations de masse surfacique du biofilm tout au long de l'étude.

III.3.4. Vitesse réelles de dénitrification dans la zone anoxie en tête

Comme vu au paragraphe III.2.3, la concentration en nitrates au rejet est élevée et associée à des performances de traitement du NGL variables notamment pour les périodes 4 et 5. Entre les périodes 6.1 et 6.2 une diminution de l'azote réduit est observée aux dépens d'une augmentation significative des concentrations en nitrates.

Les vitesses de dénitrification moyennes obtenues par périodes sont présentées sur le tableau 35. Elles sont associées aux conditions influençant l'étape de dénitrification.

Tableau 35 Vitesses moyennes de dénitrification et conditions de fonctionnement (période 4,5,6.1 et 6.2)

	Vitesse de dénitrification (mgN/gMVSLM/h)	Flux de DCO filtrée eau brute (gDCO/j)	Température (°C)	Flux d'oxygène circulé par RLM (gO ₂ /j)
Période 4	1,6±0,2	824	19	105
Période 5	1,7±0,8	1064	21	69
Période 6.1	2,4±0,9	740	22	98
Période 6.2	2,6±1,0	882	22	51

Les vitesses de dénitrification observées varient entre 1,5 à 2,6 mgN/gMVSLM/h en fonction des périodes. Ces vitesses moyennes sont associées à des écarts types élevés, afin de comprendre ces variations, chaque hypothèse est évaluée indépendamment. Trois hypothèses peuvent expliquer ces performances de dénitrification:

- un potentiel d'oxydo-réduction supérieur à -50mV (non corrigé) sur les périodes d'étude. Les mesures obtenues montrent une valeur inférieure à -50mV 85 à 95% du temps pour les périodes 4 à 6.1 (voir annexe VI.3). Cette hypothèse est rejetée pour ces périodes. Pour la période 6.2, cette valeur est inférieure à -50mV seulement de

40% du temps, l'apport d'oxygène peut donc pénaliser la dénitrification à cette période ;

- le temps de passage en pointe est proche de 40 min toute période confondue. Ce qui est court ;
- le faible ratio C/N de l'eau usée brute pénalise l'étape de dénitrification. En effet, le rapport $\text{DCO}_{\text{filtrée}}/\text{N-NH}_4^+$ observé de l'eau usée brute est de $3,0 \pm 0,5 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{gN-NH}_4^+$. La figure 52 ci-dessous présente l'efficacité de la zone d'anoxie obtenue en fonction du ratio $\text{DCO}_{\text{filtrée}}/\text{N-NO}_3^-$ amené.

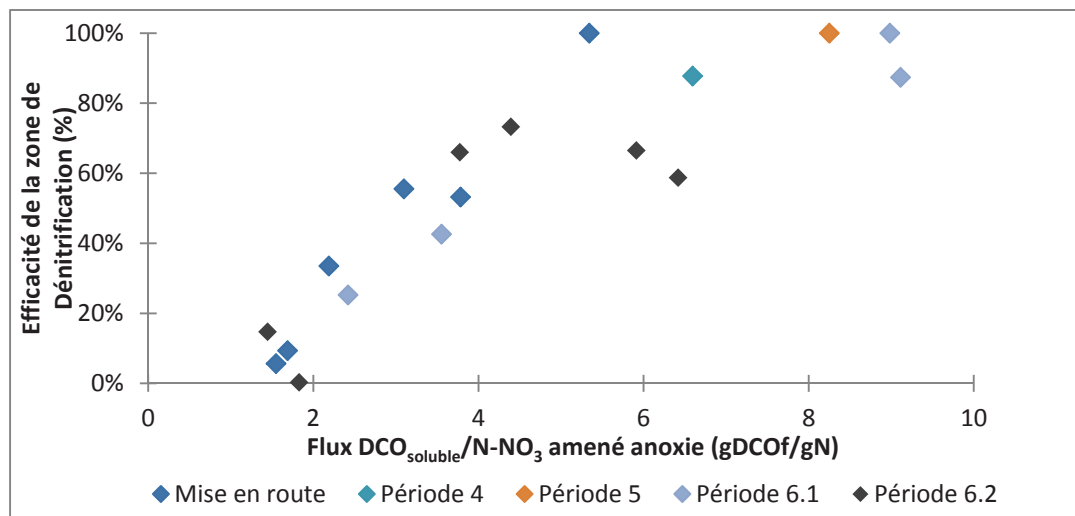


Figure 52 Efficacité de la zone de dénitrification en fonction du ratio $\text{DCO}_{\text{soluble}}/\text{N-NO}_3$ amené en anoxie pour les périodes 4, 5, 6.1 et 6.2

Un ratio de $3,0 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{gN-NH}_4^+$ permet un rendement sur la zone de 40 à 50%. Le ratio optimal se situe entre 6 à $8 \text{ gDCO}_{\text{filtrée}}/\text{gN-NO}_3^-$ pour obtenir 80% d'abattement.

III.3.5. Conclusions

L'apport d'air à 12 hO₂/j et 14 hO₂/j dans la zone aérobie 1 n'est pas validé au regard de l'abattement obtenu sur le NTK. La diminution de l'apport en oxygène en zone aérobie 1 à 17hO₂/j est envisageable pour une charge massique appliquée inférieure à 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 20°C. Il permet d'obtenir des rendements de traitement sur l'installation proche de 80% sur le NTK et 90% sur la DCO_{totale} pour des charges appliquées inférieures à 150 gNTK/m³_{total}/j pour une eaux brute domestique d'un ratio C/N de 8,8 gDCO_{totale}/gNTK. Ce séquençage à 17hO₂/j contribue à minimiser le développement des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte. Le MLSRT aérobie limite est estimé à 2,0 jours (MLSRT_{aérobie} < MCRT ; MLSRT_{classique} = 4,0 jours). La liqueur mixte nitrifie alors à hauteur de 10% du flux total nitrifié dans le réacteur IFAS. Le biofilm alimente la liqueur mixte en bactéries autotrophes par détachement.

Pour une charge en ammonium non limitante sur le réacteur aérobie 2 IFAS, la nitrification maximale (NPR_{max}) obtenue sur le biofilm est de 0,95 gN/m²/j à 20°C. Le séquençage de l'aération en aérobie 1 n'améliore pas les vitesses de nitrification (NPR) du biofilm. Les NPR observés sont faibles et pénalisés par un apport insuffisant en oxygène en aérobie 1 et 2 IFAS. La concentration en oxygène du bassin IFAS doit être supérieure à 5 mgO₂/L pour limiter les contraintes de diffusion de l'oxygène dans le biofilm et augmenter son NPR.

Concernant la dénitrification, comme pour les périodes précédentes, ce processus est limité par un apport trop faible de carbone assimilable dans l'eau usée avec un ratio C/N de 8,8 gDCO_{totale}/gNTK à 20°C.

III.4. Conclusions

L'obtention d'un mélange homogène par fluidisation dans le réacteur IFAS dépend du taux de remplissage en support, du type de support et de la géométrie du réacteur. Dans le cas de cette étude avec le support BMX1, une vitesse en air ascensionnelle minimum de $10 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$ a été obtenue.

Le transfert de l'oxygène en eau claire d'un réacteur IFAS dépend du débit d'air surfacique, du système d'aération et du taux de remplissage en support. L'ajout de 40% de volume de support en vrac dans le réacteur améliore le transfert de 65% en eau claire. L'ajout de supports améliore le transfert en fractionnant les bulles (diminution de la taille des bulles).

Les performances globales du procédé IFAS en configuration trois bassins sont élevées et proche de 90% d'abattement de la DCO totale et du NTK pour une charge appliquée maximale de $1,7 \text{ kg DCO}_{\text{totale}}/\text{m}^3_{\text{total}}/\text{j}$ avec une eau usée brute d'un ratio C/N de 8,0 $\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ et une température de 16 à 22°C.

Les vitesses moyennes réelles de nitrification (NPR) ont été évaluées à $2,0 \text{ mgN/L/h}$ à 12°C pour la liqueur mixte et $0,4 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C dans le réacteur aérobic 2 pour une charge massique appliquée de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$. Les vitesses maximales (NPR_{max}) associées sont de $3,1 \text{ gN/L/h}$ à 12°C pour la liqueur mixte et $0,65 \text{ gN/m}^2/\text{j}$ à 12°C pour le biofilm.

Un MLSRT aérobic limite inférieur à 2,0 jours supprime le développement de biomasse autotrophe dans la liqueur mixte ($\text{MLSRT}_{\text{classique}} = 4 \text{ jours}$). Cependant, la nitrification se maintient dans la liqueur mixte à hauteur de 10% du flux total nitrifié et 90 % du flux est nitrifié par le biofilm, ceci en raison d'un apport régulier de biomasse autotrophe par le détachement du biofilm. Les tests de microbiologie moléculaire réalisées sur les échantillons de la liqueur mixte confirment la présence d'autotrophe à ces périodes (annexe V).

La nitrification dans le biofilm dépend de la diffusion des composés soluble. Ces observations sont en accord avec la bibliographie (Christiansen *et al.*, 1995 ; Stewart, 1998).

Pour un fonctionnement optimisé du procédé IFAS en configuration trois bassins, il convient :

- d'assurer un débit d'air surfacique $>$ débit mini. nécessaire à un mélange homogène dans le réacteur ($10 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$) ;
- de s'assurer d'avoir une concentration en oxygène dans le bassin IFAS $>5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ 24h/24 ;
- d'appliquer un séquençage de l'aération du premier bassin aérobie situé à l'amont du bassin IFAS à hauteur de $17 \text{ hO}_2/\text{j}$ pour une température minimale de 20°C et une charge massique appliquée maximale de $0,22 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ ($\text{C}/\text{N} = 8 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$) ;
- de déterminer le taux de remplissage en support BMX1 sur la base d'une capacité de nitrification moyenne de $0,9 \text{ gN}/\text{m}^2/\text{j}$ en conditions non limitantes de diffusion du substrat et de l'oxygène ;
- de dimensionner la zone d'anoxie en tête sur la base du ratio C/N de l'eau brute.

Chapitre IV :

Modélisation du

procédé IFAS

IV.1. Rappels

La synthèse bibliographique présentée au chapitre I et l'annexe VII décrivent les processus inclus dans le modèle de réacteur hybride de GPS-X tels que : les mécanismes de transport des composés particuliers entre biofilm et liqueur mixte, la diffusion des composés solubles et l'ensemble des réactions du modèle biocinétique « Two-step mantis » (proche du modèle ASM1). En outre, nous avons travaillé l'objectif d'utilisation du modèle et avons réalisé le schéma hydraulique de l'installation. Le modèle obtenu nécessite de nombreux paramètres (environ 50 par réacteur).

Ce chapitre vise à mettre au point un modèle numérique calé pour le pilote IFAS, et s'appuie sur les objectifs spécifiques suivants :

- Détermination des variables d'entrée du modèle telles que le fractionnement de l'eau brute et la vérification du modèle hydraulique des réacteurs ;
- Analyse de sensibilité au paramétrage, et élaboration d'un protocole de calage : il est nécessaire d'étudier l'influence et l'impact de chaque paramètre sur les simulations afin de sélectionner un jeu de paramètres pour le calage. A la fin de cette étape un protocole de calage du modèle IFAS est proposé ;
- Calage du modèle IFAS : nous avons adapté certains paramètres du modèle en s'appuyant à la fois sur des résultats expérimentaux entrée/sortie pilote (échantillons ou mesures en continu) et sur des mesures ciblées permettant de cibler certains processus. Dans ce travail, le calage est réalisé sur trois campagnes de mesures en conditions différentes de fonctionnement.

IV.2. Détermination des variables d'entrée du modèle

Les variables d'entrée du modèle concernent la géométrie des réacteurs et des supports fluidisés, les conditions de fonctionnement du système (débit d'air, débit d'eau, température), le fractionnement de la matière organique en classes de biodégradabilité (DCO, azote) et le régime hydraulique des réacteurs.

IV.2.1. Fractionnement de la DCO en classes de biodégradabilité

Le fractionnement de la DCO_{totale} de l'eau usée brute a été réalisé suivant les méthodes décrites dans le paragraphe II.5.1. Trois campagnes de mesures de fractionnement, chacune sur plusieurs jours, ont été réalisées les 6-7 février 2013, 4-8 décembre 2013 et 14-24 juillet 2014 correspondant respectivement aux périodes 1, 3 et 6.1 présentées précédemment. Le fractionnement a été déterminé à partir de mesures horaires des concentrations en DCO_{totale}, DCO_{filtrée} et N-NH₄⁺. Le tableau 36 présente les résultats obtenus et les données bibliographiques pour les six fractions de l'eau brute du pilote IFAS (3 séries de données de simulation). Les concentrations horaires de chaque fraction sont présentées en annexe VIII.

Tableau 36 Fractionnement de la matière organique sur les trois séries de données

% DCO _{totale}	Dénomination des fractions	Bibliographie*	Série 1	Série 2	Série 3
			4-8 déc. 2013 (n=96)	6-7 fév. 2013 (n=48)	14-24 juil. 2014 (n=240)
DCO _{totale}	(mgDCO/L)	-	566	372	517
S _s	DCO rapidement Biodégradable	5 – 25%	22±4%	26±6%	16±3%
S _i	DCO soluble inerte	4 – 16%	3±0.5%	3±1%	2±1%
X _i	DCO particulaire inerte	7 – 30%	37±1%	37±1%	48±1%
X _s	DCO lentement biodégradable	40 – 80%	38±4%	34±6%	34±3%
X _{b,h}	DCO biomasse hétérotrophe	0 – 4%	0%	0%	0%
X _{b,a}	DCO biomasse autotrophe	-	0%	0%	0%

*(Choubert *et al.*, 2010, Melcer *et al.*, 2003, Henze et Comeau, 2008)

Les résultats obtenus sur ces séries montrent une fraction particulaire ($X_i + X_s$) élevée, de 70 à 80% de la DCO_{totale} , correspondant à des concentrations de 354 à 615 mgDCO/L. La concentration particulaire inerte (X_i) est importante avec des valeurs comprises entre 199 à 314 mgDCO/L. Ces résultats confirment l'influence des retours de digesteur sur l'eau brute utilisée (200-300 g MES/L environ), et correspondant à 11% du débit total entrant dans la station.

La part soluble inerte (S_i) est estimée à 14 ± 8 mgDCO/L (3% de la DCO_{totale}) sur les trois campagnes de fractionnement. Ces valeurs proches de celles généralement observées dans les eaux traitées de boues activées très faible charge (Choubert, 2002).

Le substrat rapidement hydrolysable (S_{sh}) est considéré comme négligeable dans l'eau usée brute en référence aux données par défaut de GPS-X (Hydromantis, 2008). Ce composé est issu de l'hydrolyse de X_s lors du traitement biologique et est transformé en S_s dans le réacteur biologique.

Les composés particuliers inorganiques inertes (X_{ii}) qui représentent la part minérale de l'eau usée ou de la boue ont été déterminés entre 30 - 50 mg/L en fonction de la période d'étude (annexe VII.3) (Hydromantis, 2008).

IV.2.2. Fractionnement de l'azote en classes de biodégradabilité

Le fractionnement de l'azote a été réalisé au cours de trois campagnes de mesure spécifique. La sonde de mesure en ammonium placée dans le bac de récupération de l'eau usée a permis de déterminer les évolutions horaires des concentrations en ammonium au cours de la journée. Le tableau 37 présente les valeurs de fractionnement de l'azote obtenues dans la bibliographie et sur les eaux d'entrée du pilote IFAS lors des trois campagnes de mesures.

Tableau 37 Fractionnement de l'azote sur les trois séries de données

% du N_{total}	Dénomination de l'azote	Bibliographie*	Série 1 4-8 déc. 2013 (n=96)	Série 2 6-7 fév. 2013 (n=48)	Série 3 14-24 juil. 2014 (n=240)
N_{total}	(mgN/L)	-	57,7	48,5	46,2
S_{nh}	Azote ammoniacal	50 - 75	70%	70%	60%
S_{nd}	Azote organique soluble ammonifiable	1 - 29	2,5%	2,5%	4%
X_{nd}	Azote organique particulaire hydrolysable	0 - 30	23%	22,5%	32%
X_{ni}	organique particulaire inerte	3 - 7	2,5%	2,5%	2%
S_{ni}	organique soluble inerte	0 - 7	3%	2,5%	2%
S_{noa}	Nitrates	-	0%	0%	0%
S_{noi}	Nitrites	-	0%	0%	0%

*(Henze, 1992, Melcer et al., 2003, Henze et al., 2000)

Les fractions moyennes obtenues sont dans les gammes de mesures observées dans la bibliographie pour une eau brute domestique. Ces fractions sont supposées constantes sur la journée et les concentrations moyennes horaires ont été entrées dans le modèle.

La part d'azote ammoniacal diminue de 70 à 60% pendant la campagne de juillet au profit de la part particulaire organique. Ce résultat confirme les résultats obtenus lors du fractionnement de la matière organique. Pendant cette période, cette augmentation provient d'une modification des retours de digestion riches en composés particuliers (azotés et carbonés). Les concentrations horaires de chaque fraction sont présentées en annexe VIII.

Les concentrations des formes oxydées de l'azote ($N\text{-NO}_2^-$, $N\text{-NO}_3^-$) notées S_{noa} et S_{noi} ont été considérées nulles. Les mesures de suivi au long terme montrent en effet que ces concentrations sont faibles (<0,5 mgN/L), voir paragraphe II.2.

IV.2.3. Ratios de conversion pour le calcul des « variables composites »

Le modèle est conçu pour réaliser des calculs en masse de DCO pour la matière organique et en masse de N pour l'azote. Cependant, l'utilisateur utilise plus aisément des masses de MES (ou MVS), masses de DBO_5 et masses de NTK, qui sont intégrées sous le nom de « variables composites » dans le logiciel. C'est pourquoi, GPS-X est équipé de ratios de conversion convertissant ces variables. Le plus important dans cette étude est le rapport $\text{DCO}_{\text{particulaire}}/\text{MVS}$, utilisé pour convertir la quantité de biomasse dans les réacteurs de DCO à MVS (ratio nommé i_{cv} dans GPS-X). Le détail du calcul de ces variables composites est placé en annexe VII.3. Ce ratio a été déterminé par plusieurs mesures ponctuelles dans le réacteur biologique aérobie 1 et aérobie 2 IFAS.

La valeur par défaut dans GPS-X est de $1,46 \text{ gDCO}_{\text{particulaire}}/\text{gMVS}$, et provient de la composition de la biomasse (Hydromantis, 2008). Mais cette valeur dépend du type d'eau usée, de la charge appliquée, et de la composition en lipides. Les différentes mesures effectuées durant cette étude montrent un rapport i_{cv} compris entre 1,33 à 1,72 $\text{gDCO}_{\text{particulaire}}/\text{gMVS}$ ($n=6$) pour des conditions différentes de fonctionnement (moy. $1,50 \text{ gDCO}_{\text{particulaire}}/\text{gMVS}$).

IV.2.4. Vérification de l'hydraulique des réacteurs par traçage

Le modèle IFAS dans GPS-X est construit sur l'hypothèse que les réacteurs sont parfaitement agités. Nous avons cherché à vérifier que le modèle dispose d'un comportement hydraulique identique aux réacteurs du pilote IFAS.

Pour cela trois traçages hydrauliques ont été réalisés par l'injection d'un sel (MgCl) dans chaque réacteur (anoxie, aérobie 1 et aérobie 2 IFAS) selon le protocole décrit en annexe II.4. Pour chaque traçage, la conductivité a été suivie en entrée et en sortie du réacteur considéré.

Compte-tenu des flux circulés et recirculés vers la zone d'anoxie, ces résultats ont été exploités à l'aide du modèle en simulant la concentration de soluble inerte (S_i) dans chaque réacteur. Cette concentration a été assimilée à celle du traceur salin et injectée à un temps zéro à la même concentration que dans le pilote. Les résultats obtenus sur les réacteurs anoxie et aérobie 2 sont présentés en annexe II.4, et un exemple de résultat est présenté en figure 53 pour le réacteur aérobie 1.

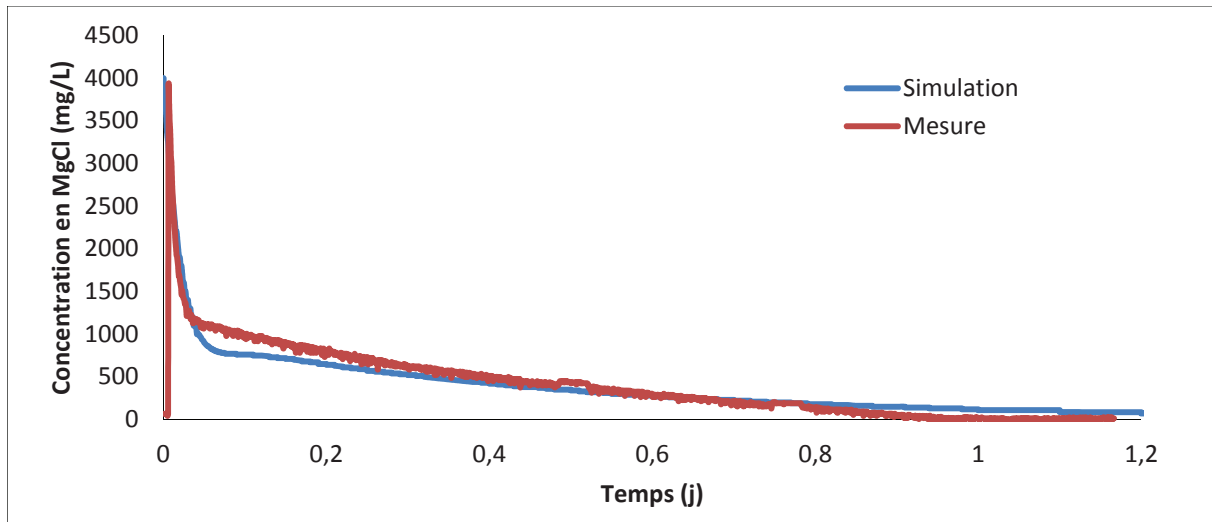


Figure 53 Résultat de traçage sur le réacteur aérobic 1 et simulation

Un jour après l'injection, la concentration en MgCl dans l'installation est proche de zéro et nous pouvons considérer que 100% du traceur injecté a quitté le pilote. Ce temps court est compatible avec le temps de passage moyen très court de l'eau (env. 2h15 pour TSH_{total}), imposé par les débits de (re)circulation très importants sur le pilote (400% du débit entrant).

Le modèle simule les concentrations en traceur incluant les flux circulés et recirculés vers la zone d'anoxie. Les trois réacteurs ne possèdent pas de zones mortes. Le modèle intègre un régime hydraulique identique à celui du pilote IFAS.

IV.3. Proposition d'un protocole de calage du modèle

Compte-tenu du grand nombre de paramètres, ainsi que de la présence de 2 phases (biofilm et liqueur mixte), l'utilisateur du modèle IFAS est confronté à un très grand nombre de paramètres à caler. Cette partie vise à proposer une stratégie pour caler de manière rigoureuse le modèle IFAS.

D'abord, nous avons réalisé une analyse de sensibilité en observant le comportement des variables ci-dessous :

- Masse surfacique de biofilm, $M_{\text{surf,biofilm}}$ (gMS/m²)
- Concentration en MES de la liqueur mixte (gMES/L)
- DCO filtrée dans les eaux traitées (fraction $S_s + S_i$, gDCO/L)
- Vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte ($\text{NPR}_{\text{max,LM}}$ mgN/L/j)
- Vitesse de nitrification maximale du biofilm ($\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ gN/m²/j)
- Oxygène et substrat dans le biofilm (mgO₂/L)
- Concentrations en N-NH₄⁺ et N-NO₃⁻ dans les eaux traitées (mgN/L)

Note : Les vitesses maximales de nitrification ont été mesurées pour le biofilm et la liqueur mixte suivant le protocole décrit au chapitre II.4.2 et en annexe II.2. Le modèle prédit des concentrations en biomasse autotrophe ($X_{b,a}$) ensuite converti en vitesse max. (NPR_{max}) à l'aide des équations de Monod.

Puis, nous avons complété ce travail par une étude de l'influence des processus de détachement, et de diffusion des composés solubles dans le biofilm, sur les variables ci-dessus. Ces processus ont été évalués par couple de paramètres sensibles.

Ensuite, ce chapitre s'intéressera à démontrer l'utilité de la mesure des NPR_{max} de la liqueur mixte et du biofilm pour le calage. Grâce à ces étapes, il a été possible de hiérarchiser les paramètres sensibles et d'aboutir à un protocole de calage à suivre permettant d'obtenir des valeurs fiables pour les paramètres du modèle IFAS.

IV.3.1. Sensibilités des paramètres au paramétrage

IV.3.1.1. Influence individuelle de chacun des paramètres

L'analyse de sensibilité fournit les paramètres que l'opérateur peut changer pour caler le modèle. Cette analyse consiste à donner à chaque paramètre un degré de sensibilité au regard de son impact sur les variables sélectionnées (Petersen *et al.*, 2002). Pour la réaliser, chaque paramètre est successivement modifié, un par un, d'un pourcentage

différent en concordance avec la variabilité trouvée dans la bibliographie. Son impact sur les simulations est observé sur des variables d'état (ex. MES, N-NH_4^+ ...) dans la liqueur mixte et le biofilm du réacteur biologique aérobie 2 IFAS, et dans l'eau traitée.

L'analyse de sensibilité aux paramètres du modèle IFAS a été réalisée dans les conditions de la série 1 de calage (Période 3 : $C_m = 0,3 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/j$ et $T = 16^\circ\text{C}$). Les conditions de fonctionnement imposées sont moyennées et constantes sur la période (débit = 250 L/min , $Q_{\text{air,ae2}} = 150 \text{ L/min}$). La valeur initiale de chaque paramètre du modèle testé est présentée au tableau 38.

Tableau 38 Valeurs initiales des paramètres du modèle pour réaliser l'analyse de sensibilité

Paramètres	Valeur initiale	Unité
Cinétique		
$\mu_{h,\max}$	6,0	j^{-1}
$\mu_{a,\max}^*$	0,7/0,8	j^{-1}
b_a^*	0,15	j^{-1}
$K_{n,a}^*$	1,0/0,7	mgN/L
$K_{o,a}^*$	0,3/0,5	mgO_2/L
Physique		
$L_{f,\max}$	80	μm
L_{limite}	200	μm
MS	10	%
Densité	1020	kg/m^3
Transport		
$k_{\text{détach}}$	0,07	$\text{kg/m}^2/j$
k_{attach}	0,5	$\text{m}^3/\text{m}^2/j$
F_d	50	%

*intégrant respectivement les paramètres des AOB (ai) et NOB (aa)

Les résultats obtenus sur les variables du biofilm, de la liqueur mixte et des eaux traitées sont présentés au tableau 39. Les résultats ont été indiqués sous forme de différence relative constatée (en %) par rapport à la simulation avec la situation de référence. Si la différence relative est strictement inférieure à 5%, alors le paramètre est considéré comme très peu sensible.

Tableau 39 Analyse de sensibilité au paramétrage sur différentes variables simulées du réacteur aérobic 2 et de l'eau traitée (présentation inspirée de Takacs, 2008)

% de sensibilité	Variables	MES _{LM}	NPR _{max,LM}	Oxygène _{LM}	Oxygène				N- NH ₄ ⁺	N- NO ₂ ⁻	N- NO ₃ ⁻	
	Valeurs	g/L	mgN/L/j	mgO ₂ /L	M _{surf,biofilm}	Epaisseur	NPR _{max,biofilm}	Biofilm	mgN/L	mgN/L	mgN/L	
Paramètre		2,9	56	4,4	8	78	0,65	3,2	20	1,3	2,5	
		Liquueur Mixte (aérobie 2 IFAS)										Eau Traitée
	μ _{h,max}			10				5				
	μ _{a,max} [*]		21	12			15	8	40	80	32	
	b _a [*]		16	8			22	9	10	9	16	
	K _{n,a} [*]									5		
	K _{o,a}						12	6	5	7	8	
	L _{f,max}				40	40	12	10	16	10	32	
	L _{limite}							8				
	MS	14	14		85		19	18	7	6	8	
	Densité				21	33	12	7				
	k _{détach}	± 100		5		11	11	7				
k _{attach}	± 50				6	6						
f _d	± 0,3						11	25	6		7	

*Intégrant respectivement les paramètres des AOB (ai) et NOB (aa)

Les cases vides reflètent une différence relative strictement inférieure à 5%

L'épaisseur maximale de biofilm ($L_{f,max}$) a une influence forte sur les variables simulées du biofilm et des eaux traitées. En effet sa modification induit un changement important de masse surfacique de biofilm ($\pm 40\%$) et de son NPR_{max} ($\pm 12\%$). Ce paramètre a également été déterminé comme très sensible sur des modèles de procédé MBBR et biofiltration utilisant GPS-X (Barry *et al.*, 2012 ; Vigne *et al.*, 2010). Il doit faire l'objet du calage.

Le coefficient de détachement ($k_{détach}$) modifie significativement la masse surfacique de biofilm ($\pm 11\%$). Ce paramètre, qui va de pair avec le coefficient d'attachement (k_{attach}), régit les flux particuliers entre biofilm et liqueur mixte. Dans la bibliographie, il n'y a pas de consensus sur la détermination de ce paramètre car de nombreuses équations du processus de détachement existent (voir chapitre I.3.1). Les flux détachés dépendent autant des conditions hydrodynamiques de la phase liquide (fluidisation) que des propriétés physiques du biofilm (épaisseur, densité). D'après Brockmann *et al.* (2013), ce paramètre doit être calé sur la masse de biofilm. Dans GPS-X, les paramètres $k_{détach}$ et $L_{f,max}$ sont liés.

L'épaisseur de la couche de transfert liquide limite est un paramètre peu sensible dans le cas de cette étude ($< 5\%$). Des études comparatives sur des modèles MBBR montrent pourtant la sensibilité de ce paramètre (Boltz et Daigger, 2010 ; Vigne, 2007 ; Brockmann *et al.*, 2013). Ce paramètre joue notamment un rôle important sur les flux transférés dans le biofilm (Boltz *et al.*, 2011). Dans notre cas, l'épaisseur de la couche liquide limite a été déterminée en fonction des conditions hydrodynamiques en adaptant la méthode décrite par Morgenroth *et al.* (2008) et Ohashi *et al.* (1981), voir annexe IX. L'épaisseur de la couche liquide limite moyenne a été déterminée de 140 à 175 μm en fonction des vitesses dans le réacteur.

Le coefficient f_D influence la concentration autotrophe dans le biofilm. Ce paramètre régit la diffusion des composés au sein du biofilm et est généralement défini entre 0,4 à 0,7 pour des solutés ioniques et des biofilms à faible densité (Stewart, 1998). Cependant la plupart des valeurs de la bibliographie sont obtenues pour des conditions de laboratoire parfaitement maîtrisée et difficilement applicables à l'échelle d'un procédé. Une analyse du processus de diffusion dans le biofilm est nécessaire au regard de son influence sur la simulation des performances du biofilm.

Le contenu en matière sèche du biofilm (MS) et la densité du biofilm mouillé a un haut degré de sensibilité sur les variables de simulations. La modification de 75% de la valeur de

MS induit notamment une variation sur la masse surfacique de biofilm de $\pm 85\%$ et de $\pm 19\%$ sur les $NPR_{\max, \text{biofilm}}$. Ces deux paramètres vont de pair et définissent la densité de biomasse du biofilm apparente intégrant bactéries autotrophes, bactéries hétérotrophes et exopolymères (EPS). Pour une densité de biofilm constante, MS correspond à la relation entre l'épaisseur du biofilm et la matière surfacique de biofilm ($M_{\text{surf}, \text{biofilm}}$), et est constant avec l'augmentation de l'épaisseur (Bjornberg *et al.*, 2009). La densité de biofilm mouillé est déterminée par pycnométrie et est considérée constante durant l'étude. L'influence de la modification de MS sur le biofilm nécessite d'être étudiée spécifiquement.

Les constantes cinétiques des bactéries autotrophes (croissance et mortalité) influencent les $NPR_{\max}$ du biofilm et de la liqueur mixte (± 15 à $\pm 20\%$) et donc les concentrations en biomasse autotrophe dans ces compartiments. Elles ne modifient pas la quantité de biomasse totale en MES. Par conséquent, le changement de ce paramètre influence les concentrations en ammonium et en nitrates des eaux traitées. Ces paramètres sont renseignés dans la bibliographie (Henze *et al.*, 2000 ; Vanrolleghem *et al.*, 1999).

IV.3.1.2. Influence des paramètres (testés par paire)

L'analyse de sensibilité au paramétrage précédemment menée constitue un apport d'information sur la sensibilité de chaque paramètre indépendamment. Ce chapitre permet de préciser l'influence de la modification d'un paramètre sur un autre (paire de paramètres) afin de mieux ordonner leur calage.

L'objectif de la présente partie est d'apporter des informations sur les paramètres ayant une influence importante sur les résultats de simulation du biofilm, tels que : le coefficient de détachement ($k_{\text{détach}}$) et l'épaisseur maximale de biofilm ($L_{f, \max}$) ; la diffusion des composés solubles dans le biofilm (f_D). Nous avons défini deux scénarios, chacun constitué d'une succession de simulations. Une ou plusieurs variables spécifiques ont été observées.

Scénario 1 : influence des paramètres de détachement et $L_{f, \max}$

Le scénario 1 vise à déterminer l'influence du détachement sur la masse surfacique de biofilm ($M_{\text{surf}, \text{biofilm}}$) et sur la vitesse maximale de nitrification ($NPR_{\max}$), ceci pour plusieurs épaisseurs maximales de biofilm ($L_{f, \max}$). Une série de 15 simulations a été effectuée à partir des conditions appliquées lors de la première série de calage. Le coefficient de détachement

a été modifié avec des valeurs comprises entre 0,07 et 0,7 kgDCO/m²/j, en considérant un $M_{\text{surf,biofilm}}$ de 10 gMS/m². Les résultats sont présentés en figure 54. Parallèlement, les valeurs de $L_{f,\text{max}}$ ont été fixées entre 100 à 150 μm .

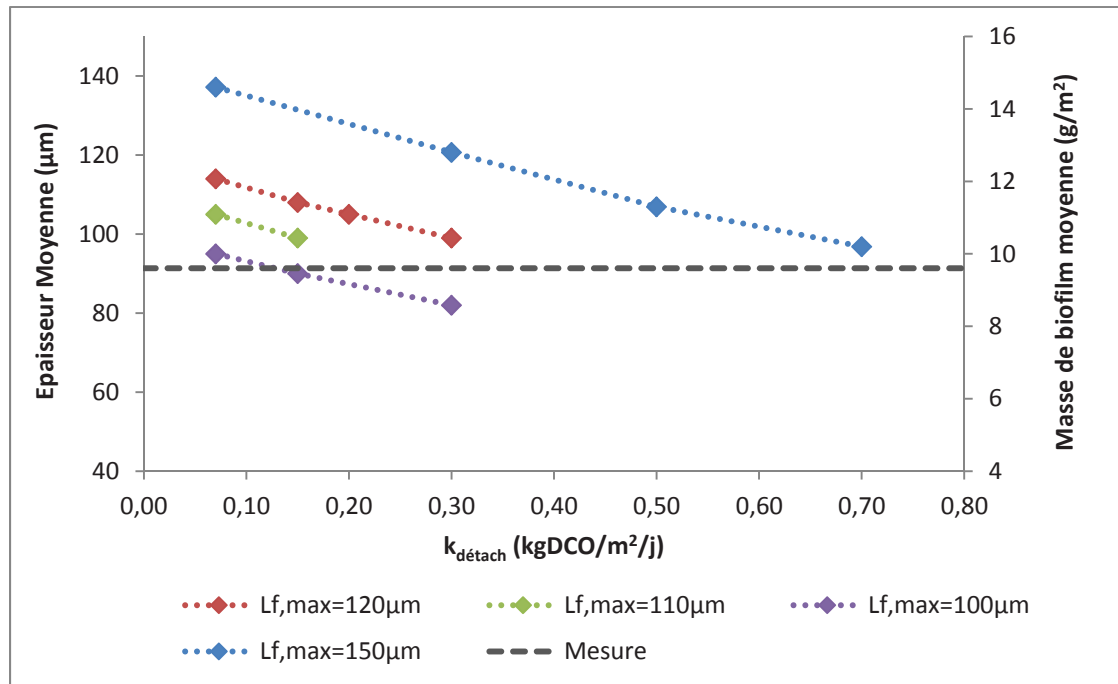


Figure 54 Masse surfacique du biofilm et épaisseurs moyennes en fonction du coefficient de détachement pour plusieurs épaisseurs maximales de biofilm (100 à 150 μm)

Une augmentation du coefficient de détachement de 0,07 à 0,30 kgDCO/m²/j (330%) diminue la masse de biofilm de 12 à 10 gMS/m² (- 20%) pour un $L_{f,\text{max}}$ fixé à 120 μm . En outre, l'augmentation du $L_{f,\text{max}}$ de 20% augmente la masse de biofilm de 20% pour un même coefficient de détachement. Parallèlement aucun changement dans les concentrations de MES de la liqueur mixte n'a été constaté ($2,2 \pm 0,1$ mg/L). Le flux de matière en suspension apporté par le détachement du biofilm est faible par rapport à la masse de MES contenue dans la liqueur mixte (environ 1,3 kgMES/j dans le cas présent).

Les résultats de la figure 54 montrent que pour une masse surfacique de biofilm donnée, il existe différents couples $L_{f,\text{max}}$ et $k_{\text{détach}}$. Il est donc nécessaire de choisir un $L_{f,\text{max}}$ du biofilm afin de déterminer le coefficient de détachement correspondant à la masse de biofilm mesurée. Ce coefficient $L_{f,\text{max}}$ n'a pas de représentation physique, en effet celui-ci correspond à l'épaisseur aux abords de laquelle le détachement devient très élevé (Hydromantis, 2008). Cependant le choix de l'épaisseur maximale a une influence sur

l'amplitude de variation de l'épaisseur du biofilm en fonction du temps comme le présente la figure 55.

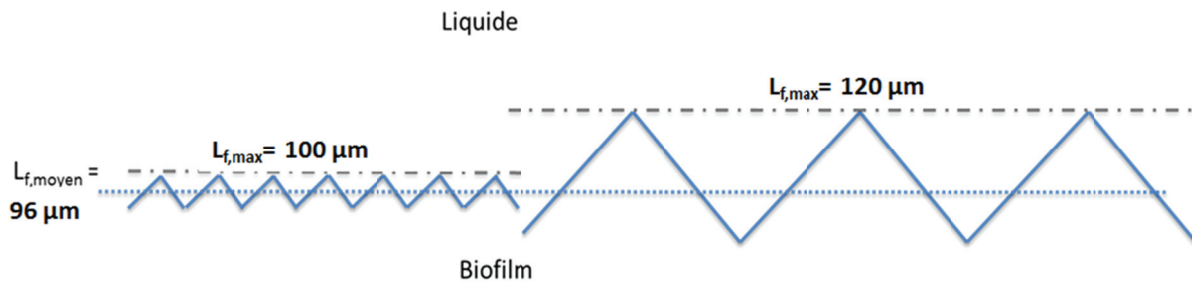


Figure 55 Schéma de l'effet du changement de $L_{f,max}$ sur la variation du L_f pour un $L_{f,moyen}$ constant.

Barry *et al.* (2012) proposent de considérer que l'épaisseur maximale $L_{f,max}$ est égale à la valeur expérimentale d'épaisseur moyenne de biofilm, sous condition qu'elle soit mesurée en régime stationnaire de fonctionnement (Barry, 2013). Le désavantage de cette technique, au regard de l'équation de détachement de GPS-X, est que l'amplitude de variation du biofilm est proche de zéro. Cela revient à considérer un L_f constant. Afin de simuler une épaisseur de biofilm variable, un $L_{f,max}$ de 20% supérieur au $L_{f,moyen}$ semble un bon compromis pour les simulations. Dans le cas présent, la valeur choisie pour $L_{f,max}$ est égale à 120 μm et induit un $L_{f,moyen}$ de 96 μm avec un coefficient de détachement de 0,30 $kgDCO/m^2/j$.

Ce paramètre influence beaucoup les résultats de simulation car il est associé à la densité et il fixe la quantité de biomasse du biofilm. Il doit être défini pour chaque épaisseur de biofilm mesurée pour chaque simulation.

Scénario 2 : Diffusion des composés solubles dans le biofilm

L'objectif du scénario 2 est d'observer l'influence des paramètres de diffusion dans le biofilm, tels que les coefficients de diffusion dans l'eau de l'oxygène et de l'ammonium (D_w) et du coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm (f_D), sur les concentrations en oxygène et en substrat (influence directe) et sur les NPR_{max} (influence indirecte suite à la consommation, ou pas, de substrat). L'effet de la variation de la diffusion dans le biofilm sur les vitesses maximales de nitrification (NPR_{max}) des deux phases est présenté à la figure 56.

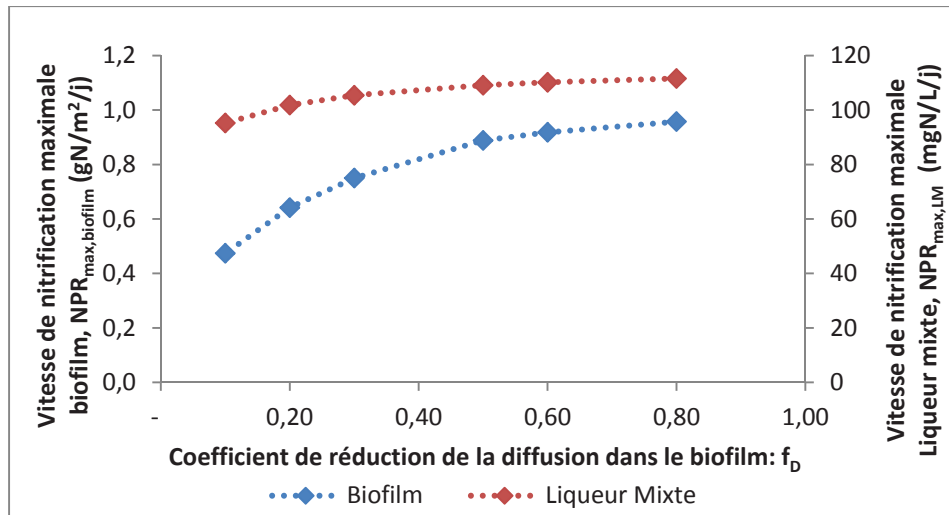


Figure 56 Vitesse maximale de nitrification (NPR_{max}) dans le biofilm et dans la liqueur mixte en fonction du coefficient de réduction de la diffusion dans le biofilm ($f_D = Dbf/Dw$)

Le facteur f_D influence fortement la vitesse maximale de nitrification du biofilm ($NPR_{max,biofilm}$) : la valeur est multipliée par 2 pour une augmentation de f_D de 0,10 à 0,50. Au-dessus de 0,50, l'augmentation avec f_D des vitesses de nitrification est moins importante que pour des f_D faibles (0,10 à 0,40). Ceci indique que la vitesse de nitrification maximale du biofilm n'est plus dépendante du transfert des composés solubles dans le biofilm.

La vitesse maximale de nitrification de la liqueur mixte ($NPR_{max,LM}$) semble peu influencée par f_D , puisqu'une variation de vitesse de 15% seulement est observée. Ceci s'explique par le fait que le substrat non diffusé dans le biofilm n'est pas consommé par la liqueur mixte et la concentration en ammonium au rejet augmente avec la diminution de la diffusion.

Les paramètres cinétiques du biofilm sont indépendants des conditions de fonctionnement (mélange, taille de réacteur, oxygénation) mais ces conditions influencent le transfert des composés solubles dans le biofilm (Brockmann *et al.*, 2007). La figure 57 présente les concentrations en ammonium et en oxygène dans le biofilm en fonction du facteur de diffusion.

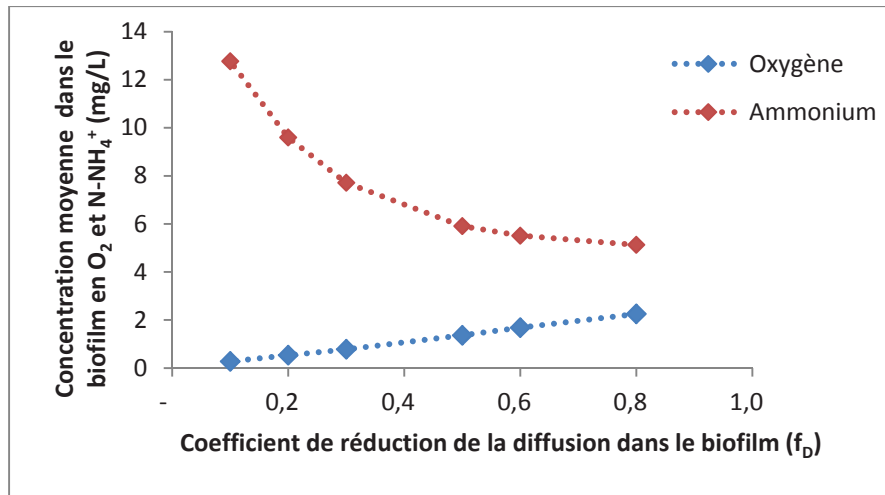


Figure 57 Concentrations en ammonium et en oxygène dans le biofilm en fonction du coefficient de réduction de réduction de la diffusion dans le biofilm

La concentration en oxygène dissous dans les 5 couches du biofilm est comprise entre 1 et 2 mgO_2/L pour des $f_D > 0,5$. Il semble que le biofilm soit limité par l'oxygène dans ces conditions de traitement, même avec une concentration en oxygène de la liqueur mixte de $5 \pm 0,5 \text{ mgO}_2/\text{L}$. Cette observation est conforme à l'étude de Stricker *et al.* (2009) qui observe que pour des concentrations inférieures à 5 mgO_2/L dans la liqueur mixte, le biofilm n'est pas en conditions optimales d'oxygène.

Une concentration en oxygène faible dans le biofilm induit une vitesse de nitrification plus faible, et augmente la concentration en ammonium dans le biofilm. Le coefficient f_D régit le $\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ en modifiant les concentrations dans les couches du biofilm. Les paramètres de diffusion doivent être calés sur le $\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ en tenant compte des conditions d'oxygène appliquées au biofilm. Dans le cas présent, le biofilm est probablement sous-aéré avec une concentration moyenne dans ses couches de $1,0 \pm 0,5 \text{ mgO}_2/\text{L}$. Le calage du coefficient f_D et de l'épaisseur de la couche liquide limite (L_L) ne peut s'effectuer de manière indépendante. En perspective, il serait intéressant d'analyser l'influence de ce couple de paramètres sur la diffusion dans le biofilm.

Parallèlement, des simulations ont été réalisées en modifiant les constantes de diffusion dans l'eau de l'oxygène (D_{w,O_2}) et de l'ammonium (D_{w,NH_4}). Ces simulations ont montré peu d'influence sur les paramètres du biofilm dans la gamme de variation étudiée ($\pm 50\%$). En effet, le coefficient f_D a une influence directe sur toutes les concentrations dans le biofilm. Les coefficients D_w , dont les valeurs sont bien connues, modifient spécifiquement

les concentrations qui se diffusent dans la couche liquide limite, leur impact est donc indirect.

IV.3.1.3. Zoom sur les rôles individuels de différents paramètres

L'objectif de la présente partie est d'apporter des informations sur le rôle individuel de différents paramètres tels que : le coefficient de détachement ($k_{\text{détach}}$) sur le NPR_{max} du biofilm ; et le contenu en matière sèche (MS).

Influence du détachement sur la vitesse maximale de nitrification du biofilm

La modification du coefficient de détachement semble avoir une influence limitée sur le NPR_{max} de la liqueur mixte ($\pm 5\%$) conformément aux résultats de l'analyse de sensibilité présentés au paragraphe IV.3.1.1. En effet, le flux de bactéries supplémentaire apporté à la liqueur mixte (par arrachage de biofilm) est dilué dans tout le volume du bassin. Les résultats obtenus sur l'évolution des NPR_{max} en fonction du $k_{\text{détach}}$ ($L_{f,\text{max}}$ fixé à $120 \mu\text{m}$) sont présentés sur la figure 58.

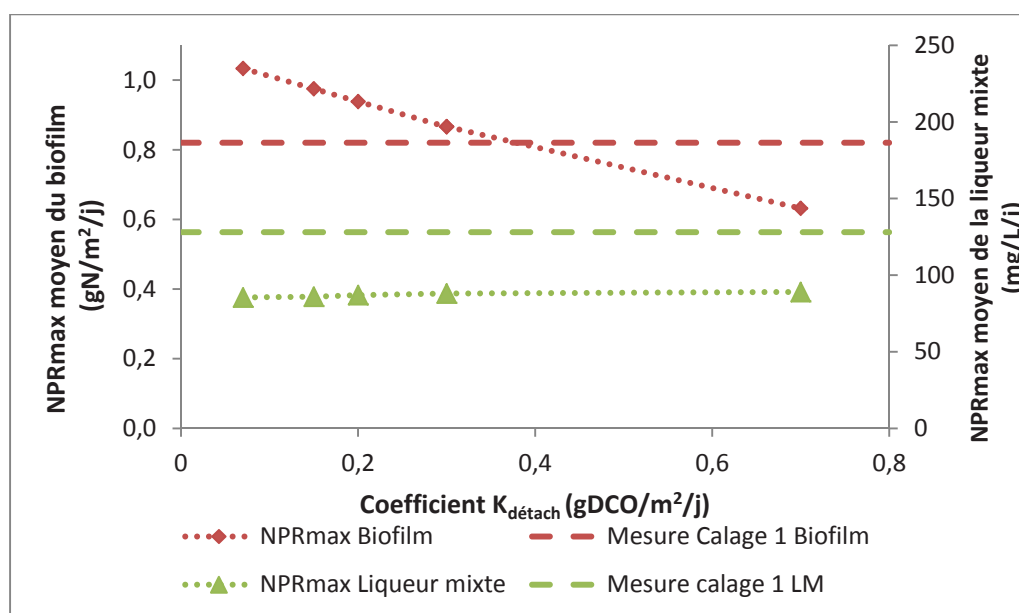


Figure 58 Vitesse maximale de nitrification du biofilm ($\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$) en fonction du coefficient de détachement ($k_{\text{détach}}$)

Le NPR_{max} du biofilm diminue de 1,0 à 0,6 $\text{gN}/\text{m}^2/\text{j}$ (-40%) lors d'une augmentation du coefficient de détachement de 0,15 à 0,70 $\text{kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$ (460%). Cette diminution paraît logique en considérant que l'augmentation du $k_{\text{détach}}$ diminue le temps de séjour de la

biomasse dans le biofilm et qu'un flux plus important de biomasse autotrophe est transféré vers la liqueur mixte.

Dans le cas présent, le $\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ mesuré est en moyenne de $0,82\text{gN/m}^2/\text{j}$ sur la période simulée. Un coefficient de $0,25\text{ kgDCO/m}^2/\text{j}$ permet au modèle de prédire un $\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ et une quantité de biomasse du biofilm proche de la mesure ($\text{RSD}<7\%$).

Ce scénario a montré qu'il est recommandé de fixer un $L_{f,\text{max}}$ afin d'obtenir dans un premier temps un coefficient de détachement calé sur la masse et/ou l'épaisseur de biofilm. Pour affiner le calage de ce coefficient de détachement, il est nécessaire de le caler également sur les vitesses maximales de nitrification du biofilm. Cette approche complète celle de Brockmann *et al.* (2013) pour le calage des flux détachés d'un modèle de biofilm fluidisé.

Le détachement de biomasse n'influence pas la vitesse maximale de nitrification de la liqueur mixte ($\text{NPR}_{\text{max,LM}}$). Le flux de DCO ($S_s + S_i + \text{biomasse autotrophe} + \text{biomasse hétérotrophe}$) amené à la liqueur mixte par détachement est entre 15 à 153 gDCO/j, soit une concentration équivalente dans le réacteur aérobie 2 de 17 à 180 mgDCO/L après une journée de détachement. Cet apport représente 0,6 à 7% de la masse de MVS dans le réacteur.

Contenu en matière sèche du biofilm (MS) et densité du biofilm mouillé

Comme vu lors de l'analyse de sensibilité (cf. IV.3.1.1), le contenu en matière sèche du biofilm (MS) influence fortement les variables simulées : masse de biofilm, épaisseur, concentration en biomasse autotrophe et concentration des formes de l'azote en sortie.

Pour cette étude la densité du biofilm mouillé apparente a été mesurée par pycnométrie, et les résultats sont proches de $1007\pm 10\text{ kg/m}^3$ (contre 1020 kg/m^3 par défaut). Cette densité est considérée constante, ainsi le contenu en matière sèche (MS) est constant avec la variation de l'épaisseur du biofilm (Bjornberg *et al.*, 2009).

Plusieurs simulations ont été réalisées avec un coefficient MS de 5%, 10%, 15% et 20%, et les résultats de matières sèches et d'épaisseur moyenne du biofilm sont présentés à la figure 59.

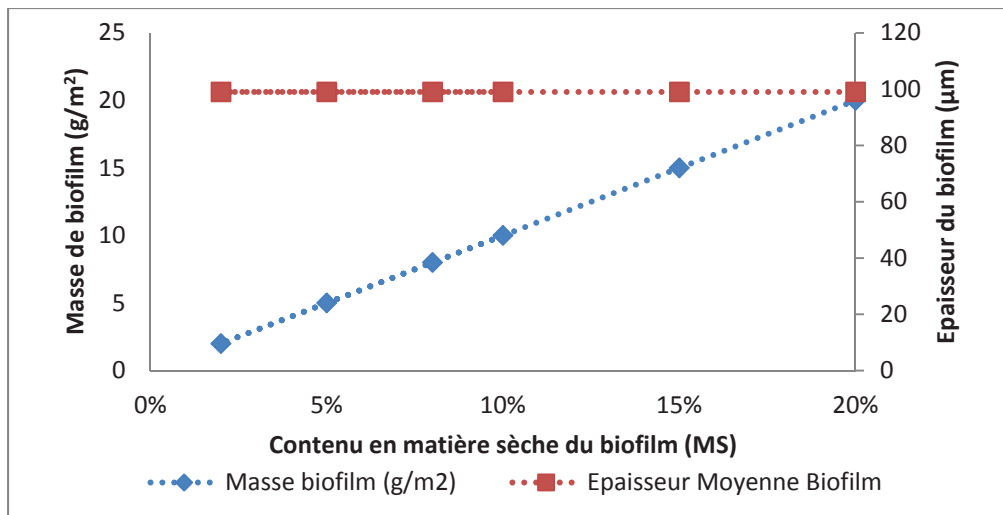


Figure 59 Masse de biofilm et épaisseur moyenne de biofilm en fonction de son contenu en matière sèche

L'augmentation de MS de 5% à 15% augmente la masse surfacique de biofilm de 5 à 15 gMS/m² (+300%) sans modifier l'épaisseur moyenne du biofilm. Ainsi, plus la MS est élevée, plus le biofilm est dense. Pour une masse mesurée de biofilm de 9,6 gMS/m², le contenu en matière sèche du biofilm correspond à 10%. La bibliographie fournit peu d'information sur la variation de ce paramètre. L'étude menée par Bjornberg *et al.* (2009) montre, en MBBR, un paramètre MS proche de 10% pour une densité de biofilm constante.

Le paramètre MS a été mesuré sur le biofilm du pilote IFAS. Cependant les valeurs obtenues sont non répétables et faibles (MS<5%). Lors de la mesure, le biofilm est pesé humide puis sec après 24h passé à l'étuve. Cependant lors du prélèvement, le biofilm est souvent submergé d'eau dans ses parois internes ce qui fausse la mesure de biofilm humide. A défaut de mesure, ce paramètre doit être calé sur la mesure de la masse de biofilm pour un $L_{f,max}$ et un $k_{détach}$ donné.

Constantes de demi-saturation d'utilisation de l'ammonium par la biomasse autotrophe

La sensibilité des constantes de demi-saturation en ammonium des AOB ($k_{n,ai}$) et NOB ($k_{n,aa}$) a été testée. Une première simulation a été réalisée avec leurs valeurs par défaut : 1,0 et 0,7 mgN/L, une seconde en diminuant de 50% leurs valeurs : respectivement 0,50 et 0,35 mgN/L. Ce test a été réalisé sur la série 2 de données où les concentrations en ammonium sont les plus faibles. La simulation de la concentration en ammonium avant et après ce changement est présentée à la figure 60.

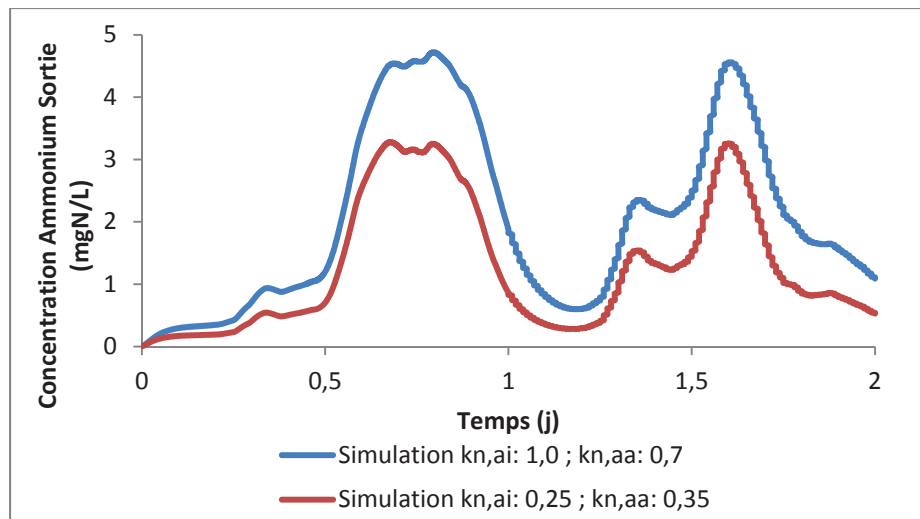


Figure 60 Concentration en ammonium simulée en sortie avec deux kn_{ai} et kn_{aa} différents (-50%)

La concentration en ammonium en sortie diminue en moyenne de 0,8mgN/L (-38%). Ainsi la concentration simulée sur la période est proche de 1,3mgN/L. Les constantes de demi-saturation ajustent la sensibilité de la biomasse au substrat considéré. Au regard des équations du modèle biologique « Two-step Mantis » (annexe VII.1), la sensibilité de ces paramètres varie en fonction de la concentration du composé considéré.

IV.3.2. Variabilité des vitesses maximales de nitrification de la LM et du biofilm au service du calage des paramètres du modèle IFAS

Les vitesses de nitrification maximales du biofilm et de la liqueur mixte ont été mesurées tout au long du travail expérimental, à raison de 1 à 2 par mois (cf. protocole paragraphe II.4.2.). Ces vitesses sont également simulées par le modèle par le biais de la concentration en biomasse autotrophe ($X_{b,ai}$ et $X_{b,aa}$), il est donc possible d'utiliser ces valeurs expérimentales pour caler le processus de nitrification du modèle IFAS.

En outre, ces NPR_{max} sont directement liés à la concentration en biomasse autotrophe (cf. II.4.2., équation 19). La figure 61 présente les NPR_{max} mesurés du biofilm et de la liqueur mixte pendant toute la période expérimentale.

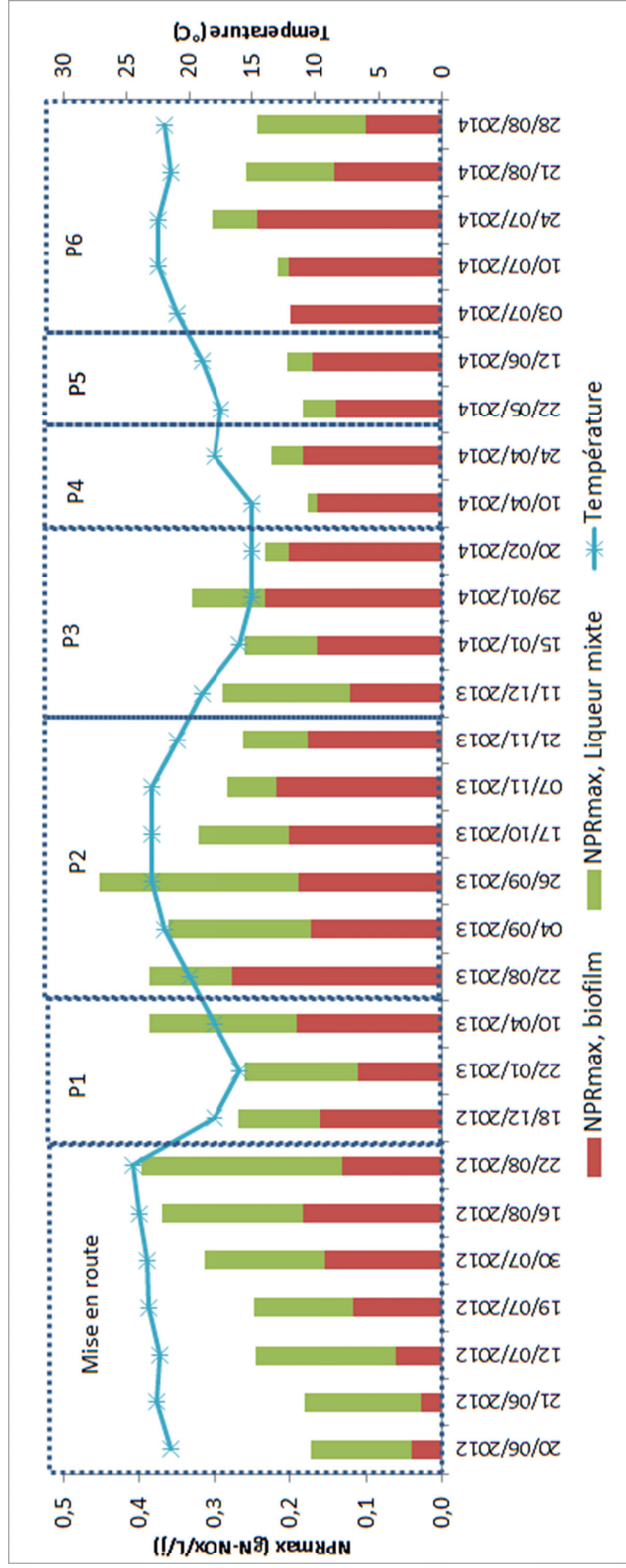


Figure 61 Vitesses maximales de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte (NPRmax) tout au long de l'étude du pilote IFAS.

Les vitesses maximales de nitrification ont varié de manière importante lors des expérimentations, environ 55% par rapport à la moyenne pour LM (0,11 gN/L/j) et 40% pour le biofilm (0,15 gN/L/j), ceci en raison des conditions de fonctionnement appliquées (charges massiques) ou des conditions subies (concentrations de l'eau en entrée, température). Par exemple comme le montre la figure 61, les NPR_{max} varient en fonction de la température. De même, lors de fortes charges appliquées ($\text{MLSRT}_{\text{aérobie}} < 2$ jours, période 4, 5, 6.1), les conditions non adéquates au développement des bactéries autotrophes dans la liqueur mixte favorisent leur développement sur le biofilm. Un NPR_{max} de la liqueur mixte $< 0,04$ gN/L/j est constaté, alors que le NPR_{max} du biofilm reste élevé et stable ($> 0,18$ gN/L/j). L'inverse est observé pendant des périodes favorables à la biomasse autotrophe dans la liqueur mixte (périodes 1, 2 et 6.2). Ainsi, celle-ci se localise ou se délocalise en fonction des conditions qui leur est appliquée, et se développe vraisemblablement dans les conditions qui leur est le plus favorable.

En outre, la répartition des NPR_{max} entre le biofilm et la liqueur mixte varie également. Par exemple à la période 2 celle-ci est d'environ 58% de contribution du NPR_{max} du biofilm au NPR_{max} total, alors qu'il est de 90% aux périodes 4,5 et 6.1. Il est donc nécessaire d'observer l'influence de la répartition des NPR_{max} sur les variables simulées par le modèle, notamment sur la concentration en ammonium des eaux traitées.

Le tableau 40 présente les résultats d'une série de 5 simulations réalisées sur les données de la première campagne de calage. Cette série vise à modifier la répartition des NPR_{max} entre la LM et le biofilm afin d'observer son influence sur les concentrations en ammonium au rejet. Un $\text{NPR}_{\text{max, total}}$ a été fixé dans le réacteur aérobie 2 IFAS à 377 ± 12 mgN/L/j.

Tableau 40 Influence de la répartition des NPR_{max} (LM et biofilm) sur la concentration en ammonium (S_{NH}) au rejet

Simulation			1	2	3	4	5
Vitesse de nitrification maximale	Total	mgN/L/j	374	363	381	374	395
	LM	mgN/L/j	89	117	145	196	244
	Biofilm	gN/m ² /j	1,10	0,96	0,92	0,69	0,59
	Répartition Nit. (LM/Biof)		%/%	24/76	32/68	38/62	52/48
S _{nh} sortie		mgN/L	8,5	6,3	4,1	2,6	1,8

Ces résultats montrent que pour un $\text{NPR}_{\text{max, total}}$ donné dans le réacteur aérobic 2 IFAS, plusieurs concentrations en S_{nh} en sortie sont simulées, et ceci en fonction de la répartition de la biomasse autotrophe entre la liqueur mixte et le biofilm. Il est donc indispensable de caler le modèle IFAS à l'aide de la mesure des NPR_{max} totales (LM+biofilm), et de la répartition entre le biofilm et la liqueur mixte. Cette conclusion est en accord avec le protocole d'Albizuri *et al.* (2009) qui intègre le calage des NPR_{max} du biofilm d'une part et de la liqueur mixte d'autre part.

IV.3.3. Proposition d'une procédure de calage du modèle IFAS

Au regard des nombreux paramètres du modèle et de leur influence respective sur les résultats de simulation, une démarche permettant de caler les paramètres du modèle IFAS a été élaborée. La Figure 62 en donne une schématisation.

Des protocoles de calage appliqués au modèle IFAS existent (Albizuri *et al.*, 2009, Mannina *et al.*, 2011). Le protocole proposé par Albizuri *et al.* (2009) est un schéma itératif basé sur la simulation et le calage de la quantité de biomasse et des concentrations en azote (ammonium et nitrates) d'une part, et des vitesses de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte d'autre part. Ce protocole ne précise pas les paramètres liés à chaque variable.

Le protocole de Mannina *et al.* (2011), apporte des informations supplémentaires sur le calage de leur modèle notamment sur la diffusion des composés solubles au sein du biofilm. Mais celui-ci ne propose pas de méthodologie de calage applicable à l'échelle d'un réacteur hybride.

S'ils apportent une aide précieuse au calage d'un modèle IFAS, ils sont peu détaillés et difficilement applicables tels quels par l'opérateur. Notre étude s'inspire du protocole GMPB en cours de développement par les groupes Biofilm de l'IWA et de la WERF (Brockmann *et al.*, 2013). Cette représentation complète les protocoles de calage existants dans la bibliographie tel que celui publié par Rieger *et al.* (2013) pour les boues activées et ceux de Barry *et al.* (2012), Boltz *et al.* (2011), De Villeneuve (2015) pour les MBBR.

Le protocole détaillé en figure 62 se base sur l'analyse de sensibilité des paramètres du modèle IFAS (Cf. IV.3.1.1) ainsi que sur l'expérience acquise lors des études spécifiques des paramètres du biofilm (Cf. IV.3.1.2). Il comprend quatre blocs : (i) production de biomasse, (ii) traitement du carbone, (iii) nitrification et (iv) dénitrification. A gauche de la figure se situent les variables simulées/mesurées du modèle pour chacun des trois compartiments : liqueur mixte (zone anoxie, aérobie 1 et aérobie 2 IFAS), eaux traitée et biofilm (aérobie 2 IFAS). A droite de la figure sont placés les processus d'influence et leur paramétrage. Certains de ces paramètres sont déterminés par voie directe c'est-à-dire par mesure expérimentale (ex. indice de boue, $k_L a$, α), d'autres sont déterminés par voie indirecte c'est-à-dire par calage (ex. $k_{\text{détach}}$, $\mu_{a,\text{max}}$, $k_{n,a,\dots}$).

Après chaque étape du calage et/ou modification de paramètres, il est nécessaire d'effectuer une nouvelle simulation afin de vérifier que la modification effectuée ne modifie pas l'ajustement de variables précédemment étudiées.

Une seule constante de demi-saturation est utilisée pour le biofilm et la liqueur mixte dans le réacteur aérobie 2 IFAS.

Le transport des composés particuliers intervient à deux niveaux de ce protocole, lors du calage sur la masse de biofilm et sur les vitesses de nitrification maximales. En effet, nous avons vu que ce processus est défini par la masse de biofilm et est ajusté sur la concentration de biomasse autotrophe dans le biofilm.

L'application de ce protocole sur le pilote IFAS est l'objet de la partie suivante (IV.4.).

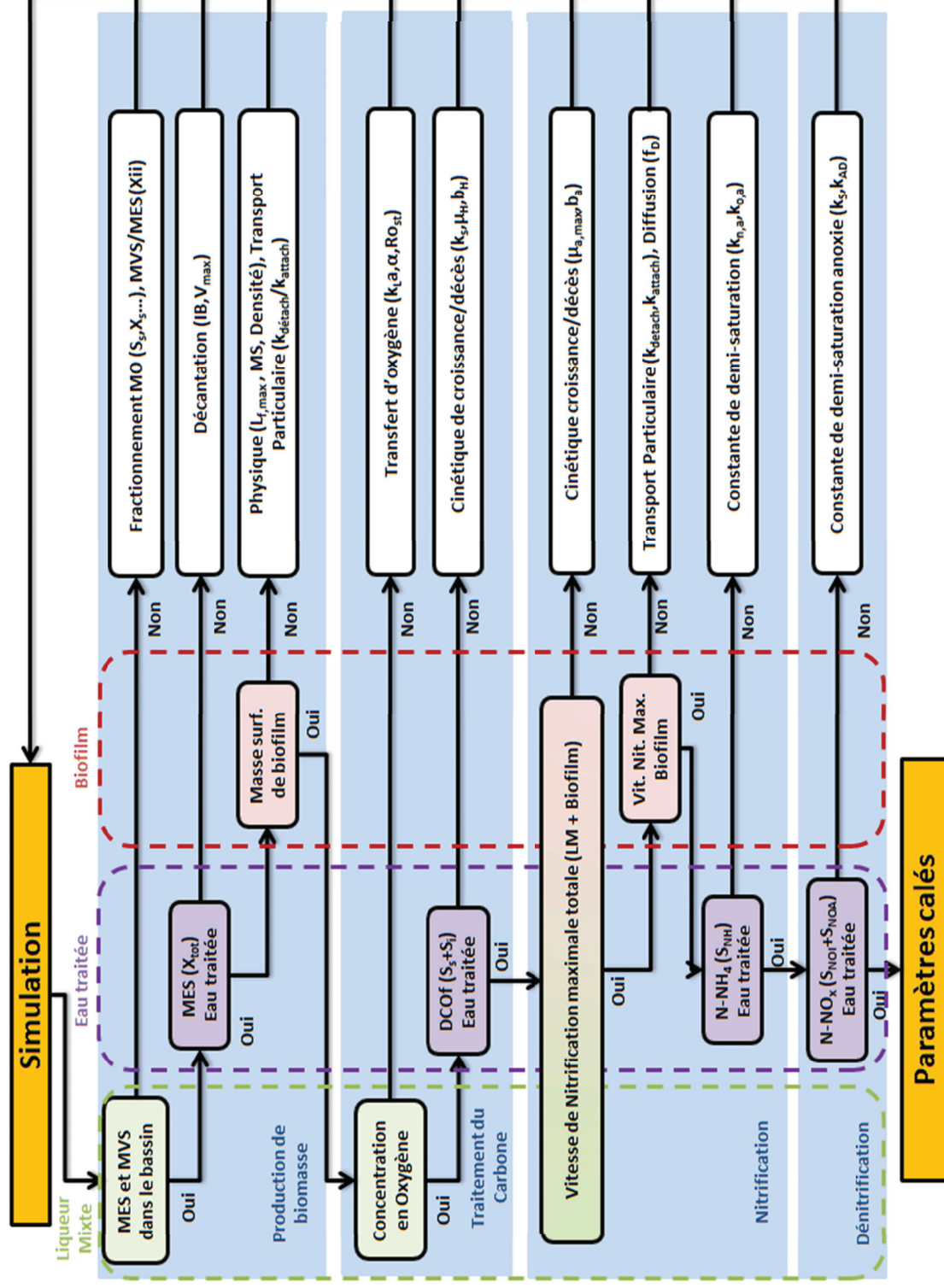


Figure 62 Schématisation du protocole proposé dans ce travail pour le calage des paramètres du modèle IFAS

IV.4. Calage des paramètres du modèle IFAS

Le calage du modèle IFAS a été réalisé à partir de données collectées au cours de trois séries de données dont les conditions sont décrites dans le tableau 41. Les équations du modèle de biofilm et du modèle biocinétique de GPS-X sont rappelées en annexe VII.

Tableau 41 Description des trois séries de données utilisées pour le calage des paramètres du modèle IFAS

Série de données	Période expérimentale	Durée (j)	Charge massique* (kgDBO ₅ /kgMVSLM/j)	Oxygène Moyen (mgO ₂ /L)		Température (°C)
				Ae1	Ae2	
1	Période 2	4	0,30	Continu	3,4±0,6	16°C
2	Période 1	2	0,18	Continu	3,3±0,9	16°C
3	Période 6.1	10	0,35	Séquencé	2,0±0,5	22°C

*Rappel : MES BA = 2,0 – 2,8 mg/L

Les séries de données ont été choisies dans les zones où le pilote fonctionne en régime pseudo-permanent, et pour une large gamme de charges massiques appliquées (0,18 à 0,35 kgDBO₅/kgMVSLM/j) afin de conférer au modèle une bonne qualité de prévision et un large domaine d'application. Chaque campagne de simulation est précédée d'une étape d'initialisation pendant laquelle le modèle simule des données moyennes 24h sur une période correspondant à trois fois le temps de séjour des boues de la liqueur mixte (MLSRT).

Pour chaque campagne de calage, le protocole présenté au chapitre IV.3.3 a été rigoureusement suivi. Les variables d'états sélectionnées pour le calage du modèle IFAS sont les suivantes :

- Masse surfacique de biofilm, $M_{\text{surf,biofilm}}$ (gMS/m²)
- Concentration en MES de la liqueur mixte (gMES/L)
- Concentration en DCO filtrée dans les eaux traitées (fraction $S_s + S_i$, gDCO/L)
- Vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte ($\text{NPR}_{\text{max,LM}}$ mgN/L/j)
- Vitesse de nitrification maximale du biofilm ($\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ gN/m²/j)
- Concentration en oxygène et en substrat dans le biofilm (Diffusion seulement)
- Concentrations en N-NH_4^+ et N-NO_3^- dans les eaux traitées (mgN/L)

IV.4.1. Résultats du calage sur la Série 1 ($C_m = 0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$)

Ce premier calage a été réalisé sur un jeu de données obtenu sur le pilote IFAS à la charge massique moyenne appliquée de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ à 16°C (période expérimentale 2).

L'étape de calage de la production de biomasse et du traitement du carbone est présentée en annexe X. Ces étapes ont permis de déterminer un coefficient de détachement de $0,25 \text{ kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$ pour le biofilm. Ce coefficient de détachement est plus élevé que celui de l'étude de Barry *et al.* (2013) qui considère un $k_{\text{détach}} = 0,01 \text{ kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$. Cette différence provient du $L_{f,\text{max}}$ différent entre les deux études : dans le cas de cette étude $L_{f,\text{max}} = 1,2 \cdot L_{f,\text{moyen mesuré}}$, dans le cas de Barry (2013) $L_{f,\text{max}} = L_{f,\text{moyen mesuré}}$. Le désavantage de cette technique, au regard de l'équation de détachement de GPS-X, est que l'amplitude de variation du biofilm est proche de zéro. Cela revient à considérer un L_f constant.

IV.4.1.1. Calages des paramètres inhérents au traitement de l'azote

La vitesse de nitrification maximale (NPR_{max}) totale mesurée est de $340 \text{ mgN}/\text{L}/\text{j}$ dans le réacteur aérobie 2 IFAS. Le modèle simule un $\text{NPR}_{\text{max,total}}$ de $350 \text{ mgN}/\text{L}/\text{j}$ (RSD de 3%). Comme vu dans le chapitre IV.3.2, il est indispensable de caler les paramètres pour simuler correctement les vitesses de nitrification maximales du biofilm et/ou de la liqueur mixte.

La concentration en bactéries autotrophes dans la liqueur mixte, et donc la vitesse maximale ($\text{NPR}_{\text{max,LM}}$), dépend essentiellement des constantes cinétiques (croissance/mortalité). Les taux de croissance maximum ont été ajustés à $0,8 \text{ j}^{-1}$ et $0,9 \text{ j}^{-1}$ pour les biomasses nitritantes et nitratantes respectivement. Ces valeurs actualisées sont proches des valeurs de ASM1 dans la bibliographie avec une croissance des bactéries autotrophes en une étape (Henze *et al.*, 2000). Afin de caler les taux de mortalité autotrophe (AOB et NOB), une série de simulation a été réalisée avec des b_a différents. L'impact de ce changement sur les $\text{NPR}_{\text{max,biofilm}}$ est présenté à la figure 63.

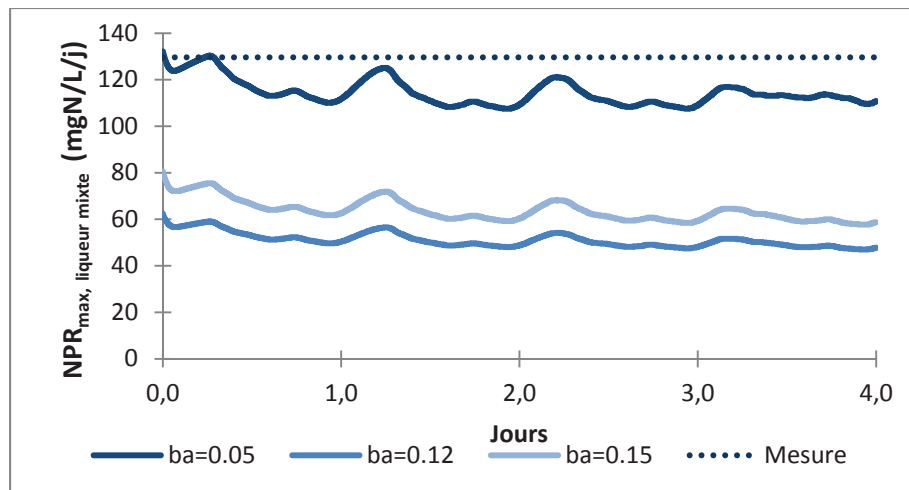


Figure 63 Vitesse de nitrification maximale de la liqeur mixte par le modèle IFAS avec différentes valeurs de coefficient b_a (AOB et NOB) comprises entre 0,05 et 0,15 j^{-1}

Le NPR_{max} de la liqeur mixte simulé varie de 105 à 125 mgN/L/j avec un b_a de 0,05 j^{-1} . La différence relative moyenne (RSD, cf. II.5.3) est de 11% pour une moyenne mesurée de 130 gN/L/j. Une valeur de b_a de 0,05 j^{-1} est retenue pour le calage. Cette valeur entre dans la gamme usuellement observée pour la mortalité autotrophe mais se situe dans la limite basse de cette gamme. En comparaison, le modèle de Boltz *et al.* (2009a) utilise un coefficient b_a de 0,15 j^{-1} pour un taux de croissance maximum de 1,0 j^{-1} . Notre modèle considère des coefficients cinétiques favorables au développement des bactéries autotrophes.

La concentration de biomasse autotrophe obtenue dans les 5 couches du biofilm est présentée en annexe X. La concentration moyenne obtenue est de 93 mgDCO/L ($X_{b,ai}$) et l'écart moyen par rapport à la mesure est de 13%. Cette concentration optimale a été obtenue en utilisant les coefficients de diffusion par défaut intégrés dans le modèle.

Lors de cette étape, les taux de croissance maximaux autotrophes ont été ajustés en accord avec la bibliographie : 0,8 j^{-1} (AOB : $\mu_{ai,max}$) et 0,9 j^{-1} (NOB : $\mu_{aa,max}$). Les coefficients de mortalité (b_a) ont également été modifiés de 0,04 (initial GPS-X) à 0,05 j^{-1} pour les AOB et les NOB.

IV.4.1.2. Simulation des concentrations en azote des eaux traitées

La figure 64 présente les valeurs simulées et mesurées pour les concentrations en ammonium, en nitrates et en nitrites dans les eaux traitées sur une période de 4 jours.

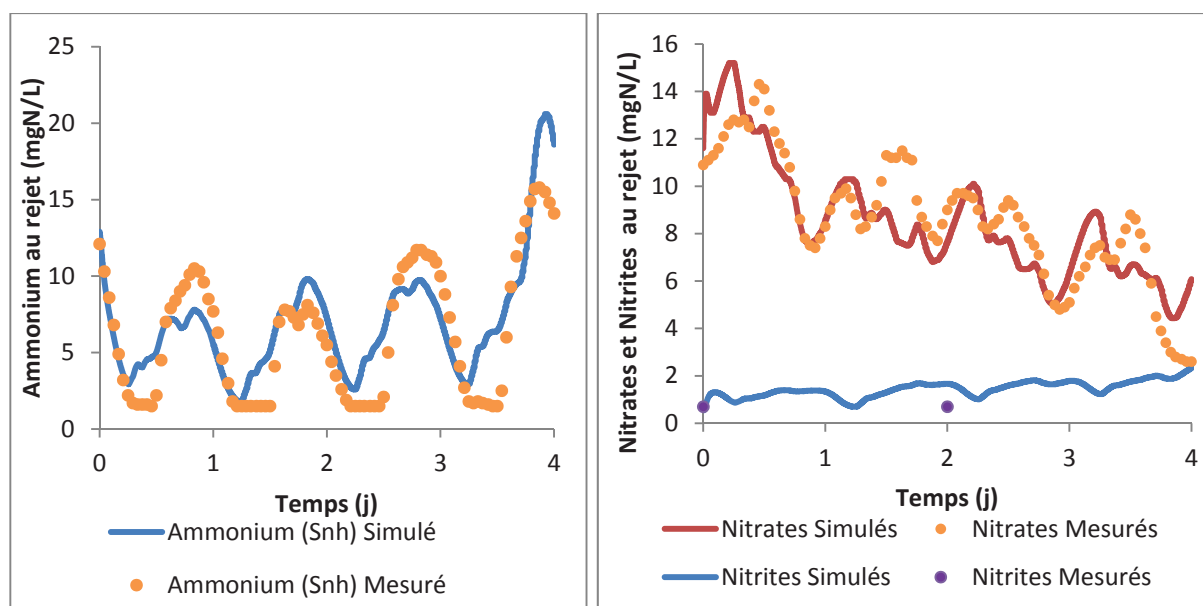


Figure 64 Concentrations en ammonium (Snh) et en nitrates (Snoa) au rejet simulées et mesurées (série 1)

La différence relative observée sur les concentrations en ammonium est de 15%, le modèle simule une concentration journalière de 7,2 mgN/L pour 6,2 mgN/L mesurée. Une différence plus élevée est constatée en fin de période lors d'un pic de charge en ammonium (à $t = 3,8 - 4,0$ j).

Le jeu de paramètres issu du calage des étapes précédentes (Cf. V.4.1.1) permet donc d'obtenir de prédire la concentration en ammonium au rejet. Nous notons cependant des différences sur la simulation dynamique de cette concentration à faible charge (nuit). Cette différence peut provenir d'un biais dans les prédictions des flux recirculés dans le bassin biologique.

Les différences relatives sont respectivement de 0,7 mgN-NO₂⁻/L pour les nitrites (S_{noi}) et de 0,1mgN-NO₃⁻/L pour les nitrates (S_{noa}). La concentration en nitrites simulée est élevée (1,4 mgN/L), les mesures réalisées durant toute la période expérimentale confirment cette valeur. La concentration de nitrates dans les eaux traitées dépend du processus de nitrification, l'azote oxydé formé, et du processus de dénitrification. Les paramètres par défaut dans GPS-X (coefficient de demi-saturation) ont permis de simuler ces concentrations avec une différence relative (RSD) faible.

Pour mieux comprendre les résultats obtenus sur les nitrites, il est nécessaire de s'intéresser aux concentrations en oxygène de la liqueur mixte et du biofilm (figure 65).

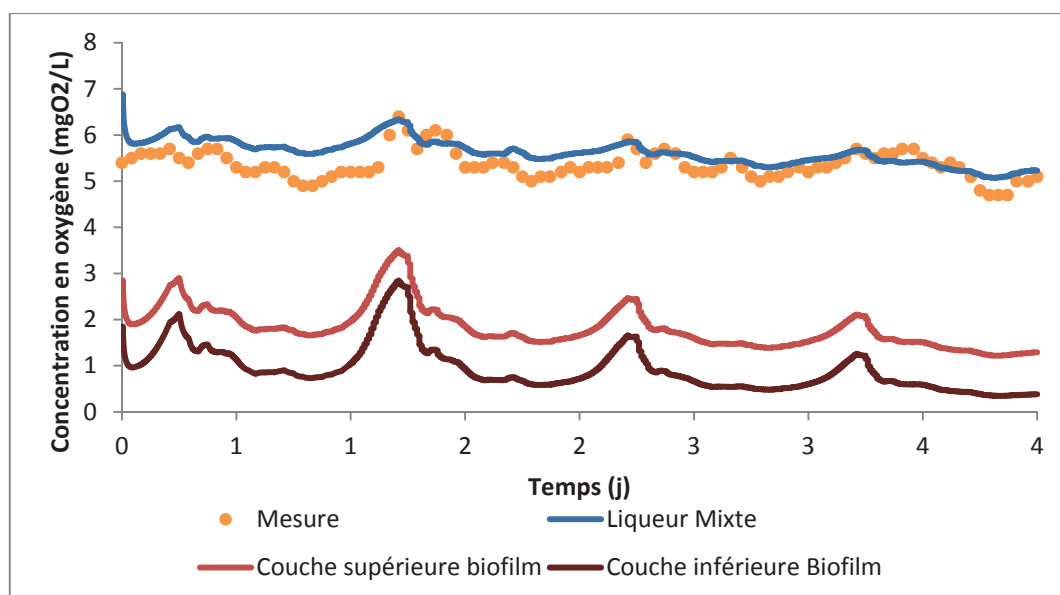


Figure 65 Concentration en oxygène simulée dans la liqueur mixte et dans le biofilm (par couche) pour la série 1 de calage

La concentration simulée dans la liqueur mixte en aérobie 2 IFAS est en moyenne de $5,6 \pm 0,3$ mgO₂/L pour $5,4 \pm 0,3$ mgO₂/L mesurée. La concentration moyenne en oxygène dans les couches du biofilm est de $1,3 \pm 0,5$ mgO₂/L. Ceci est faible, le processus de diffusion limite l'apport d'oxygène dans les couches du biofilm. Le coefficient de réduction de la diffusion (f_D) a été fixé à 0,5 avec une épaisseur de couche liquide limite (L_L) de 150 μ m. Ces coefficients maximisent les concentrations en oxygène dans le biofilm tout en gardant un coefficient f_D dans la gamme observée dans la bibliographie (Stewart, 1998).

Au regard des concentrations en oxygène dans le biofilm, la biomasse autotrophe souffre d'un manque d'oxygène dans ces couches. Le processus de nitrification est donc largement pénalisé et incomplet, favorisant la production de nitrites. Une dénitrification peut également avoir lieu dans ces conditions, comme l'ont déjà démontrés des études précédentes (Stricker *et al.*, 2009).

IV.4.1.3. Synthèse et jeu de paramètres calé sur la série 1

Le jeu de paramètres obtenu grâce à la démarche de calage proposée donne au modèle la capacité de simuler la série 1 de données. Les différences relatives entre valeurs prédites et valeurs mesurées sont inférieures à 20% sur toutes les variables choisies. Le tableau 42 présente le jeu de paramètres calé sur la première série de donnée.

Au total les valeurs de 6 paramètres ont été modifiées par rapport aux valeurs par défaut incluses dans GPS-X : b_a , $\mu_{aa,max}$ (AOB), $\mu_{ai,max}$ (NOB), $L_{f,max}$, $k_{détach}$ et $D_{w,snh}$. Le coefficient de diffusion de l'ammonium a été diminué de 50% de sa valeur initiale afin de limiter l'accumulation de cette espèce dans le biofilm. Les coefficients cinétiques ont été changés de manière à favoriser la croissance des bactéries autotrophes. Ces valeurs correspondent aux valeurs trouvées dans la bibliographie, et permettent de simuler des vitesses de nitrification maximales du biofilm concordants aux mesures. En contrepartie, le taux de mortalité autotrophe paraît faible par rapport aux valeurs rapportées dans la bibliographie pour les boues activées (Henze *et al.*, 2000 ; Choubert *et al.*, 2009).

Cinq paramètres avaient préalablement été modifiés (soit par mesure directe, soit par une estimation par calcul) : L_L , Densité du biofilm mouillé, $\alpha_{aérobie\ 2\ ifas}$, $RO_{st\ aérobie\ 1}$, $RO_{st\ aérobie\ 2}$.

Les mesures du transfert d'oxygène dans chaque zone aérobie ont permis de fixer les rendements d'oxygénation, 12% pour le réacteur aérobie 1 et 6,5% pour le réacteur aérobie 2 ; et le $\alpha_{aérobie\ 2\ ifas}$, 0,6.

La densité du biofilm a été diminuée de 1020 à 1007kg/m³, cette dernière valeur approche davantage les valeurs mesurées par pycnométrie durant la période de simulation.

L'épaisseur de la couche de transfert liquide limite a été calculée en adaptant la méthode décrite par Boltz et al. (2011). Cette méthode estime L_L à 150 μm ce qui correspond à la gamme haute des valeurs observées dans la bibliographie (Barry, 2013 ; Boltz *et al.*, 2011 ; Nogueira *et al.*, 2015). Cette épaisseur est associée à un coefficient f_D de 0,5.

Tableau 42 Jeu de paramètres retenu suite au calage sur la série 1

Série 1	Unité	Défaut GPS-X	Bibliographie	Valeur Retenue
Paramètres modifiés par calage				
$\mu_{ai,max}$	j^{-1}	0,26	0,5 – 1,0*	0,80
$\mu_{aa,max}$	j^{-1}	0,30	0,5 – 1,0*	0,90
b_{aa} et b_{ai}	j^{-1}	0,04	0,04 – 0,17*	0,05
$k_{détach}$	$kgDCO/m^2/j$	0,07	0,01**	0,25
$L_{f,max}$	Mm	0,5	-	0,12
$D_{w,SnH}$	cm^2/s	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$1,3 - 2,3 \cdot 10^{-5*}$	$1,3 \cdot 10^{-5}$
Paramètres mesurés (m) ou calculés (c)				
$L_L^{(c)}$	mm	0,05	0,05 – 0,2**	0,14
Densité mouillée ^(m)	kg/m^3	1020	-	1007
$\alpha_{aérobie\ 2\ ifas}^{(m)}$	-	0,6	0,6**	0,7
$RO_{st\ aérobie\ 1}^{(m)}$	%	30	-	12
$RO_{st\ aérobie\ 2}^{(m)}$	%	30	6 – 8*	6,5
Paramètres étudiés mais non modifiés				
$k_{n,ai}$	mgN/L	1,0	0,1 – 2,0*	1,0
$k_{n,aa}$	mgN/L	0,69	0,1 – 2,0*	0,69
$k_{o,ai}$	mgO_2/L	0,3	0,2 – 3,0*	0,3
$k_{o,aa}$	mgO_2/L	0,72	0,2 – 3,0*	0,72
$\mu_{h,max}$	j^{-1}	6,0	6,0***	6,0
b_h	j^{-1}	0,62	0,62***	0,62
$k_{s,h}$	$mgDCO/L$	20	20 – 60*	20
k_{attach}	$m^3/m^2/j$	0,5	0,5**	0,5
$D_{w,o2}$	cm^2/s	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{-5} - 2,3 \cdot 10^{-5*}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
f_D	-	0,5	0,45 – 0,70	0,5
MS	-	0,1	-	0,1
$\alpha_{aérobie\ 1}$	-	0,6	0,5 – 0,7	0,6

*modèle IFAS (Boltz et al., 2009a, Sen et Randall, 2008a, Rosso et al., 2011) **modèle MBBR (Barry, 2013)

***modèle boue activée (Henze et al., 2000) ; (m) mesurée ; (c) : calculé

IV.4.2. Consolidation du jeu de paramètres sur les séries 2 et 3

IV.4.2.1. Consolidation sur la série 2 ($C_m = 0,18 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$)

Une consolidation du jeu de paramètres a été réalisée sur une seconde série de données obtenues sur le pilote IFAS du 5 au 7 février 2013, à la charge massique moyenne appliquée de $0,18 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$ (45% inférieure à la première période de calage) et à 16°C .

Le tableau 43 présente les résultats de simulation avec le jeu de paramètres calé de la série 1 de calage. La concentration en MES simulée dans la liqueur mixte diffère en moyenne de 1% des valeurs mesurées. L'amplitude des variations est également bien respectée. La masse surfacique de biofilm moyenne simulée est de $5,9 \pm 0,1 \text{ gMS/m}^2$ ce qui est proche de la mesure obtenue de $6,3 \pm 0,1 \text{ gMS/m}^2$ pendant la période de simulation. L'épaisseur maximale de biofilm ($L_{f,\max}$) est à modifier durant cette période de simulation. En effet, l'épaisseur mesurée est différente de la première période de calage et ce paramètre doit être supérieur de 20% à l'épaisseur mesurée. Le $L_{f,\max}$ correspondant pour cette période est de $80 \mu\text{m}$.

Tableau 43 Résultats simulés comparés aux valeurs mesurées (série 2)

Série 2	Unité	Mesure	Simulation	RSD	SD
MES LM	gMES/L	$2,1 \pm 0,1$	$2,2 \pm 0,07$	+5%	+0,1
$M_{\text{surf,biofilm}}$	gMS/m^2	$6,3 \pm 0$	$6,0 \pm 0,03$	-5%	-0,3
Ammonium Sortie	mgN/L	$1,0 \pm 0,35$	$1,3 \pm 1,0$	-	+0,3
Nitrates Sortie	mgN/L	$11,0 \pm 2,4$	$10,7 \pm 2,3$	-3%	-0,3
Nitrites Sortie	mgN/L	$0,5 \pm 0$	$0,3 \pm 0,2$	-	-0,2
DCO filtrée ($S_s + S_i$) sortie	mgDCO/L	<30	$23 \pm 4,3$	-	-
Oxygène Aé2 IFAS	mgO_2/L	$4,1 \pm 1,4$	$5,9 \pm 0,8$	-	+1,8

La différence relative (RSD) entre les prédictions du modèle et les mesures de la quantité de biomasse est inférieure ou égale à 5%.

Le modèle surestime la concentration en oxygène en aérobie 2 IFAS de $+1,8 \text{ mgO}_2/\text{L}$, ce qui est élevé mais acceptable compte tenu de la gamme de concentration dans laquelle le procédé est simulé ($<4 \text{ mgO}_2/\text{L}$).

Le tableau 44 présente les vitesses de nitrification maximales ($\text{NPR}_{\max}$) simulées et mesurées dans la liqueur mixte, le biofilm et au total dans le réacteur aérobie 2 IFAS. La

vitesse simulée de 117 mgN/L/j dans la liqueur mixte est très proche de la valeur moyenne mesurée et celle-ci valide les paramètres cinétiques retenus dans un premier temps.

Les NPR_{max} simulés sont supérieures en moyenne de 17% sur la série. La répartition de la nitrification entre liqueur mixte et biofilm est correctement simulée avec par exemple 54% de contribution de la liqueur mixte au flux nitrifié contre 53% mesurés. Le transfert de matière est correctement décrit par le modèle entre les deux phases avec les paramètres calés précédemment. Le modèle est capable de simuler des vitesses de nitrification maximales pour des charges massiques entre 0,18 à 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 16°C.

Tableau 44 Vitesses maximales simulées et mesurées, et répartition entre LM et BF, pour la série 2

		Mesure	Série 2	SD	RSD
$NPR_{max,total}$	mgN/L/j	220 ±10	250 ±10	+30	+16%
$NPR_{max,LM}$	mgN/L/j	102 ±10	117 ±5	+15	+18%
$NPR_{max,biofilm}$	gN/m ² /j	0,39 ±0,0x	0,45 ±0,01	+0,06	+15%
Répartition LM/Biof	%	53/47	54/46	-	-

La simulation de la concentration en azote des eaux traitées (S_{nh} , S_{noi} et S_{noa}) est présentée sur la figure 66. Les mesures en ammonium sur cette période sont des moyennes 24h, la simulation a ainsi été moyennée sur chaque journée.

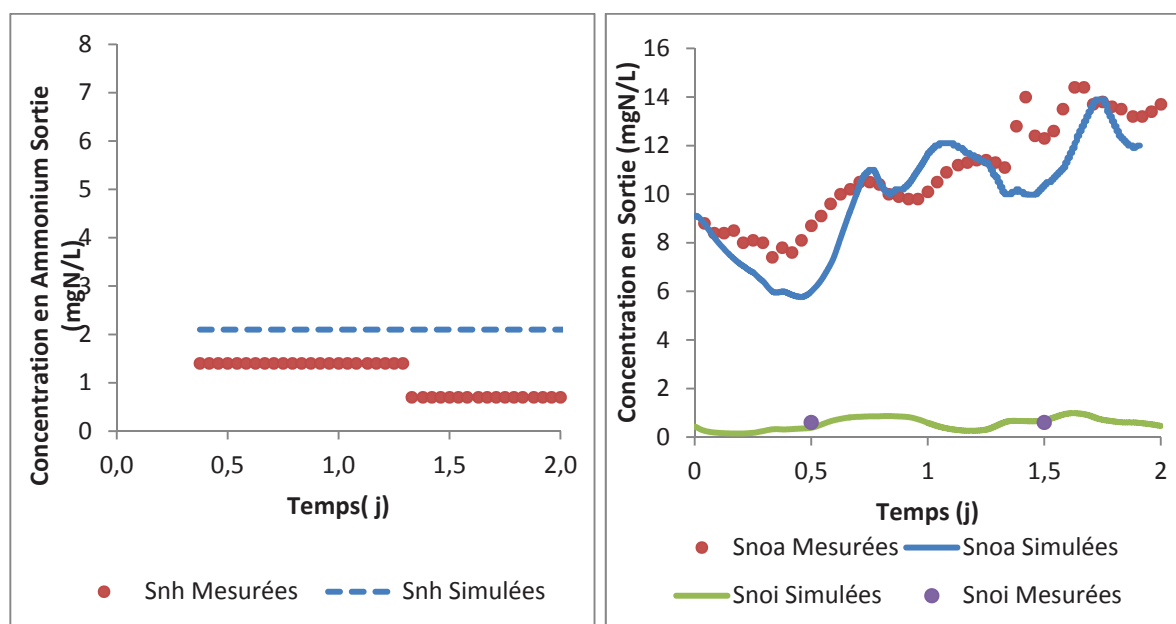


Figure 66 Concentrations simulées et mesurées en ammonium et nitrates sur une durée de 2 jours (série 2) dans les eaux traitées

Le modèle simule une concentration en ammonium en sortie supérieure de 1,1 mgN/L en moyenne sur la période et une différence de -1 mg N-NO₃/L est constatée sur les nitrates. Le modèle nitrifie moins de S_{nh} dans les réacteurs que la mesure.

Les coefficients de demi-saturation de l'ammonium sont fixés à 1,0 mgN/L et 0,69 mgN/L pour les AOB et les NOB respectivement. A la différence de la série 1 (calage), les concentrations en S_{nh} mesurées en sortie de pilote en substrat sont très faibles. Les coefficients de demi-saturation sont très sensibles dans cette gamme de concentration et peuvent donc être modifiés plus précisément que sur la série 1. Les coefficients k_{nai} et k_{naa} ont été diminués chacun de 50% : 0,50 mgN/L pour les AOB et 0,34 mgN/L pour les NOB. Les valeurs comparatives de la bibliographie varient de 0,1 à 1,7 mgN/L pour des modèles IFAS/MBBR en nitrification (Mannina *et al.*, 2007, Boltz *et al.*, 2011, Sen et Randall, 2008b). Les valeurs choisies sont donc acceptables.

Les résultats de simulation sur la série 2 montrent que le jeu de paramètres préalablement obtenu (Cf. V.4.1.3.) est valide pour une charge massique appliquée plus faible. Néanmoins, une modification des coefficients de demi-saturation (AOB : k_{nai} et NOB : k_{naa}) a été réalisée car les conditions de fonctionnement de la série 1 ne le nécessitait pas.

IV.4.2.2. Consolidation sur la série 3 (condition limitante en oxygène pour la nitrification ;

$$C_m = 0,35 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j})$$

Une seconde consolidation du jeu de paramètres a été réalisée sur une troisième série de données obtenue sur le pilote IFAS du 14 au 30 juillet 2014, à la charge massique moyenne appliquée de 0,35 kgDBO₅/kgMVSLM/j, similaire à la première campagne, l'apport en oxygène est séquencé en aérobie 1 à 17 hO₂/j. La température est proche de 22°C (pour 16°C précédemment).

Les coefficients Θ de la loi d'Arrhenius pour le changement de température, équation 4, sont entre 1,070 à 1,11 conformément au paramétrage par défaut de GPS-X (Hydromantis, 2008).

Le tableau 45 synthétise les résultats de simulation obtenus sur la série 3 et utilisant le jeu de paramètres calé (Cf. V.4.1.3).

Tableau 45 Récapitulatif des résultats simulés obtenus sur la série 3

Série 3	Unité	Mesure	Simulation	RSD	SD
MES LM	gMES/L	2,8 ±0,05	2,7 ±0,03	-4%	-0,1
$M_{\text{surf,biofilm}}$	gMS/m ²	10 ±0,0	10 ±0,17	0%	0
Ammonium Sortie	mgN/L	9,9 ±6,3	11,7 ±4,4	+18%	+1,8
Nitrates Sortie	mgN/L	2,6 ±2,2	3,6 ±2,5	-	+1
Nitrites Sortie	mgN/L	0,6	0,8 ±0,4	-	+0,2
DCO filtrée (S _s +S _i) sortie	mgDCO/L	25 ±3	18 ±5	-	-7
Oxygène Ae2 IFAS	mgO ₂ /L	1,7±1,9	2,5±0,9	+47%	+0,8

Le jeu de paramètres calé simule la quantité de biomasse de la liqueur mixte et du biofilm avec un RSD moyen <5%, ce qui est bon.

Les concentrations en MES mesurées et simulées dans la liqueur mixte sur la période de calage sont présentées sur la figure 67.

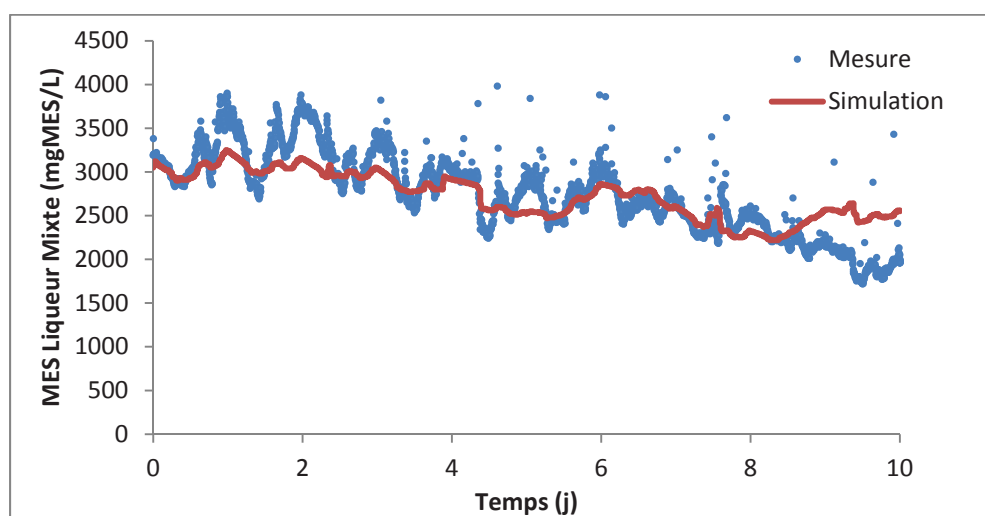


Figure 67 Concentrations en MES de la liqueur mixte mesurées et simulées sur une période de 10 jours (série 3)

Les concentrations en MES simulées et mesurées en moyenne sur la période sont de 2,8±0,3 mgMES/L et 2,7±0,4 mgMES/L respectivement. Le modèle simule correctement la concentration dans la liqueur mixte. La masse surfacique de biofilm simulée est de 10 gMS/m² correspondant à la mesure (10 gMS/m²) sur la série 3.

La simulation de la concentration en oxygène en aérobie 2 IFAS, présentée dans le tableau 45, pose quelques difficultés et est détaillée ci-après.

Les NPR_{max} simulés et mesurés sur la série 3 sont présentés sur le tableau 46. La vitesse maximale totale dans le réacteur aérobique 2 IFAS est prédit par le modèle avec 4 mgN/L/j de différence par rapport à la moyenne mesurée.

Tableau 46 Vitesse maximale simulée et mesurée, et répartition entre LM et BF, pour la série 3

		Mesure	Série 3	SD	RSD
$\text{NPR}_{\text{max, total}}$	mgN/L/j	326 ± 15	322 ± 3	-4	-1%
$\text{NPR}_{\text{max, LM}}$	mgN/L/j	42 ± 0	106 ± 11	+64	+150%
$\text{NPR}_{\text{max, biofilm}}$	$\text{gN/m}^2/\text{j}$	$1,02 \pm 0,15$	$0,84 \pm 0,04$	-0,18	-17%
Répartition LM/Biof	%	13/87	31/69	-	-

Si le NPR_{max} total est correctement simulé : 322 mgN/L/j pour 326 mgN/L/j mesurés, le modèle simule un NPR_{max} de la liqueur mixte supérieur en moyenne de 150% par rapport à la mesure. Ainsi, environ 31% du flux total est nitrifié dans la liqueur mixte pour 13% seulement mesuré. Le modèle surestime la concentration en biomasse autotrophe de la liqueur mixte. Ce résultat provient vraisemblablement d'une différence importante pour la concentration simulée en oxygène dissous dans la phase liquide, avec $2,5 \pm 0,9 \text{ mgO}_2/\text{L}$ au lieu de $1,7 \pm 1,9 \text{ mgO}_2/\text{L}$ mesuré, soit un RSD de 47% (figure 68). Les variations observées de la mesure de la sonde d'oxygène sont importantes sur cette période. Les simulations dans le réacteur aérobique 1 sont présentées en annexe X.

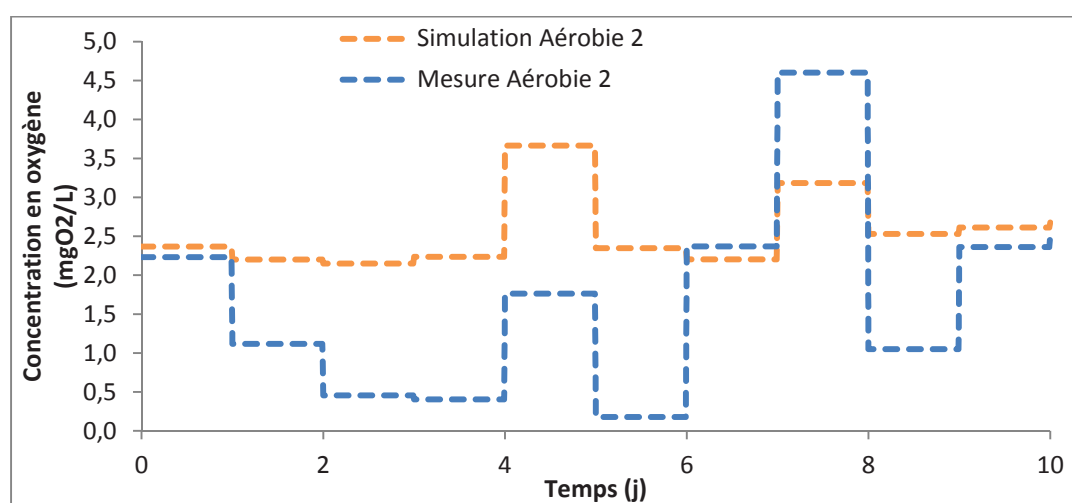


Figure 68 Concentration en oxygène simulée et mesurée en zone aérobique 2 IFAS

Les concentrations en azote simulées dans les eaux traitées (S_{nh} , S_{noi} et S_{noa}) sont comparées aux valeurs expérimentales (moyennes /12h) sur la figure 69. Le modèle est capable de simuler l'évolution des concentrations en ammonium avec un écart moyen de 20% par rapport aux moyennes mesurées chaque demi-journée.

Pour les nitrates, le modèle possède un fort degré de précision de simulation avec 1 mgN/L de différence moyenne par rapport à la mesure.

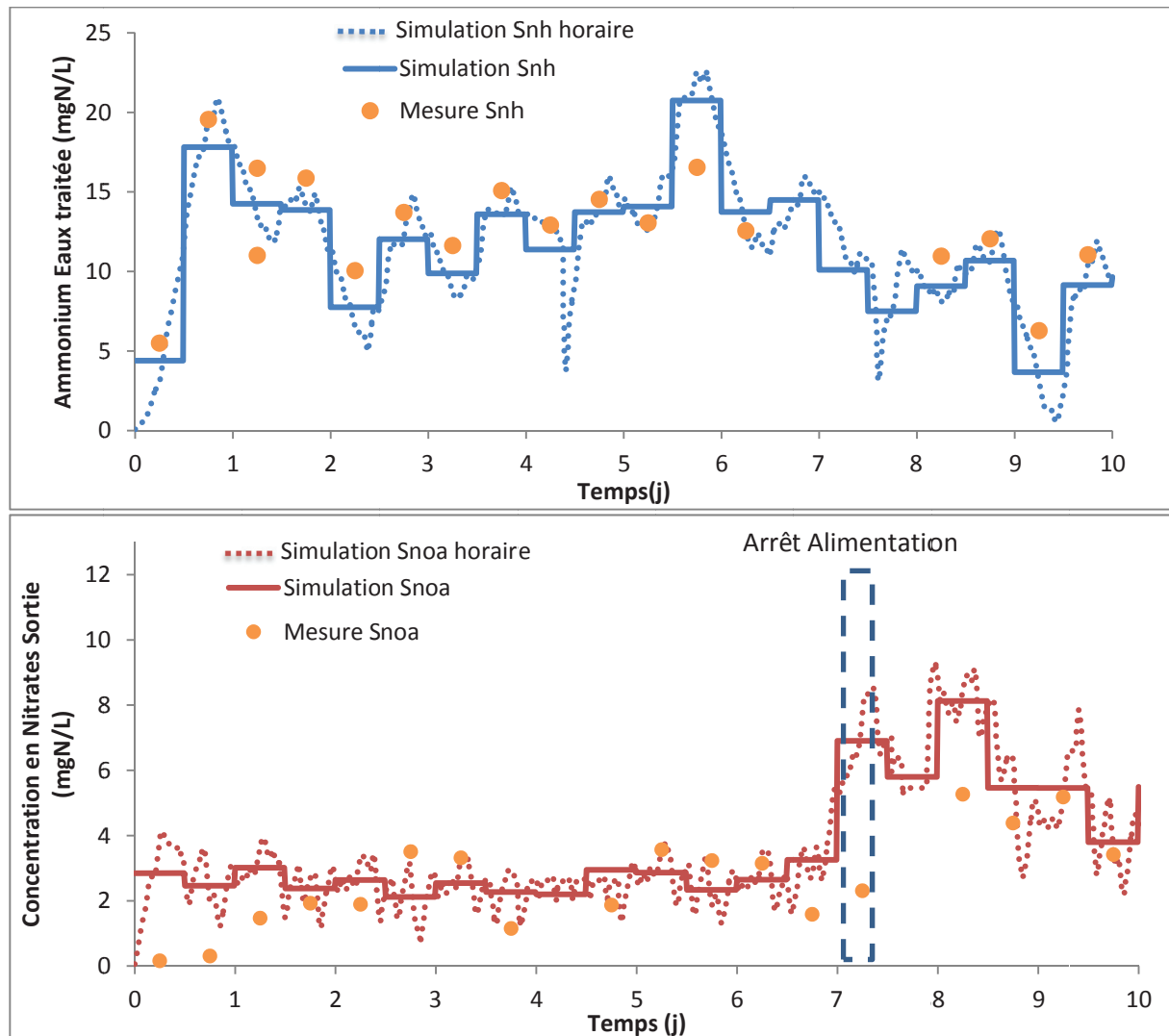


Figure 69 Concentrations en nitrates (S_{noa}) et en ammonium (S_{nh}) mesurées et simulées en sortie de pilote IFAS (série 3)

La concentration moyenne journalière mesurée en nitrites est de $0,6 \pm 0,1$ mgN/L. La concentration simulée par le modèle est proche de 1,8 mgN/L. Cette concentration est élevée, d'autant plus que la concentration en oxygène moyenne simulée dans le biofilm est proche de $0,8$ mgO₂/L ce qui est faible et favorise une nitrification incomplète. Le modèle

intègre des coefficients de demi-saturation $k_{o,ai}$ et $k_{o,aa}$ de 0,3 mgN/L pour les bactéries AOB et 0,7 mgN/L pour les bactéries NOB respectivement. Ce dernier coefficient est plus élevé et ne favorise pas la transformation des nitrates en nitrites. Les coefficients rencontrés dans la bibliographie varient entre 0,2 et 3,0 mgO₂/L, et on intègre souvent un coefficient unique pour les bactéries AOB et les bactéries NOB (Sen et Randall, 2008b ; Mannina et al., 2007 ; Boltz et al., 2009b). Des simulations avec un coefficient de 0,3 mgO₂/L, similaire aux bactéries AOB, permettent de diminuer la concentration simulée de nitrites en sortie de 1,8 à 0,8 mgN/L.

Un arrêt des débits (alimentation et recirculation) de quelques heures est survenu au jour 7. Lors du redémarrage de l'installation, le modèle atteint directement un régime hydraulique stable et simule des concentrations élevées en nitrates dans les eaux traitées (formés pendant la période d'arrêt). Cependant dans la réalité, un régime hydraulique stable met quelques heures à se mettre en place. C'est pourquoi le modèle surestime la concentration en nitrates : 7,3 mgN/L au lieu de 2,4 mgN/L mesurés en moyenne.

Cette troisième campagne de calage a permis d'ajuster les constantes de demi-saturation de l'oxygène pour la biomasse nitratantes (NOB) afin de mieux simuler l'étape de nitratisation. Le modèle est capable de simuler correctement la quantité de biomasse totale du réacteur aérobic 2 IFAS et correspondant à un rejet conforme aux mesures réalisées. Cependant la répartition de la nitrification entre biofilm et liqueur mixte n'est pas optimale à cause d'un biais sur la simulation de l'oxygène dans la liqueur mixte (figure 68).

IV.4.3. Simulation sur le long terme (300 jours)

Le calage du modèle a été réalisé sur des séries de données court terme (2 à 10 jours) ceci afin de maximiser la précision des données expérimentales. Cependant, afin de renforcer ce calage, une simulation à long terme d'une durée de 300 jours a été réalisée. Cette simulation a été faite en intégrant les données des périodes 3, 4, 5 et 6.1 (débit, extraction ...) et correspond à la période du 1^{er} octobre 2013 au 25 août 2014.

La figure 70 présente les concentrations en MES de la liqueur mixte et la masse surfacique de biofilm simulés sur la période de 300 jours.

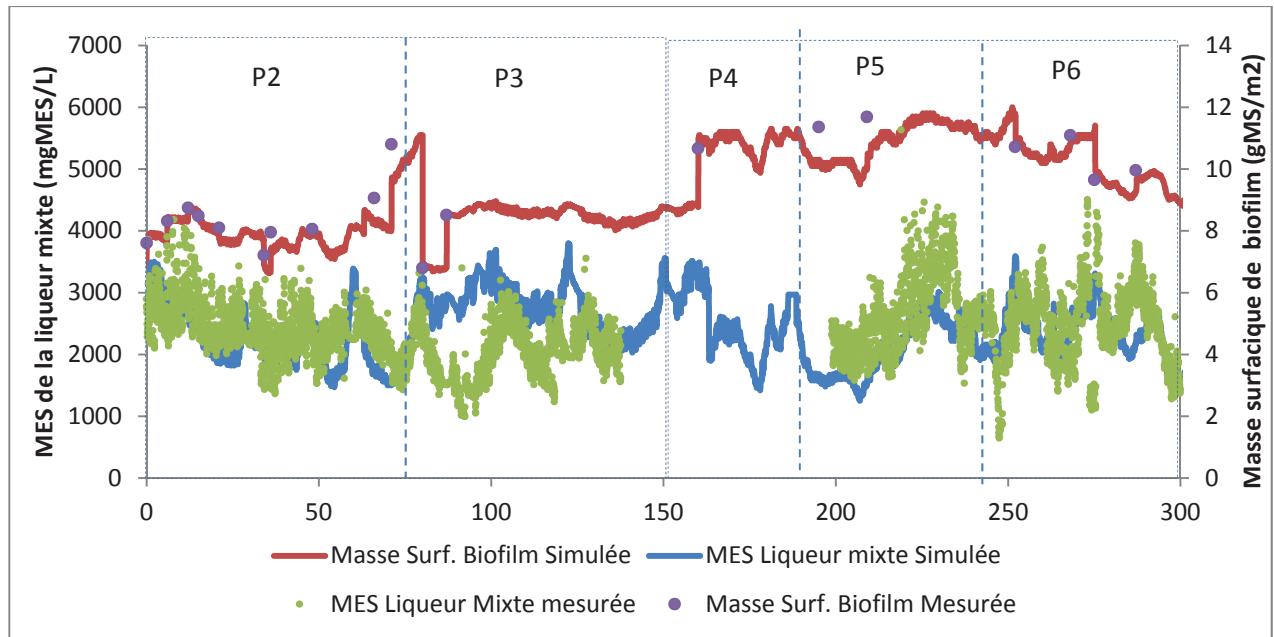


Figure 70 Simulation sur le long terme (300 jours) de la concentration en MES de la liqueur mixte et de la masse spécifique de biofilm dans le réacteur aérobie 2 avec le jeu de paramètres calés

Le modèle est capable de reproduire les variations sur l'année de la concentration en MES de la liqueur mixte (RSD de 30%) et de la $M_{\text{surf,biofilm}}$ (RSD de 5%). Ce RSD élevé pour la liqueur mixte provient des incertitudes liées aux masses de boues extraites sur cette long période. Parallèlement, le paramètre $L_{f,\text{max}}$ a été modifié pour chaque valeur de L_f mesurée.

La figure 71 présente les NPR_{max} du biofilm (a) et de la liqueur mixte (b) simulés et mesurés (13 valeurs) pendant cette période.

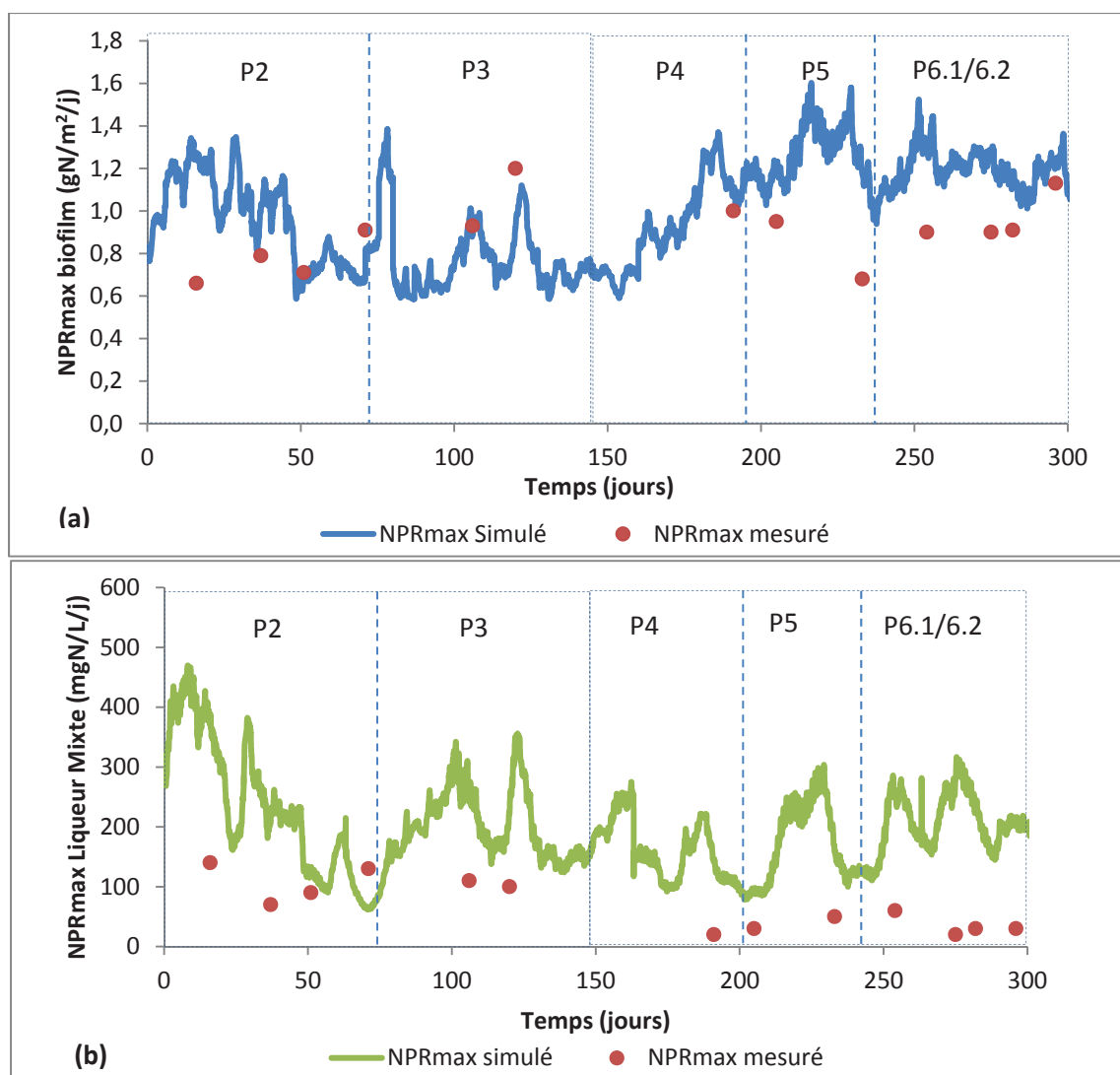


Figure 71 Simulation long terme (300 jours) des NPR_{max} du biofilm (a) et de la liqueur mixte (b) avec le jeu de paramètres calés

Le modèle surestime les NPR_{max} du biofilm en moyenne de 15% (de 1 à 40%). Les 150 premiers jours, correspondant aux périodes 2 et 3, disposent de la meilleure adéquation entre valeurs simulées et observées (6%). Alors que pour les dernières périodes estivales, jours 180 à 300 avec aération séquencée en aérobie 1 (4,5 et 6.1), le modèle simule des vitesses supérieures de 22% aux mesures.

Concernant les NPR_{max} de la liqueur mixte, le modèle est moins précis. En effet, il surestime de 50% en moyenne ces vitesses, ce qui est élevé. Aux 150 premiers jours (périodes expérimentales 2 et 3), le modèle simule ces vitesses avec plus de précision, 16% de différence constatée entre mesure et simulation. Les vitesses simulées diffèrent de 77%

en moyenne pour les dernières périodes avec l'aération séquencée en aérobie 1 et de faible $MLSRT_{aérobie}$, comme pour le biofilm.

Ces différences de simulation du modèle entre les deux périodes de 0 à 150 jours et de 180 à 300 jours peuvent s'expliquer par la modélisation de l'oxygène dans les réacteurs, (figure 72). En effet, l'oxygène est simulé avec un RSD de 50% ($\pm 1,9$ mgO₂/L) lors des 150 premiers jours (période 2 et 3). Ce qui est meilleur que pour les jours 180 à 300, le RSD constaté est de 290% ($\pm 2,8$ mgO₂/L).

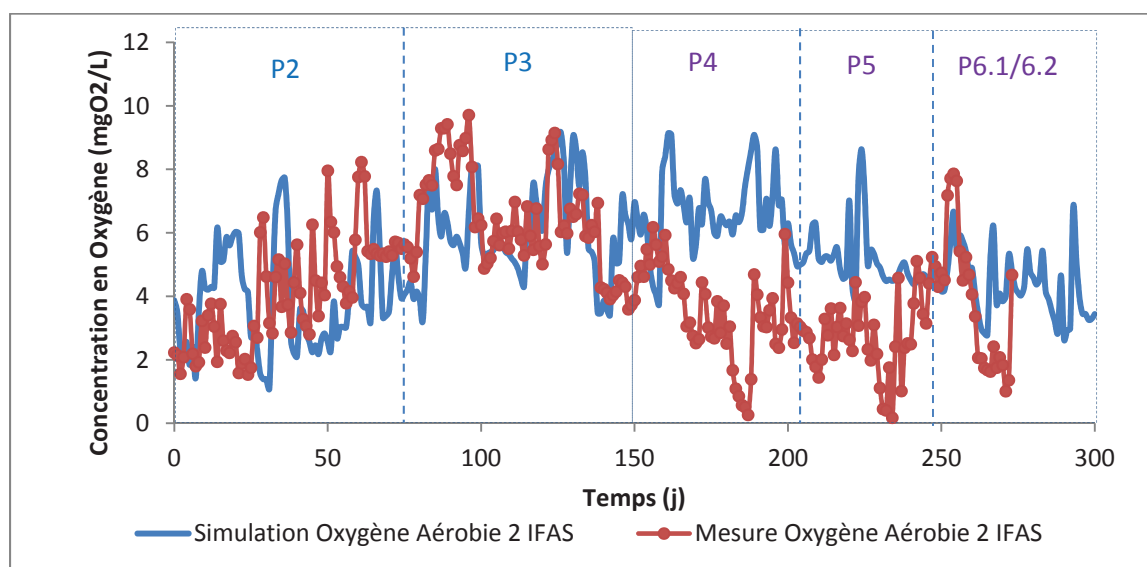


Figure 72 Simulation sur le long terme (300 jours) de la concentration en oxygène du réacteur aérobie 2 IFAS avec le jeu de paramètres calés

La capacité de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte, et la concentration en oxygène en aérobie 2 IFAS sont simulées avec des écarts d'erreur acceptables pour une aération continu en aérobie 1 et un $MLSRT_{aérobie} > 3$ jours (de 0 à 150 jours).

Cependant, pour des $MLSRT_{aérobie}$ plus faible avec le séquençage de l'aération en aérobie 1 (périodes 4,5 et 6.1/6.2), le modèle montre des difficultés à simuler la capacité de nitrification de la liqueur mixte et la concentration en oxygène dans les bassins. Comme pour la série 3, la simulation de la concentration en oxygène dans la liqueur mixte est problématique. Pour cette dernière période, une attention particulière doit être portée à la détermination et au calage des paramètres de transfert de l'oxygène dans la liqueur mixte. La simulation des concentrations en ammonium et en nitrates dans les eaux traitées est présentée en annexe X.5.

IV.4.4. Jeu de paramètres calés et domaine de validité du modèle IFAS en traitement de l'azote et du carbone

Ce chapitre a permis d'aboutir à un jeu de paramètres calé (sur une série de données horaires de 4 jours) pour le modèle IFAS appliqué à une configuration « trois bassins ». Le protocole élaboré dans ce travail (cf. IV.3.3, figure 62) a été utilisé.

Le jeu de paramètres a ensuite été consolidé par confrontation des résultats de simulations sur deux autres séries de données horaires, de 2 et 10 jours, pour des conditions de fonctionnement différentes (charges massiques, des températures, présence d'oxygène).

Ce jeu de paramètres a ensuite été utilisé pour simuler les NPR_{max} du biofilm et de la liqueur mixte sur le long terme (300 jours) afin de valider le jeu de paramètres calé sur un jeu de données plus important.

Ces données ont permis d'obtenir un jeu de paramètres calé pour le modèle IFAS en configuration « trois bassins » dans les conditions de fonctionnement suivantes :

- Charge massique de 0,20 à 0,30 kgDBO₅/kgMVSLM/j
- Température de 16 à 22°C
- Oxygène dans le bassin aérobie 2 IFAS de 2 à 5 mgO₂/L
- Aération continue dans le réacteur aérobie 1

Ces conditions constituent le domaine de validité du modèle IFAS. Le modèle est capable de simuler avec un fort degré de précision ($RSD < \pm 25\%$) la quantité de biomasse dans la liqueur mixte et dans le biofilm, les vitesses de nitrification maximales (NPR_{max}) et les concentrations en sortie en DCO_{filtrée}, ammonium, nitrites et nitrates.

Nous notons que le modèle a des difficultés à simuler les concentrations en oxygène lors des périodes de séquençage de l'aération en aérobie 1 ce qui fausse la simulation du processus de nitrification dans la liqueur mixte. Une analyse plus fine des paramètres liés au transfert de l'oxygène sera nécessaire pour de futures études.

Le calage des vitesses de nitrification maximales du biofilm et de la liqueur mixte est essentiel car pour une vitesse totale simulée, plusieurs concentrations en S_{NH} des eaux traitées sont simulées. Il convient donc de vérifier que le modèle simule correctement la concentration en biomasse autotrophe totale du réacteur, et la répartition entre liqueur mixte et biofilm.

Les valeurs du jeu de paramètres calé et consolidé sur les 3 séries de données sont présentées tableau 47. Le jeu de paramètres obtenu après la série 1 de données a été consolidé grâce aux séries 2 et 3. Les valeurs des paramètres calés les plus éprouvés dans le domaine opératoire correspondent aux valeurs de la série 3.

Pour chaque période de simulation, l'épaisseur maximale de biofilm ($L_{f,max}$) est à renseigner de manière à ce que $L_{f,max} = 1,2 \cdot L_{f,moyen \text{ mesuré}}$.

GPS-X intègre des coefficients de croissance, de mortalité et de demi-saturation commune à la liqueur mixte et au biofilm. Il est donc impossible de caler indépendamment ces paramètres dans chaque compartiment. Si cela permet de simplifier le calage en diminuant le nombre de paramètres, cela a le désavantage de moyenner ces coefficients entre les deux compartiments. Nous proposons de différencier ces coefficients dans le logiciel pour un calage plus précis des vitesses de nitrification maximales de la liqueur mixte et du biofilm.

*modèle IFAS/MBBR (Boltz et al., 2009a ; Sen et Randall, 2008a ; Rosso et al., 2011 ; Boltz et al., 2011 ; Mannina et al., 2007) **modèle MBBR (Barry, 2013) ***modèle boue activée (Henze et al., 2000)

Tableau 47 Récapitulatif des paramètres obtenus ($C_m=0,18 - 0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/j$, $T^\circ\text{C}=16 \text{ à } 22^\circ\text{C}$, $[\text{O}_2]$ aérobie $2= 2 \text{ à } 5 \text{ mgO}_2/\text{L}$; aération continue (série 1 et 2) et séquentielle (série 3) dans le réacteur aérobie 1)

	Unité	Défaut	Bibliographie	Série 1	Série 2	Série 3
		GPS-X		Calage	Consolidation	
Paramètres modifiés						
$\mu_{ai,max}$	j^{-1}	0,26	0,5 – 1,0*	0,80	0,80	0,80
$\mu_{aa,max}$	j^{-1}	0,30	0,5 – 1,0*	0,90	0,90	0,90
b_{aa} et b_{ai}	j^{-1}	0,04	0,04 – 0,17*	0,05	0,05	0,05
$K_{n,ai}$	mg/L	1,0	0,1 – 2,0*	1,00	0,50	0,50
$K_{n,aa}$	mg/L	0,69	0,1 – 2,0*	0,69	0,34	0,34
$K_{o,aa}$	mg/L	0,72	0,2 – 3,0*	0,72	0,72	0,30
$k_{détach}$	$\text{kg/m}^2/j$	0,07	0,01**	0,26	0,26	0,26
$L_{f,max}$	mm	0,5	-	0,12	0,08	0,12
$D_{w,Snh}$	cm^2/s	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$1,3 - 2,3 \cdot 10^{-5}$ *	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-5}$
Paramètres mesurés ou calculés						
L_L	mm	0,05	0,05-0,20**	0,14	0,14	0,14
Densité Mouillée	kg/m^3	1020	-	1007	1007	1007
α aérobie 2 ifas	-	0,6	0,6**	0,7	0,7	0,7
RO_{st} aérobie 1	%	30	-	12,2	12,2	12,2
RO_{st} aérobie 2	%	30	6 – 8*	6,6	6,6	6,6
Paramètres étudiés mais non modifiés						
$K_{o,ai}$	mg/L	0,3	0,2 – 3,0	0,30	0,30	0,30
μ_h	j^{-1}	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
b_h	j^{-1}	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62
$K_{s,h}$	mg/L	20	20 - 60	20	20	20
k_{attach}	$\text{m}^3/\text{m}^2/j$	0,50	-	0,50	0,50	0,50
$D_{w,o2}$	cm^2/s	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,3 - 1,9 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
F_d	-	0,5	0,45 – 0,7	0,5	0,5	0,5
MS	%	10	10	10	10	10
α aérobie 1	-	0,6	0,5 – 0,7	0,6	0,6	0,6
Θ	-	1,07-1,11	1,03-1,12*		1,07-1,11	

Chapitre V :

Simulations

prédictives

Avant-Propos

L'objectif de ce chapitre est d'approfondir les règles de dimensionnement du procédé IFAS, en complément des conclusions du chapitre III. Il permettra de conclure sur les limites du procédé et ses points d'amélioration possible : la charge massique optimale et limite applicable, le taux de remplissage adéquat et l'impact de la température de l'eau.

Plusieurs séries de simulations ont été effectuées avec le jeu de paramètres calé au chapitre IV.3.3. La première partie de ce chapitre s'intéresse à l'influence de la charge massique sur les performances du procédé. Plusieurs taux de remplissage sont également testés.

La seconde partie s'intéresse à l'impact de la diminution de température de l'eau sur la nitrification. L'apport de support supplémentaire sera également étudié. Au total 2 scénarios ont été testés.

V.1. Influence de la charge massique appliquée et du taux de remplissage (Scénario 1)

La gamme de charges massiques appliquées étudiée est de 0,20 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j pour une température de 16°C. Cette gamme correspond à un procédé de traitement de moyenne charge et est associé à des âges de boues de la liqueur mixte (MLSRT) de 8 à 3 jours. L'influence de la modification de cette condition de fonctionnement est étudiée sur les concentrations en sortie en azote, sur les rendements d'élimination, ainsi que sur les vitesses de nitrification maximale. Pour aller plus loin, plusieurs taux de remplissage sont testés (30 à 60%) pour la gamme de charge massique appliquée.

V.1.1. Influence de l'augmentation de la charge massique appliquée sur les concentrations en azote et en carbone au rejet

Une première série de simulations a été réalisée avec un taux de remplissage de 43% et une température de 16°C pour des charges massiques appliquée comprises entre 0,20 et 0,40 kgDBO/kgMVSLM/j. L'eau usée brute dispose de ratio de 2,8 gDCO/gDBO₅ et 10 gDCO_{totale}/gNTK. Le tableau 48 présente les concentrations en oxygène dans chaque réacteur et dans le biofilm pour chaque simulation.

Tableau 48 Concentrations en oxygène dans les réacteurs et dans le biofilm en fonction de la charge massique appliquée à 16°C (simulations)

Qe (m^3/j)	6,0	9,0	10,0	12,0
Cm ($kgDBO_5/kgMVSLM/j$)	0,20	0,28	0,35	0,40
Oxygène Ae1 (mgO_2/L)	3,1±0,5	3,2±0,5	3,2±0,4	3,5±0,5
Oxygène Ae2 IFAS (mgO_2/L)	6,1±0,8	5,1±0,3	5,0±0,3	5,3±0,2
Oxygène Ae2 Biofilm (mgO_2/L)	3,9±1,4	1,2±0,8	1,0±0,5	1,0±0,2

Les concentrations en oxygène de la liqueur mixte des réacteurs varient peu d'une simulation à l'autre. La concentration en oxygène en aérobie 1 est de 3,3±0,5 mgO₂/L. En aérobie 2 IFAS, la concentration est en moyenne de 5,4±0,5 mgO₂/L dans la liqueur mixte.

A faible charge le biofilm est bien aéré, avec une concentration de 3,9 mgO₂/L constatée à 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Cette concentration diminuerait fortement et devient limite, en moyenne 1,1 mgO₂/L, pour des charges appliquée supérieure à 0,28 kgDBO₅/kgMVSLM/j.

Le tableau 49 présente les performances du procédé en traitement de la DCO.

Tableau 49 Concentrations en DCO_{filtrée} des eaux traitées et de S_s en anoxie simulées par le modèle pour différentes charges massiques appliquées (simulations)

Qe	(m^3/j)	6,0	9,0	10,0	12,0
TSH_{aérobie}	(h)	6h30	4h20	4h00	3h10
Cm	($kgDBO_5/kgMVSLM/j$)	0,20	0,28	0,35	0,40
S_s anoxie	($mgDCO/L$)	9±2	15±5	16±5	21±7
DCO_{filtrée} (S_s+S_i) Eaux traitée	($mgDCO/L$)	26±0,5	27±0,6	28±0,9	30±1,8
Rendement DCO	(%)	95%	95%	95%	94%

La concentration en DCO_{filtrée} des eaux traitées augmente de 4 mgDCO/L avec l'augmentation de la charge de 0,20 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Les rendements de traitement restent stables et supérieur à 90%. Le traitement du carbone reste donc très bon avec l'augmentation de la charge et la diminution du TSH_{aérobie} de 6h30 à 3h10.

Les résultats de simulation sur les concentrations en azote des eaux traitées sont présentés sur la figure 73.

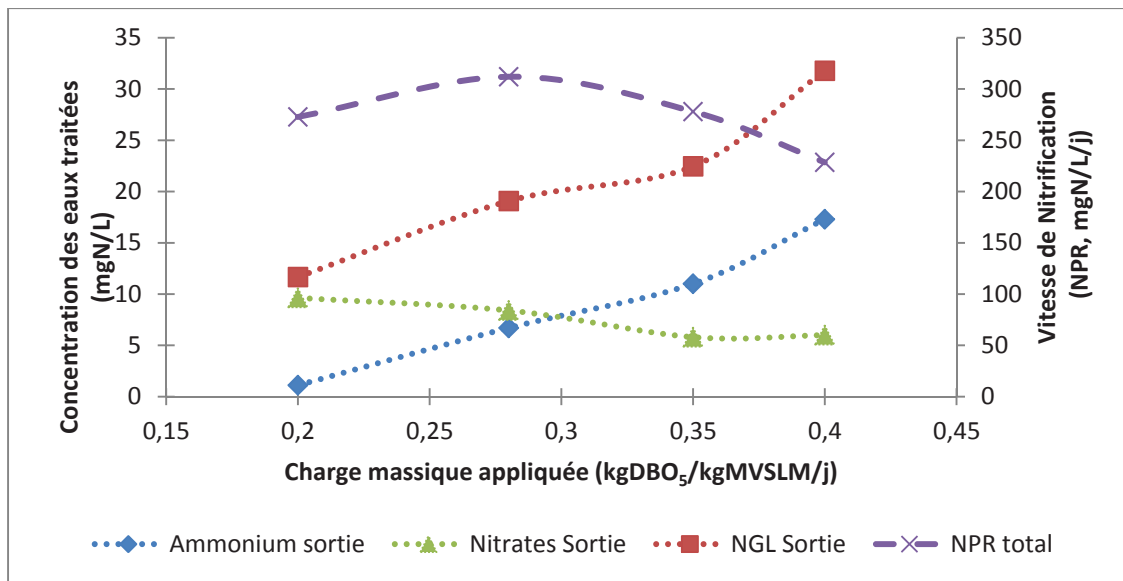


Figure 73 Simulation des concentrations en azote dans les eaux traitées une charge massique appliquée comprise entre 0,20 et 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j (taux de remplissage de 43%, 16°C)

Nous observons que l'augmentation de la charge massique (taux de remplissage de 43%) induirait une augmentation progressive de la concentration en ammonium en sortie de 1mgN/L à 15mgN/L.

Lors de cette augmentation de charge, la concentration en nitrates diminuerait de 10 jusqu'à 6 mgN/L pour des charges massiques de 0,20 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Cette diminution est causée par une vitesse de dénitrification plus élevée grâce à une concentration résiduelle en carbone facilement biodégradable qui augmente de 9 à 21 mgDCO/L, et par la diminution des performances de nitrification.

Le NGL augmente de 12 à 32mgN/L pour la gamme de charges appliquées de 0,2 à 0,4 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Une charge maximale de 0,28 kgDBO₅/kgMVSLM/j peut être retenue au regard du rejet en azote (<15 mgNGL/L). Pour des charges supérieures, les vitesses de nitrification (taux de remplissage) ou de dénitrification (ajout de carbone) doivent être augmentées.

V.1.2. Influence de l'augmentation de la charge massique appliquée sur les vitesses de nitrification (NPR et NPR_{max})

Les valeurs moyennes des vitesses de nitrification maximale (NPR_{max}) du biofilm et de la liqueur mixte simulées sont présentées à la figure 74.

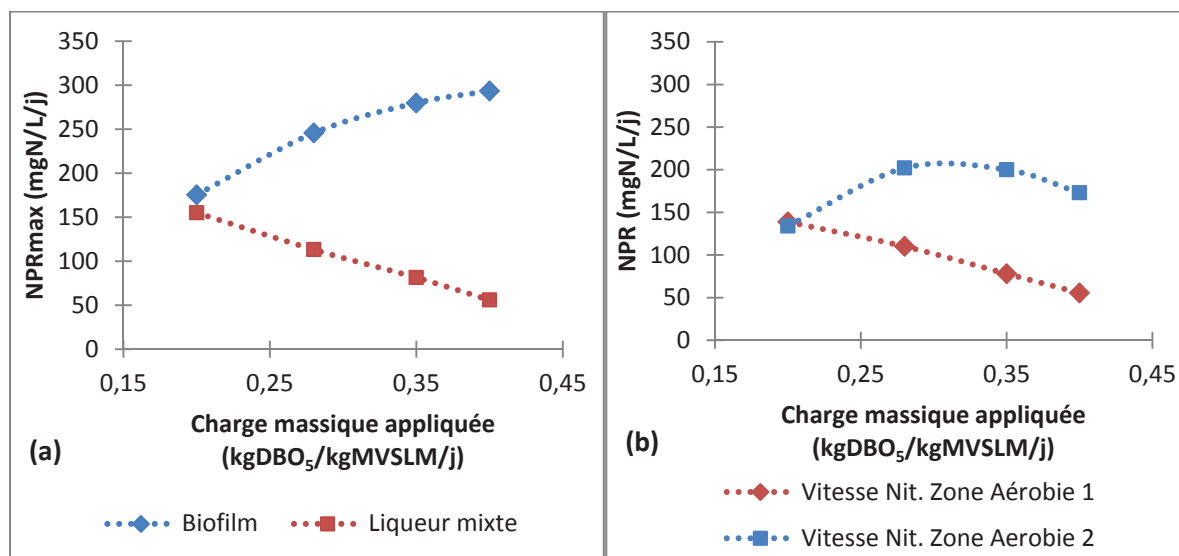


Figure 74 Simulation des vitesses de nitrification : NPR_{max} (a) du biofilm et de la liqueur mixte et NPR (b) de la zone aérobie 1 et aérobie 2. (43% de taux remplissage et 16°C)

L'augmentation de la charge massique diminuerait la vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte, et donc la concentration en biomasse autotrophe dans la phase liquide. Les NPR simulés dans le réacteurs aérobie 1 sont proche des NPR_{max} . Ce résultat est en accord avec la diminution du MLSRT induite par cette augmentation de charge appliquée et les observations effectuées au paragraphe III.2.3.

Cette diminution profite au biofilm, en effet son NPR_{max} augmenterait de 160 à 300 mgN/L/j pour des charges appliquées de 0,20 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Le substrat supplémentaire apporté par la charge bénéficierait au biofilm. Cependant, les vitesses de nitrification réelles (notée NPR) du réacteur aérobie 2 diminuent avec l'augmentation de la charge appliquée, et s'éloignent pour atteindre jusqu'à 60% du NPR_{max} . Cette diminution provient d'une forte consommation de l'oxygène dans le biofilm. L'apport d'oxygène dans la zone aérobie 2 est insuffisant pour maintenir une concentration en oxygène suffisante dans les couches (<1,5 mgO₂/L dans le biofilm à partir de 0,35 kgDBO₅/kgMVSLM/j), provenant soit d'un frein diffusionnel à l'apport d'oxygène, ou d'une capacité d'aération insuffisante.

V.1.3. Influence de la modification du taux de remplissage sur la concentration en ammonium des l'eau traitée

Le taux de remplissage permet d'augmenter la quantité de biofilm du réacteur aérobique 2 IFAS par une augmentation de la surface spécifique effective. La figure 75 présente la concentration en ammonium simulée dans les eaux traitées en fonction de la charge massique appliquée. Le biofilm a une épaisseur moyenne de $102 \pm 0,4 \mu\text{m}$.

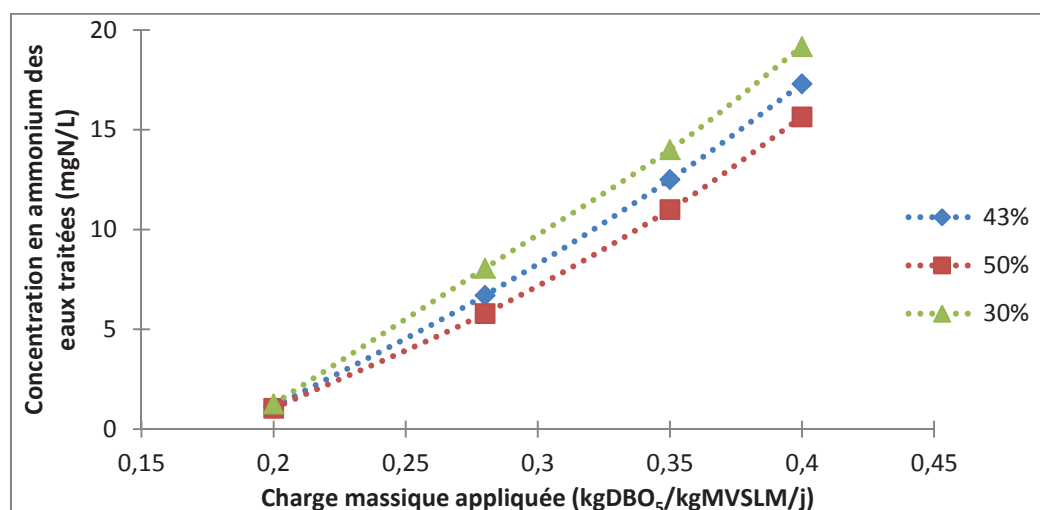


Figure 75 Simulation des concentrations en ammonium de l'eau traitée en fonction de la charge massique appliquée et du taux de remplissage en support à 16°C

L'augmentation du taux de remplissage influence peu la concentration au rejet pour une charge massique de 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j. Celle-ci est plus visible pour des charges massiques élevées, 10% de support supplémentaire diminue la concentration en ammonium de 2 mgN/L en moyenne pour des charges massique appliquées comprise entre 0,28 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j.

L'augmentation du taux de remplissage de 30 à 50% permet d'augmenter le NPR de la zone aérobique 2 de 180 à 212 mgN/L/j soit une augmentation de 15%.

L'augmentation du taux de remplissage diminue les concentrations en oxygène du biofilm et de la liqueur mixte (tableau 50). Cette diminution est faible, environ 0,4 mgO₂/L pour la liqueur mixte et 0,2mgO₂/L en moyenne pour le biofilm. Cette diminution est induite par l'augmentation de la consommation d'oxygène par voie endogène dans le réacteur.

Tableau 50 Simulation des concentrations en oxygène de la liqueur mixte et du biofilm en aérobie 2 IFAS en fonction des taux de remplissage en supports (à 16°C)

Taux de remplissage (%)		30%	43%	50%
Oxygène Ae2 IFAS LM (mgO_2/L)		5,8±0,6	5,4±0,5	5,2±0,4
Oxygène Biofilm (mgO_2/L)		1,9±0,7	1,8±0,7	1,7±0,7

Les résultats de ces simulations correspondent à ce qui est attendu. Plus la charge massique est élevée, plus le taux de remplissage aura un impact sur les concentrations au rejet. Cependant cet impact est faible (+10% de supports, diminue de 2 mgN/L le rejet). Un taux de remplissage de 43% est un bon compromis entre l'optimisation des performances de nitrification et la minimisation du taux de remplissage en BMX1.

V.1.4. Influence de la modification du ratio DCO/NTK de l'eau usée sur les vitesses de nitrification

Le ratio C/N d'une eau usée brute domestique peut varier de 6 à 12 $gDCO_{totale}/gNTK$. Les premières séries de simulation ont été réalisées avec un ratio C/N de 10 $gDCO_{totale}/gNTK$ correspondant au ratio usuellement observé sur une eau usée domestique française. Afin d'observer l'impact de ce ratio sur le procédé, une série de simulations a été réalisée avec plusieurs charges massiques appliquées pour des C/N de 8 et 10 $gDCO_{totale}/gNTK$ (figure 76a).

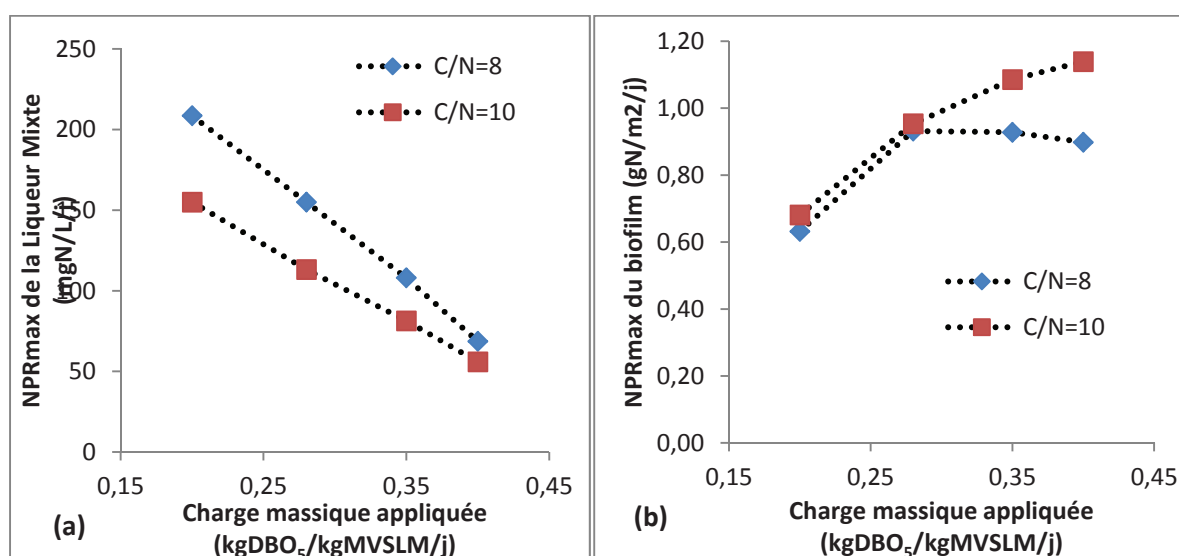


Figure 76 Vitesses de nitrification maximale de la liqueur mixte (a) et du biofilm (b) simulée en fonction de la charge massique appliquée et différent C/N de l'eau usée (à 16°C)

La diminution du ratio C/N de $-2\text{gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ augmente la vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte de +30% pour une charge de $0,20 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$. Cet écart diminue avec l'augmentation des charges massiques appliquées, pour atteindre des NPR_{max} similaire avec les deux ratios C/N à $0,40 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$.

La figure 76b présente les vitesses de nitrification maximale du biofilm en fonction de la charge massique appliquée et du ratio C/N.

Un ratio C/N de $8 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ favoriserait une capacité de nitrification constante de $0,93 \text{ gN}/\text{m}^2/\text{j}$ à partir d'une charge appliquée de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ jusqu'à $0,40 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$. Ce phénomène n'est pas constaté avec un ratio de $10 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$. Il est possible que l'apport d'oxygène soit limitant dans le biofilm pour le développement des bactéries autotrophes.

La diminution du ratio C/N de 10 à $8 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ de l'eau usée brute augmente la concentration en ammonium dans les eaux traitées de $6,7 \text{ mgN}/\text{L}$ à $13 \text{ mgN}/\text{L}$ pour une charge massique appliquée de $0,28 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ à 16°C .

V.1.5. Récapitulatif des résultats des simulations et conclusions

Le tableau 52 synthétise les résultats obtenus sur la série de simulations effectuées dans cette première partie. La charge massique optimale est de $0,28 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVS}/\text{j}$ pour une eau usée avec un ratio C/N de $10 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$ à 16°C . Les rendements espérés sont proches de 80% sur l'ammonium et 60% sur le NGL. L'étape de dénitrification doit être optimisée.

Même à charge massique appliquée élevée, les performances de traitement de la DCO resteraient élevées comme le présente le tableau 51.

Les performances du biofilms peuvent être améliorées avec un apport supplémentaire en oxygène dans la zone aérobie 2. In fine, le biofilm participe à la nitrification à hauteur de 80% du flux nitrifié en aérobie 2 pour une charge de $0,40 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$.

Une concentration en oxygène supérieure à $5 \text{ mgO}_2/\text{L}$ doit être maintenue dans la liqueur mixte pour éviter que l'oxygène ne soit limitant dans le biofilm.

Tableau 51 Synthèse des variables simulées pour une gamme de charges massique de 0,20 à 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j

C_m	<i>kgDBO₅/kgMVSLM/j</i>	0,20	0,28	0,35	0,40
Température	°C	16	16	16	16
Rendement sur N-NH ₄ ⁺	%	97%	82%	67%	54%
Rendement sur NGL	%	79%	57%	47%	42%
Rendement sur DCO	%	95%	95%	95%	94%
N-NH ₄ ⁺ eau traitée	<i>mgN/L</i>	1,1	6,7	12,5	17,3
NGL eau traitée	<i>mgN/L</i>	11,7	23,9	29,3	31,8
Oxygène LM	<i>mgO₂/L</i>	6,1	5,1	5,0	5,2
Oxygène Biofilm*	<i>mgO₂/L</i>	3,9	1,2	1,0	1,9
Contribution du biofilm au flux nitrifié en aérobie 2	%	53%	68%	77%	84%

* concentration moyenne dans tout le biofilm

V.2. Influence de la température dans les réacteurs et du taux de remplissage (Scénario 2)

La diminution de la température ralentit le développement de la biomasse autotrophe et diminue les vitesses maximales de nitrification. C'est une problématique importante sur les stations d'épuration notamment pour les périodes d'hivernales et/ou les stations construites en altitude par exemple. Plusieurs études démontrent l'intérêt du procédé IFAS à faible température (Di Trapani *et al.*, 2011, Germain *et al.*, 2007).

Dans ce travail, dans un premier temps, le procédé a été simulé pour une charge massique de 0,28 kgDBO₅/kgMVSLM/j avec 43% de taux de remplissage et trois températures : 10°C, 16°C et 20°C.

Dans un second temps, différents taux de remplissage ont été étudiés avec les trois températures précédentes afin d'évaluer ces modifications sur les concentrations en azote au rejet.

Dans le modèle, les coefficients utilisés dans l'équation d'Arrhenius pour modéliser l'impact du changement de température sur les paramètres cinétiques varient entre 1,07 et 1,08 en fonction du paramètre.

V.2.1. Influence de la modification de la température de 10 à 20°C dans les réacteurs

V.2.1.1. Sur le rejet en azote et un carbone (taux de remplissage de 43%)

Les exigences de niveau de rejet sont fixées à 12°C. Une température minimale de 10°C a été fixée afin de simuler les performances de traitement en conditions plus critiques mais réalistes par rapport à des températures d'eau usée hivernale.

Le tableau 52 présente les concentrations en oxygène simulées dans le réacteur et dans le biofilm, et les concentrations en DCO_{filtrée} des eaux traitées.

Tableau 52 Concentrations en oxygène des réacteurs et moyenne des 5 couches du biofilm, et concentration en DCO_{filtrée} au rejet simulées pour trois températures d'eau usée (10, 16 et 20°C)

Température		10°C	16°C	20°C
DCO _{filtrée} eaux traitées	(mgDCO/L)	26±1,0	28±1,0	28±1,0
Rendement d'abattement DCO	(%)	95%	95%	95%
Oxygène aérobie 1	(mgO ₂ /L)	5,2±0,7	3,2±0,5	1,9±0,3
Oxygène Aé. 2 IFAS	(mgO ₂ /L)	7,1±0,6	5,1±0,5	4,2±0,5
Oxygène Biofilm	(mgO ₂ /L)	3,7±0,7	1,2±0,8	1,0±0,9

La concentration en DCO_{filtrée} au rejet est stable et inférieure à 30 mgDCO/L. Ces concentrations sont associées à des rendements d'abattement supérieur à 90%. Le procédé est capable de traiter le carbone même à faible température.

La figure 77 présente les concentrations en azote au rejet en fonction de la température de l'eau usée.

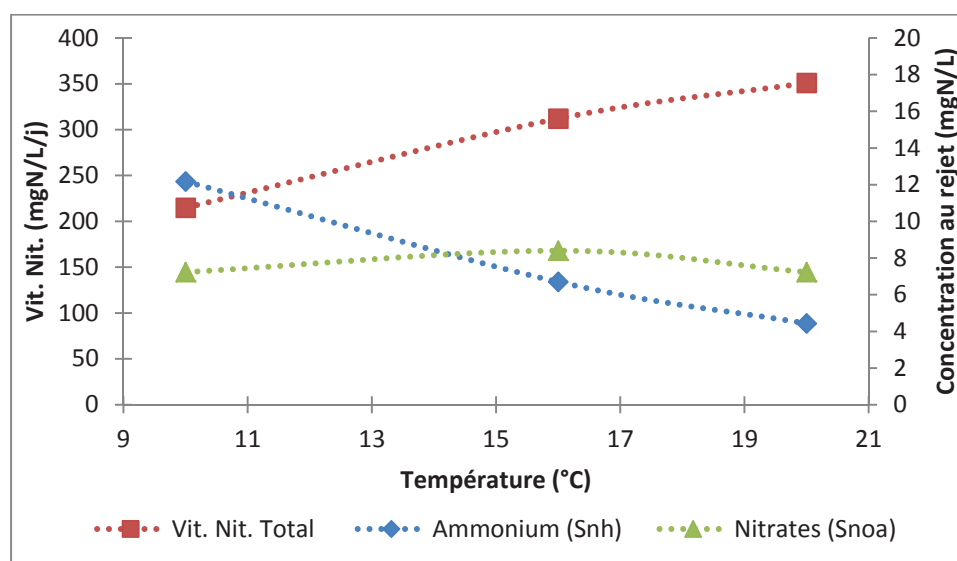


Figure 77 Simulations des concentrations en azote au rejet et du NPR total (aérobie 1 et aérobie 2) en fonction de la température du réacteur IFAS ($C_m = 0,28 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM/j}$; taux de remplissage = 43%)

A 10°C, une concentration d'ammonium de 12mgN/L est simulée, ce qui permettrait d'atteindre un rendement d'élimination de 80% sur l'azote. Cette concentration est supérieure à la limite fixée de 10 mgN/L. Pour cette température, le procédé devrait donc fonctionner à une charge massique inférieure (par exemple 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j).

V.2.1.2. Sur la répartition des vitesses de nitrification maximale (NPR_{max}) entre liqueur mixte et biofilm

Comme vu au chapitre III, la répartition de la nitrification entre biofilm et liqueur mixte dans la zone aérobie 2 IFAS évolue en fonction de la température. La figure 78 présente les NPR et NPR_{max} du biofilm et de la liqueur mixte pour les trois températures (10, 16, 20°C).

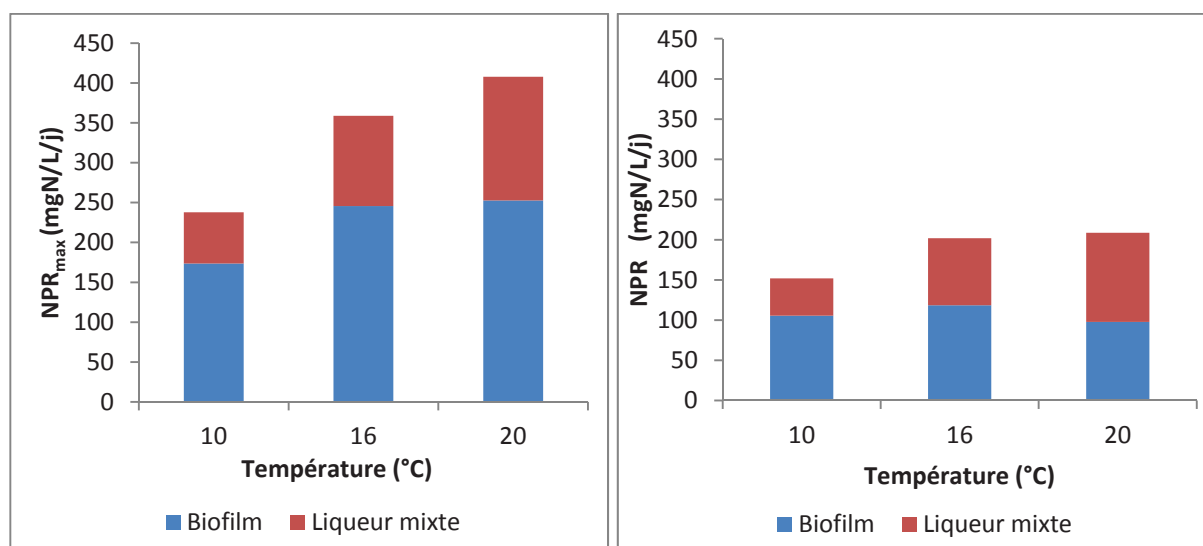


Figure 78 Simulation des NPR et NPR_{max} du biofilm et de la liqueur mixte pour 10, 16 et 20°C

Le NPR_{max} de la liqueur mixte serait le plus sensible à la faible température avec une diminution de 60% à 10°C par rapport à sa valeur à 20°C. Le NPR_{max} du biofilm semble moins influencé par la température, une diminution de 30% à 10°C par rapport à 20°C. La nitrification dans le biofilm est plus robuste pour supporter l'influence d'une diminution de la température. La liqueur mixte nitrifie moins à faible température, ainsi plus d'ammonium et disponible pour le biofilm. A 10°C pour une charge massique appliquée de 0,28 $kgDBO_5/kgMVSLM/j$, le biofilm contribuerait à hauteur de 73% du flux nitrifié dans la zone aérobie 2 IFAS en conditions optimale pour la nitrification (contre 62% à 20°C).

Les vitesses du biofilm dans le bassin (NPR) sont en moyenne 2 fois inférieures à sa capacité maximale de nitrification (NPR_{max}) mais la répartition de la nitrification entre biofilm et liqueur mixte serait similaire, avec 70% de contribution du biofilm à la nitrification en aérobie 2 IFAS à 10°C.

V.2.2. Influence de la modification du taux de remplissage sur l'élimination de l'azote

L'objectif de ce paragraphe est de déterminer si une augmentation du taux de remplissage permettrait d'améliorer les performances de traitement de l'azote du procédé IFAS. Une série de simulations ont été réalisées pour des taux de 0%, 30%, 43% et 50% avec des températures de 10, 16 et 20°C. La figure 79a présente le NPR en aérobie 2 IFAS et la figure 79b les concentrations en azote au rejet en fonction du taux de remplissage.

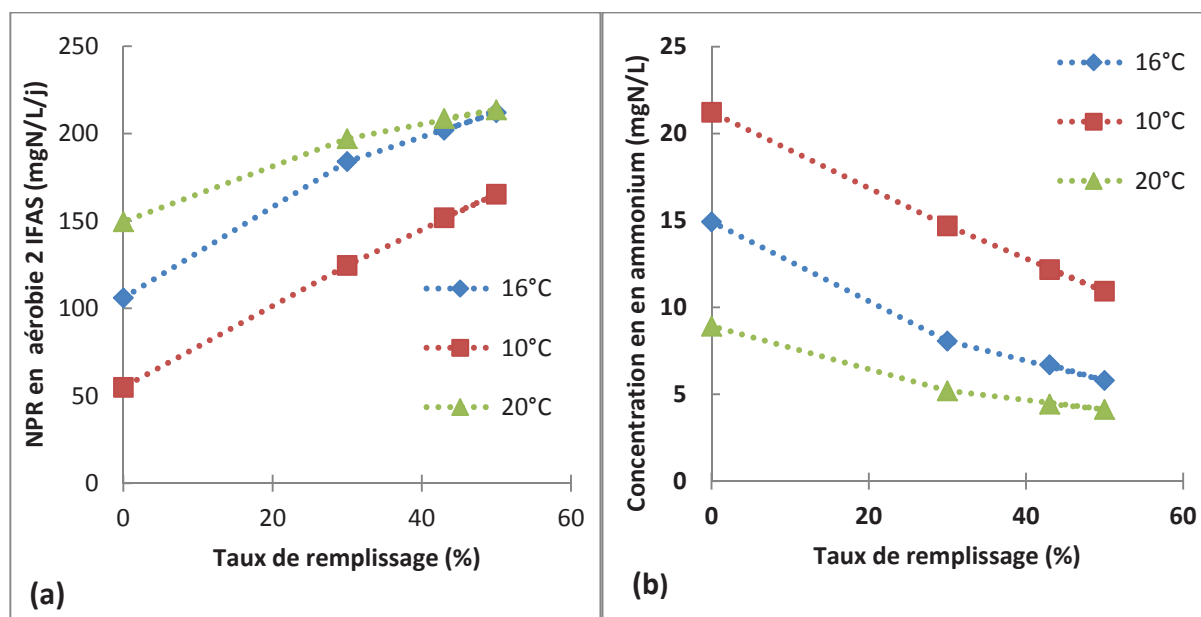


Figure 79 NPR en aérobie 2 (a) et concentration en ammonium simulées (b) pour différents taux de remplissage et différentes températures

L'augmentation du taux de remplissage permettrait de diminuer la concentration en ammonium aux rejets de 15 à 11 mgN/L à 10°C. A 10°C, 10% de taux de remplissage supplémentaire diminuerait la concentration en ammonium de 2 mgN/L. A 20°C, cette diminution n'est plus que de 0,9 mgN/L.

En résumé, une augmentation du taux de remplissage deviendrait intéressante pour des températures hivernales (proches de 10°C). Pour des températures supérieures cette augmentation est peu efficace.

Ces résultats sont à nuancer par rapport aux limites connues du modèle, notamment au regard de son hydrodynamique « simple », dont un changement de taux de remplissage pourrait modifier les performances.

V.2.3. Synthèse et conclusions

Les simulations du procédé IFAS réalisées à 10°C ont permis de mettre en valeur des concentrations au rejet de 12 mgN-NH₄⁺/L et 7 mgN-NO₃⁻/L à une charge massique appliquée de 0,28 kgDBO₅/kgMVSLM/j avec un C/N de 10 gDCO_{totale}/gNTK et un taux de remplissage de 43%. La nitrification dans le biofilm est moins sensible que la liqueur mixte à la diminution de température. Ainsi, le biofilm permet de maintenir un NPR_{max,total} en aérobie 2 de 240 mgN/L/j à 10°C. La vitesse du biofilm (NPR) simulée à 10°C est de 0,40 gN/m²/j.

Pour diminuer la concentration en ammonium dans le rejet à 10°C, l'augmentation du taux de remplissage est une solution possible, avec une réduction de 2 mgN/L pour une augmentation de 10% du taux de remplissage. L'ajout de supports à 20°C aurait vraisemblablement un impact limité (0,9 mg/L en moins pour une augmentation de 10% du taux de remplissage).

CONCLUSIONS

Rappel de la démarche et conclusion générale

L'objectif principal de ce travail de thèse était d'améliorer les pratiques de dimensionnement et d'exploitation du procédé IFAS en configuration « trois bassins ». Des mesures expérimentales sur un procédé IFAS à échelle pilote ont permis de déterminer les performances de traitement du carbone et de l'azote, ainsi que de déterminer les conditions de fonctionnement influençant la nitrification du biofilm et de la liqueur mixte.

Ce travail a permis dans un premier temps d'apporter des informations supplémentaires sur la répartition du processus de nitrification entre liqueur mixte et biofilm : influence de la charge massique, de l'oxygène dans le bassin amont et de la température dans le bassin. Il a été démontré que la nitrification dans la liqueur mixte était inévitable (valeur minimale obtenue = 2 mgN/L/h avec un MLSRT de 4 jours) et que le développement des bactéries autotrophes dans le biofilm était très fortement limité par la résistance à la diffusion des composés solubles en son sein, une concentration en oxygène de 3 mgO₂/L dans la liqueur mixte implique une concentration <1mgO₂/L dans les couches du biofilm.

L'étude et le calage d'un modèle numérique du procédé IFAS en configuration « trois bassins » dans GPS-X a permis d'aboutir à un jeu de paramètres permettant de simuler précisément les concentrations en biomasse autotrophe (liqueur mixte/biofilm), les vitesses de nitrification et dénitrification et les concentrations en carbone et azote dans les eaux traitées. Un protocole de calage du modèle en traitement de l'azote et du carbone a été proposé.

Dimensionnement et conduite du procédé IFAS

Les performances globales du procédé IFAS en configuration « trois bassins » sont élevées et proche de 90% d'abattement de la DCO_{totale} et du NTK pour une charge appliquée maximale de 1,7 kg DCO/m³_{total}/j avec une eau usée brute d'un ratio C/N de 8,0 gDCO_{total}/gNTK et une température de 16 à 22°C. Dans ces conditions, les réacteurs aérobies doivent être aérés en continu.

Les vitesses de nitrification volumique moyenne ont été évaluées à 2,0 mgN/L/h à 12°C pour la liqueur mixte et 0,4 gN/m²/j à 12°C en condition de traitement *in-situ*. Les vitesses maximales obtenues sont de 4,2 mgN/L/h à 12°C pour la liqueur mixte et 0,65 gN/m²/j à 12°C pour le biofilm.

Le séquençage de l'aération dans le réacteur aérobic 1 à 17 hO₂/j est envisageable pour une charge massique appliquée maximale de 0,20 kgDBO₅/kgMVSLM/j et une température minimum de 20°C. Ce mode de fonctionnement permet de créer des conditions anoxie dans ce bassin une partie de la journée et augmente le flux dénitrifié. Ce séquençage diminue également le temps de séjour des boues de la liqueur aérobic (MLSRT_{aérobic}) et minimise le développement autotrophe dans la liqueur mixte.

Pour un fonctionnement optimisé du procédé IFAS en configuration trois bassin, il est convient :

- d'assurer un débit d'air surfacique > débit minimum de 10 Nm³/m²/h nécessaire à un mélange homogène dans le réacteur ;
- de s'assurer d'avoir une concentration en oxygène dans le bassin IFAS >5 mgO₂/L 24h/24 ;
- d'appliquer un taux de remplissage en support BMX1 sur la base d'une capacité de nitrification du biofilm est estimée à 0,9gN/m²/j en conditions non limitantes de diffusion du substrat et de l'oxygène ;
- de dimensionner la zone d'anoxie en tête sur le ratio C/N de l'eau brute.

Paramètres régissant la nitrification en IFAS

Le détachement du biofilm maintient une nitrification dans la phase liquide même à des âges de boues de la liqueur mixte très faibles (2 à 4 j). Enfin, la nitrification dans le biofilm dépend des concentrations en oxygène et donc du processus de diffusion en son sein. Ainsi la concentration en oxygène dans la liqueur mixte doit être élevée (> 5 mgO₂/L) pour maintenir une concentration suffisante dans le biofilm, et des vitesses de réaction élevées.

Le détachement de biomasse du biofilm entretient une concentration résiduelle de biomasse autotrophe dans la liqueur mixte et une nitrification. Celle-ci a été estimée à environ 10% du flux nitrifiable dans le réacteur en condition optimale (NPR_{max}).

Modèle IFAS

L'association des modèles de biofilm et de boues activées pour la liqueur mixte est complexe mais nécessaire pour modéliser le procédé IFAS. Ce couplage multiplie le nombre de paramètres disponible lors du calage. Grâce à une analyse de sensibilité au paramétrage, nous avons défini un protocole de calage clair et précis pour le calage du modèle IFAS en traitement du carbone et de l'azote. Ce protocole comprend 4 étapes intégrant 10 types de paramètres, et précise pour chacune les paramètres à modifier en fonction des variables observées (détails présentés au paragraphe IV.3.3).

L'application de ce protocole a permis de caler les paramètres du modèle sur 3 séries de données : 9 paramètres ont été calés ($k_{\text{détach}}$, $L_{f,\text{max}}$, b_a , $\mu_{aa,\text{max}}$, $\mu_{ai,\text{max}}$, $k_{n,aa}$, $k_{n,ai}$, $k_{o,aa}$ et $D_{w,\text{snh}}$). Les paramètres du biofilm tels que son épaisseur maximale et son coefficient de détachement/attachements sont très sensibles et doivent être modifiés sur la base de mesures expérimentales (masse de biofilm, NPR_{max} biofilm). Nous avons également démontré qu'il était primordial de caler le modèle IFAS sur les vitesses de nitrification maximale de la liqueur mixte d'une part puis du biofilm d'autre part. Cette étape permet d'ajuster le processus de nitrification dans chaque comportement (LM/BF).

Le jeu de paramètres calé a ensuite été vérifié sur une série de données plus importante (300 jours). Le jeu de paramètres calés est présenté au paragraphe IV.4.4.

Le niveau de qualité de simulation du modèle calé sur le domaine de validité est $< 30 \%$ (écart d'erreur relatif moyen, RSD) pour les simulations de la biomasse de la liqueur mixte et du biofilm, des concentrations en oxygène (sauf séquençage), des NPR_{max} et des concentrations en azote et en carbone dans les eaux traitées.

Principaux apports de la modélisation

Outre une amélioration accrue du fonctionnement de l'IFAS, la modélisation a permis de réaliser une série de simulations prédictives pour la configuration « trois bassins ».

La charge massique maximale applicable est de $0,30 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ à 16°C avec 43% de remplissage en supports pour une eau usée d'un ratio C/N de $10 \text{ gDCO}_{\text{totale}}/\text{gNTK}$.

Les simulations du procédé IFAS réalisées à 10°C ont mis en avant des concentrations au rejet de $12 \text{ mgN-NH}_4^+/\text{L}$ et $7 \text{ mgN-NO}_3^-/\text{L}$ à une charge massique appliquée de $0,28 \text{ kgDBO}_5/\text{kgMVSLM}/\text{j}$ avec un C/N de $10 \text{ gDCO}_{\text{total}}/\text{gNTK}$ et un taux de remplissage de 43%.

Pour diminuer la concentration en ammonium dans le rejet à 10°C, l'augmentation du taux de remplissage est une solution possible, avec une réduction de 2 mgN/L pour une augmentation de 10% du taux de remplissage. L'ajout de supports à 20°C aurait vraisemblablement un impact limité (0,9 mg/L en moins pour une augmentation de 10% du taux de remplissage).

Ces résultats, obtenus par le biais de simulations, sont à nuancer. Le lecteur doit prendre en considération un facteur de sécurité lié au domaine de validité du modèle.

Perspectives

Nous proposons d'approfondir l'étude de la technologie IFAS d'abord en évaluant des configurations différentes. L'ajout de biomédia dans le premier réacteur aérobique est envisageable. Cet apport ne minimise pas la quantité de biomédia mais permettrait d'augmenter la quantité de biomasse autotrophe dans le réacteur biologique. Les cinétiques de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte dans ce réacteur seraient différentes, notamment à cause d'un apport élevé en carbone dans le réacteur aérobique 1, et pourraient être comparées aux cinétiques de nitrification en aérobie 2.

La configuration « mono-réacteur » très répandue sur les stations à boues activées françaises doit également être testée : traitement du carbone et de l'azote global dans le même bassin par séquençage de l'aération. L'ajout de supports dans cette configuration est envisageable pour une réhabilitation de station. Les résultats obtenus permettraient d'en savoir plus sur la compétition entre biomasse autotrophe et biomasse hétérotrophe, ses effets sur les performances de nitrification et de conclure sur un équilibre possible entre les deux types de biomasse au sein du biofilm.

Le calage du modèle IFAS doit être alimenté par des mesures complémentaires sur cette configuration « trois bassins ». Ces mesures permettront de consolider et d'étendre le domaine de validité du modèle. Un calage plus approfondi du modèle de transfert de l'oxygène avec séquençage de l'aération doit être envisagé comme l'ont montré les résultats de simulation sur le long terme avec séquençage de l'aération du bassin aérobique 1.

Des connaissances approfondies sur les processus inhérents au biofilm sont nécessaires (attachement/détachement, diffusion, structure interne). Par exemple, le processus de détachement est influencé par les conditions hydrodynamiques qui sont imposées au biofilm. Ce détachement représente un apport de bactéries autotrophes dans

la liqueur mixte qui contribue à leur développement. Les performances de nitrification du biofilm sont également très dépendantes de la diffusion de l'oxygène, l'augmentation du flux diffusé augmenterait la capacité de nitrification du réacteur IFAS.

De nouveaux descripteurs de la nitrification dans la liqueur mixte en présence de biofilm sont nécessaires. Comme la création d'une variable et/ou paramètre capable de décrire l'impact du détachement sur la liqueur mixte et intégrant l'effet de l'hydrodynamique sur le biofilm.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Albizuri, J., van Loosdrecht, M. C. M. & Larrea, L. (2009) Extended mixed-culture biofilms (MCB) model to describe integrated fixed film/activated sludge (IFAS) process behaviour. *Water Science and Technology*, **60** (12), 3233-3241.
- Barker, P. S. & Dold, P. L. (1997) General model for biological nutrient removal activated-sludge systems: Model presentation. *Water Environment Research*, **69** (5), 969-984.
- Barry, U. (2013) Comportement du procédé R3F en nitrification: suivi, modélisation dynamique et limites du procédé. 236pp, PhD Thesis, AgroParisTech.
- Barry, U., Choubert, J. M., Canler, J. P., Heduit, 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.
- Bjornberg, C., Lin, W. & Zimmerman, R. (2009) Effect of temperature on biofilm growth dynamics and nitrification kinetics in a full-scale MBBR system. *Proceedings of Water Environment Federation Conference. WEFTEC*, 2009 (12).
- Boltz, J. P., Johnson, B. R., Daigger, G. T. & Sandino, J. (2009a) Modeling integrated fixed-film activated sludge and moving-bed biofilm reactor systems I: Mathematical treatment and model development. *Water Environment Research*, **81** (6), 555-575.
- Boltz, J. P., Johnson, B. R., Daigger, G. T., Sandino, J. & Elenter, D. (2009b) 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. & Sen, D. (2010) Mathematical modelling of biofilms and biofilm reactors for engineering design. *Water Science and Technology*, **62** (8), 1821-1836.
- Boltz, J. P. & Daigger, G. T. (2010) Uncertainty in bulk-liquid hydrodynamics and biofilm dynamics creates uncertainties in biofilm reactor design. *Water Science and Technology*. **61**, 307-316
- Boltz, J. P., Morgenroth, E., Brockmann, D., Bott, C., Gellner, W. J. & Vanrolleghem, P. A. (2011) Systematic evaluation of biofilm models for engineering practice: components and critical assumptions. *Water Science and Technology*, **64** (4), 930-944.
- Buffière, P. & Moletta, R. (1999) Some hydrodynamic characteristics of inverse three phase fluidized-bed reactors. *Chemical Engineering Science*, **54** (9), 1233-1242.
- Brockmann, D., Rosenwinke, K. H. & Morgenroth, E. (2007) Estimation of kinetic parameters of a model for deammonification in biofilms and evaluation of the model. *Water Science and Technology*. **55**, 291-299.
- Brockmann, D., Boltz, J. P., Morgenroth, E., Daigger, G. T., Henze, M., Rittman, B., Sorensen, K. H., Takacs, I., Vanrolleghem, P. & Van Loosdrecht, M. (2013) Applying a framework for calibrating a biofilm reactor model: a full-scale, moving-bed biofilm reactor active in nitrification. *9th International Conference on Biofilm Reactor*. Paris.

- Canler, J. P., Perret, J. M. & Choubert, J. M. (2007) *Le traitement du carbone et de l'azote pour des stations d'épuration de type boue activée confrontées à des fortes variations de charge et à des basses températures*. FNDAAE **34**.
- Chang, H. T., Rittmann, B. E., Amar, D., Heim, R., Ehlinger, O. & Lesty, Y. (1991) Biofilm detachment mechanisms in a liquid-fluidized bed. *Biotechnology and Bioengineering*, **38** (5), 499-506.
- Chen, G. H.; Ozaki, H.; Terashima, Y. (1989) Modeling of the Simultaneous Removal of Organic Substances and Nitrogen in a Biofilm. *Water Science and Technology*, **21**, 791-804.
- Choubert, J. M. (2002) Analyse et Optimisation du traitement de l'azote par les boues activées à basse température. Institut de Recherche en Science et Technologie de l'Environnement et Agriculture. Université Louis Pasteur- Strasbourg 1.
- Choubert, J. M., Stricker, A. E., Marquot, A., Racault, Y., Gillot, S. & Heduit, A. (2009) Updated activated sludge model n°1 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.
- Choubert, J. M., Beline, C. D. & Gillot, S. (2010) Technique de fractionnement de la matière organique des déchets liquides pour la modélisation des bioprocédés. *Techniques de l'ingénieur*, **140**.
- Christiansen, P., Hollesen, L. & Harremoës, P. (1995) Liquid film diffusion on reaction rate in submerged biofilters. *Water Research*, **29** (3), 947-952.
- Comte, M. P., Bastoul, D., Hebrard, G., Roustan, M. & Lazarova, V. (1997) Hydrodynamics of a three-phase fluidized bed - The inverse turbulent bed. *Chemical Engineering Science*, **52** (21-22), 3971-3977.
- Copithorn, R., Sturdevant, J., Farren, G. & Sen, D. (2006) Case of study of an IFAS System - Over 10 years of experience. *Water Environment Foundation*, 2006, 22 oct.
- Copithorn, R., Boltz, J. P., deBardabillo, C., Harrison, J. R., Hubbel, S. & Husband, J. R. (Eds.) (2010) *Biofilm Reactors*, Mc Graw Hill. WEF Manual of Practice No. **35**.
- de Villeneuve, G. (2015) Moving Bed Biofilm Reactor Modelling and Calibration Protocol. *IRSTEA/INRA*. INSA Toulouse.
- Derlon, N., Massé, A., Escudie, R., Bernet, N. & Paul, E. (2008) Stratification in the cohesion of biofilms grown under various environmental conditions. *Water Research*, **42** (8-9), 2102-2110.
- Deronzier, G., Canler, J. P., Schétrite, S., Racault, Y., Liénard, A., A., H. & Duchène, P. (Eds.) (2001) *Traitement de l'azote dans les stations d'épuration biologique des petites collectivités*. FNDAAE **25**.
- Di Trapani, D., Christensso, M. & Ødegaard, H. (2011) Hybrid activated sludge/biofilm process for the treatment of municipal wastewater in a cold climate region: A case study. *Water Science and Technology*, **63** (6), 1121-1129.
- Di Trapani, D., Christensson, M., Torregrossa, M., Viviani, G. & Ødegaard, H. (2013) Performance of a hybrid activated sludge/biofilm process for wastewater treatment

- in a cold climate region: Influence of operating conditions. *Biochemical Engineering Journal*, **77**, 214-219.
- Eberl, H., Morgenroth, E., Noguera, D., Picioreanu, C., Rittman, B., van Loosdrecht, M. & Wanner, O. (2006) *Mathematical Modeling of Biofilm*, IWA Publishing No. **18**.
- Elenter, D., Milferstedt, K., Zhang, W., Hausner, M. & Morgenroth, E. (2007) Influence of detachment on substrate removal and microbial ecology in a heterotrophic/autotrophic biofilm. *Water Research*, **41** (20), 4657-4671.
- Fan, L. S., Leyva-Ramos, R., Wisecarver, K. D. & Zehner, B. J. (1990) Diffusion of phenol through a biofilm grown on activated carbon particles in draft-tube three-phase fluidized-bed bioreactor. *Biotechnology and Bioengineering*, **35** (3), 279-286.
- Fruhen, M., Christan, E., Gujer, W. & Wanner, O. (1991) Significance of spatial-distribution of microbial species in mixed culture biofilms. *Water Science and Technology*, **23** (7-9), 1365-1374.
- Gebara, F. (1999) Activated sludge biofilm wastewater treatment system. *Water Research*, **33** (1), 230-238.
- Germain, E., Bancroft, L., Dawson, A., Hinrichs, C., Fricker, L. & Pearce, P. (2007) Evaluation of hybrid processes for nitrification by comparing MBBR/AS and IFAS configurations. *Water Science and Technology*, **55**, 43-49.
- Gjaltema, A., Vinke, J. L., Van Loosdrecht, M. C. M. & Heijnen, J. J. (1997) Biofilm abrasion by particle collisions in airlift reactors. *Water Science and Technology*, **36** (1), 221-228.
- Gillot, S. & Héduit, A. (2008) Prediction of alpha factor values for fine pore aeration systems. *Water Science and Technology*, **57**, 1265-1269.
- Grady, C. P., Leslie, J., Daigger, G. T. & Lim, H. C. (1999) *Biological Wastewater Treatment*. Marcel Dekker, Inc, New York.
- Hamdad, I., Hashemi, S., Rossi, D. & Macchi, A. (2007) Oxygen transfer and hydrodynamics in three-phase inverse fluidized beds. *Chemical Engineering Science*, **62** (24), 7399-7405.
- Henkel, J., Lemac, M., Wagner, M. & Cornel, P. (2009) Oxygen transfer in membrane bioreactors treating synthetic greywater. *Water Research*, **43** (6), 1711-1719.
- Henkel, J., Cornel, P. & Wagner, M. (2011) Oxygen transfer in activated sludge - New insights and potentials for cost saving. *Water Science and Technology*, **63** (12), 3034-3038.
- Henze, M. (1992) Characterization of wastewater for modelling of activated sludge processes. *Water Science and Technology*, **25** (6), 1-15.
- Henze, M., Gujer, W., Mino, T. & Van Loosdrecht, M. C. M. (2000) *Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3*. IWA Publishing, London.
- Henze, M. & Comeau, Y. (2008) Wastewater Characterization. *Biological Wastewater Treatment: Principles Modelling and Design*. IWA Publishing, London, UK.
- Hinson, R. K. & Kocher, W. M. (1996) Model for effective diffusivities in aerobic biofilms. *Journal of Environmental Engineering*, **122** (11), 1023-1030.
- Horn, H. & Morgenroth, E. (2006) Transport of oxygen, sodium chloride, and sodium nitrate in biofilms. *Chemical Engineering Science*, **61** (5), 1347-1356.

- Horn, H., Reiff, H. & Morgenroth, E. (2003) Simulation of growth and detachment in biofilm systems under defined hydrodynamic conditions. *Biotechnology and Bioengineering*, **81** (5), 607-617.
- Hubbel, S. B., Pehrson, R. & Flounoy, W. (2006) Webitat advanced IFAS system addresses common fixed media concerns. *Proceedings of Water Environment Federation Conference*. WEFTEC 2006.
- Hubbell, S. B. & Krichen, D. J. (2004) Demonstration and full scale results of a plant upgrade for BNR using Integrated Fixed Film Activated Sludge (IFAS) Technology. *Proceedings of Water Environment Federation Conference*. WEFTEC 2004.
- Hydromantis (2008) GPS-X 6.1. *Technical reference*. Hydromantis Environmental Software Solutions, Inc.
- Kim, H. S., Schuler, A. J., Gunsch, C. K., Pei, R., Gellner, J., Boltz, J. P., Freudenberg, R. G. & Dodson, R. (2011) Comparison of conventional and integrated fixed-film activated sludge systems: Attached- and suspended-growth functions and quantitative polymerase chain reaction measurements. *Water Environment Research*, **83** (7), 627-635.
- Knowles, R. (1982) Denitrification. *Microbial Reviews*, Vol. **46** (1), 43-70.
- Kujawa, K. & Klapwijk, B. (1999) A method to estimate denitrification potential for predenitrification systems using NUR batch test. *Water Research*, **33** (10), 2291-2300.
- Lee, C. Y. (1992) Model for biological reactors having suspended and attached growths. *Journal of Environmental Engineering*, **118** (6), 982-987.
- Lin, Y. H. (2008) Kinetics of nitrogen and carbon removal in a moving-fixed bed biofilm reactor. *Applied Mathematical Modelling*, **32** (11), 2360-2377.
- Maas, C. L. A., Parker, W. J. & Legge, R. L. (2008) Detachment of solids and nitrifiers in integrated, fixed-film activated sludge systems. *Water Environment Research*, **80** (12), 2202-2208.
- Mannina, G., Trapani, D. D., Viviani, G. & Ødegaard, H. (2011) Modelling and dynamic simulation of hybrid moving bed biofilm reactors: Model concepts and application to a pilot plant. *Biochemical Engineering Journal*, **56** (1-2), 23-36.
- Mannina, G., Di Trapani, D., Torregrossa, M. & Viviani, G. (2007) Modelling of hybrid moving bed biofilm reactors: A pilot plant experiment. *Water Science and Technology*, **55**, 237-246.
- McClintock, S. A., Randall, C. W. & Pattarkine, V. M. (1993) Effects of temperature and mean cell residence time on biological nutrient removal processes. *Water Environment Research*, **65** (2), 110-118.
- McQuarrie, J., Rutt, K., Seda, J. & Haegh, M. (2004) Observation from the first year of full-scale operation - The IFAS/BNR Process at the Broomfield Wastewater Reclamation facility. *Proceedings of Water Environment Federation Conference*. WEFTEC 2004.
- McQuarrie, J. P. & Boltz, J. P. (2011) Moving Bed Biofilm Reactor Technology: Process Applications, Design, and Performance. *Water Environment Research*, **83** (6), 560-575.

- Melcer, H., Dold, P., Jones, R. M., Bye, C. M. & Takacs, I. (2003) Methods for wastewater characterization in activated sludge modeling. *Water Environment Research Foundation*.
- Metcalf et Eddy (Ed.) (2003) *Water Engineering: Treatment and Reuse*. McGraw-Hill Science/Engineering/Math; 4th Edition.
- Moretti, P., Choubert, J.M., Canler, J.P., Petrimaux, O., Buffiere, P. and Lessard, P. (2015) Understanding the contribution of biofilm in an integrated fixed-film-activated sludge system (IFAS) designed for nitrogen removal. *Water Science and Technology*, **71** (10), 1500-1506.
- Morgenroth, E. & Wilderer, P. A. (1999) Controlled biomass removal - The key parameter to achieve enhanced biological phosphorus removal in biofilm systems. *Water Science and Technology*, **39**, 33-40.
- Morgenroth, E. & Wilderer, P. A. (2000) Influence of detachment mechanisms on competition in biofilms. *Water Research*, **34** (2), 417-426.
- Morgenroth, E. (2008) Modelling biofilms. *Biological Wastewater Treatment - Principles, Modelling, and Design*. IWA Publishing.
- Naidoo, V., Urbain, V. & Buckley, C. A. (1998) Characterization of wastewater and activated sludge from European municipal wastewater treatment plants using the NUR test. *Water Science and Technology*, **38** (1 pt 1), 303-310.
- Nogueira, B. L., Pérez, J., van Loosdrecht, M. C. M., Secchi, A. R., Dezotti, M. & Biscaia Jr, E. C. (2015) Determination of the external mass transfer coefficient and influence of mixing intensity in moving bed biofilm reactors for wastewater treatment. *Water Research*, **80** (0), 90-98.
- Ødegaard, H. (2006) Innovation in wastewater treatment: the moving bed biofilm process. *Water Science and Technology*, **53**, 17-33.
- Ohashi, H., Sugawara, T., Kikuchi, K. & Konno, H. (1981) Correlation of liquid-side mass transfer coefficient for single particles and fixed beds. *Chemical Engineering Japan*, **14** (6).
- Onnis-Hayden, A., Dair, D., Johnson, C., Schramm, A. & Gu, A. (2007) Kinetics and nitrifying populations in nitrogen removal processes at a full-scale integrated fixed-film activated sludge plant. *Proceedings of Water Environment Federation Conference*. WEFTEC 2007.
- Onnis-Hayden, A., Majed, N., Schramm, A. & Gu, A. Z. (2011) Process optimization by decoupled control of key microbial populations: distribution of activity and abundance of polyphosphate-accumulating organisms and nitrifying populations in a full-scale IFAS-EBPR plant. *Water Research*, **45** (13), 3845-3854.
- Paul, E., Wolff, D. B., Ochoa, J. C. & Da Costa, R. H. R. (2007) Recycled and virgin plastic carriers in hybrid reactors for wastewater treatment. *Water Environment Research*, **79** (7), 765-774.

- Petersen, B., Vanrolleghem, P., Gernaey, K. & Henze, M. (2002) Evaluation of an ASM1 model calibration procedure on a municipal–industrial wastewater treatment plant. *Journal of Hydroinformatics*, **4** (1), 15-38.
- Piciooreanu, C., van Loosdrecht, M. C. M. & Heijnen, J. J. (2001) Two-dimensional model of biofilm detachment caused by internal stress from liquid flow. *Biotechnology and Bioengineering*, **72** (2), 205-218.
- Piciooreanu, C., Kreft, J. U. & Van Loosdrecht, M. C. M. (2004) Particle-based multidimensional multispecies biofilm model. *Applied and Environmental Microbiology*, **70** (5), 3024-3040.
- Plattes, M., Henry, E. & 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.
- Randall, C. W., Pattarkine, V. M. & McClintock, S. A. (1992) Nitrification kinetics in single-sludge biological nutrient removal activated sludge systems. *Water Science and Technology*, **25** (6), 195-214.
- Randall, C. W. & Sen, D. (1996) Full-scale evaluation of an integrated fixed-film activated sludge (IFAS) process for enhanced nitrogen removal. *Water Science and Technology*, **33** (12), 155-162.
- Rauch, W., Vanhooren, H. & Vanrolleghem, P. A. (1999) A simplified mixed-culture biofilm model. *Water Research*, **33** (9), 2148-2162.
- Regmi, P., Thomas, W., Schafran, G., Bott, C., Rutherford, B. & Waltrip, D. (2011) Nitrogen removal assessment through nitrification rates and media biofilm accumulation in an IFAS process demonstration study. *Water Research*, **45** (20), 6699-6708.
- Rieger, L., Gillot, S., Langergraber, G., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takacs, I. & Winkler, S. (2013) *Guidelines for Using Activated Sludge Models*. Scientific and technical report series No. **22**, IWA Publishing.
- Rittman, B. E. (1982) The effect of shear stress on biofilm loss rate. *Biotechnology and Bioengineering*, **24** (2), 501-506.
- Roeleveld, P. J. & Van Loosdrecht, M. C. M. (2002) Experience with guidelines for wastewater characterisation in The Netherlands. *Water Science and Technology*, **45**, 77-87.
- Rocher, V., Azimi, S., Paffoni, C., Goncalves, A., Dannappe, A., Joachim, V., Thomasset, T. & Dupont, J. (2009) Le glycérol, sous-produit du biocarburant, pour dénitrifier les eaux usées par biofiltration. *TSM*, **5**, 61-78.
- Roš, M. (1995) Denitrification kinetics in an activated sludge system. *Water Science and Technology*, **32** (9–10), 323-330.
- Rosso, D., Iranpour, R. & Stenstrom, M. K. (2005) Fifteen years of offgas transfer efficiency measurements on fine-pore aerators: Key role of sludge age and normalized air flux. *Water Environment Research*, **77** (3), 266-273.

- Rosso, D., Lothman, S. E., Jeung, M. K., Pitt, P., Gellner, W. J., Stone, A. L. & Howard, D. (2011) Oxygen transfer and uptake, nutrient removal, and energy footprint of parallel full-scale IFAS and activated sludge processes. *Water Research*, **45** (18), 5987-5996.
- Rowe, P. N., Claxton, K. T. & Lewis, J. B. (1965) Heat and mass transfer from a single sphere in an extensive flowing fluid. *Transactions of the institution of chemical engineers and the chemical engineer*, **43**, 14-31.
- Rusten, B., Hem, L. J. & Odegaard, H. (1995) Nitrification of municipal wastewater in moving-bed biofilm reactors. *Water Environment Research*, **67** (1), 75-86.
- Rusten, B., Eikebrokk, B., Ulgenes, Y. & Lygren, E. (2006) Design and operations of the Kaldnes moving bed biofilm reactors. *Aquacultural Engineering*, **34** (3), 322-331.
- Rutt, K., Seda, J. & Johnson, C. (2006a) A successful conversion. *Water Environment and Technology*, **17** (3), 62-66.
- Rutt, K., Seda, J. & Johnson, C. H. (2006b) Two years case study of integrated fixed film activated sludge at Broomfield. *Proceedings of Water Environment Federation Conference*. WEFTEC 2006.
- Sage, M., Daufin, G. & Gésan-Guizieu, G. (2006) Denitrification potential and rates of complex carbon source from dairy effluents in activated sludge system. *Water Research*, **40** (14), 2747-2755.
- Salem, S., Berends, D. H. J. G., Heijnen, J. J. & Van Loosdrecht, M. C. M. (2003) Bio-augmentation by nitrification with return sludge. *Water Research*, **37** (8), 1794-1804.
- Salveti, R., Azzellino, A., Canziani, R. & Bonomo, L. (2006) Effects of temperature on tertiary nitrification in moving-bed biofilm reactors. *Water Research*, **40** (15), 2981-2993.
- Şeker, Ş., Beyenal, H. & 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. (1995) COD Removal, Nitrification and Denitrification Kinetics and Mathematical Modeling of Integrated Fixed Film Activated Sludge Systems. *Virginia Polytechnic Institute and State University*. Virginia Tech.
- Sen, D. & Randall, C. W. (2008) Improved computational model (AQUIFAS) for activated sludge, integrated fixed-film activated sludge, and moving-bed biofilm reactor systems, Part I: Semi-empirical model development. *Water Environment Research*, **80** (5), 439-453.
- Sen, D. & Randall, C. W. (2008a) 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. & Randall, C. W. (2008b) 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.

- Speitel, G. E. & Digiano, F. A. (1987) Biofilm shearing under dynamic conditions. *Journal of Environmental Engineering-Asce*, **113** (3), 464-475.
- Spieweck, F. & Bettin, H. (1992) Solid and liquid density determination. *TM. Technisches Messen*, **59** (7-8), 285-292.
- Stenstrom, M. K. & Gilbert, R. G. (1981) Effects of alpha, beta and theta factor upon the design, specification and operation of aeration systems. *Water Research*, **15** (6), 643-654.
- Stewart, P. S. (1993) A model of biofilm detachment. *Biotechnology and Bioengineering*, **41** (1), 111-117.
- Stewart, P. S. (1998) A review of experimental measurements of effective diffusive permeabilities and effective diffusion coefficients in biofilms. *Biotechnology and Bioengineering*, **59** (3), 261-272.
- Stricker, A. E., Barrie, A., Maas, C. L. A., Fernandes, W. & Lishman, L. (2009) Comparison of performance and operation of side-by-side integrated fixed-film and conventional activated sludge processes at demonstration scale. *Water Environment Research*, **81** (3), 219-232.
- Sriwiriyarat, T., Randall, C. W. & Sen, D. (2005) Computer program development for the design of integrated fixed film activated sludge wastewater treatment processes. *Journal of Environmental Engineering*, **131** (11), 1540-1549.
- Suidan, M. T. & Wang, Y. T. (1985) Unified analysis of biofilm kinetics. *Journal of Environmental Engineering*, **111** (5), 634-646.
- Takacs, I. (2008) Experiments in Activated Sludge Modelling. 267pp, PhD Thesis, Ghent University.
- Vaccari, D. A., Fagedes, T. & Longtin, J. (1985) Calculation of mean cell residence time for unsteady-state activated sludge systems. *Biotechnology and Bioengineering*, **27** (5), 695-703.
- Vanrolleghem, P. A., Spanjers, H., Petersen, B., Ginestet, P. & Takacs, I. (1999) Estimating (combinations of) Activated Sludge Model No. 1 parameters and components by respirometry. *Water Science and Technology*, **39**, 195-214.
- Vigne, E. (2007) Etude et modélisation dynamique d'un procédé par biofiltration en nitrification tertiaire. 450pp, PhD Thesis, *Université Laval*, Québec.
- Vigne, E., Choubert, J. M., Canler, J. P., Heduit, A., Sorensen, K. H. & Lessard, P. (2010) A biofiltration model for tertiary nitrification of municipal wastewaters. *Water Research*, **44** (15), 4399-4410.
- Wäsche, S., Horn, H. & Hempel, D. C. (2002) Influence of growth conditions on biofilm development and mass transfer at the bulk/biofilm interface. *Water Research*, **36** (19), 4775-4784.
- Wanner, O. & Gujer, W. (1985) Competition in biofilms. *Water Science and Technology*, **17** (2-3 -3 pt 1), 27-44.
- Wanner, O. & Reichert, P. (1996) Mathematical modeling of mixed-culture biofilms. *Biotechnology and Bioengineering*, **49** (2), 172-184.

- Wanner, O., Eberl, H., Morgenroth, E., Noguera, D., Picioreanu, C., Rittman, B. & van Loosdrecht, M. (2006) *Mathematical Modeling of Biofilms*. Scientific and technical report No. **18**, IWA Publishing.
- Wentzel, M. C., Ekama, G. A. & Marais v, G. R. (1991) Kinetics of nitrification denitrification biological excess phosphorus removal systems - A review. *Water Science and Technology*, **23** (4-6), 555-565.
- Williamson, K. & McCarty, P. L. (1976) A Model of Substrate Utilization by Bacterial Films. *Water Pollution Control Federation*, **48** (1), 9-24.

ANNEXES

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE I : Présentation de l'installation pilote de la Feyssine	227
I.1 Photo de l'installation pilote	227
I.2 Schéma de l'arrivée des eaux usées de station de la Feyssine à l'installation pilote.	229
I.3 Emplacement des sondes et des points de prélèvements	229
ANNEXE II : Méthodes et protocoles de mesures	231
II.1 Bilan sur le procédé IFAS en configuration « trois bassins » et calcul des vitesses de nitrification « NPR » par bassin	231
II.2 Détermination des vitesses de nitrification maximale «NPR _{max} »	233
II.3 Mesure de transfert en oxygène en boue par bilan gazeux.....	234
II.4 Traçage au sel sur l'installation pilote	236
ANNEXE III : Etudes de la fluidisation et de la demande en oxygène des réacteurs aérés... ..	239
III.1 Rétentions solides pour 20% de taux de remplissage en support BMX1.....	239
III.2 Débit d'air minimum nécessaire au traitement biologique (aérobie 1 et 2)	239
ANNEXE IV : Bilan Phosphore sur le réacteur biologique	241
ANNEXE V : Tests de microbiologie moléculaire	243
ANNEXE VI : Mesures de suivi sur les réacteurs du pilote	255
VI.1 Concentration en MES, masse surfacique de biofilm et indice de boues.....	255
VI.2 Séquençage de l'aération dans le réacteur aérobie 1 au période 4,5,6.1 et 6.2	256
VI.3 Mesure du potentiel d'oxydo-réduction dans le réacteur anoxie	258
VI.4 Concentrations horaires en ammonium et en nitrates par bassins de traitement ...	261
ANNEXE VII : Description du modèle IFAS utilisé dans le logiciel GPS-X	265
VII.1 Modèle biocinétique	265
VII.2 Modèle du biofilm	268
VII.3 Calcul des variables composites	270
ANNEXE VIII : Fractionnements horaires de la matière organique et de l'azote de l'eau usée brute	273
ANNEXE IX : Calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite	275
ANNEXE X : Simulation complémentaires du modèle IFAS	277
X.1 Etape de calage « production de biomasse » pour la première série de donnée	277
X.2 Etape de calage « traitement du carbone » pour la première série de donnée.....	278
X.3 Concentrations en oxygène simulées dans les réacteurs et dans le biofilm.....	280
X.4 Concentrations en bactéries AOB simulées dans le biofilm et dans la liqueur mixte.	283
X.5 Simulation sur le long terme (300jours) de la concentration en ammonium et en nitrates dans les eaux traitées.....	284
ANNEXE XI : Understanding the contribution of biofilm in an Integrated Fixed-Film Activated Sludge (IFAS) designed for nitrogen removal.....	285

ANNEXE I : Présentation de l'installation pilote de la Feyssine

I.1 Photo de l'installation pilote



Vue du bassin biologique

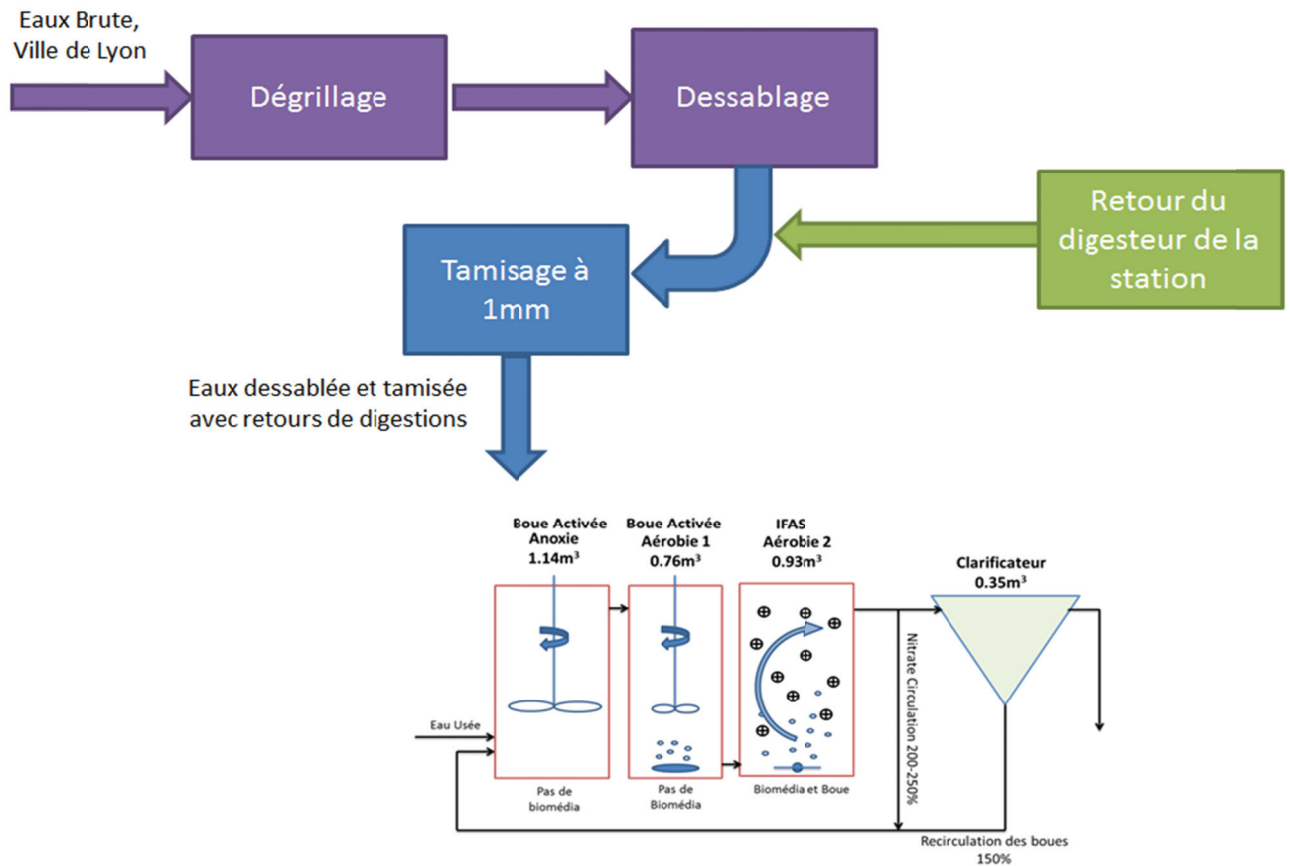


Tamisage de l'eau usée brute à 1mm

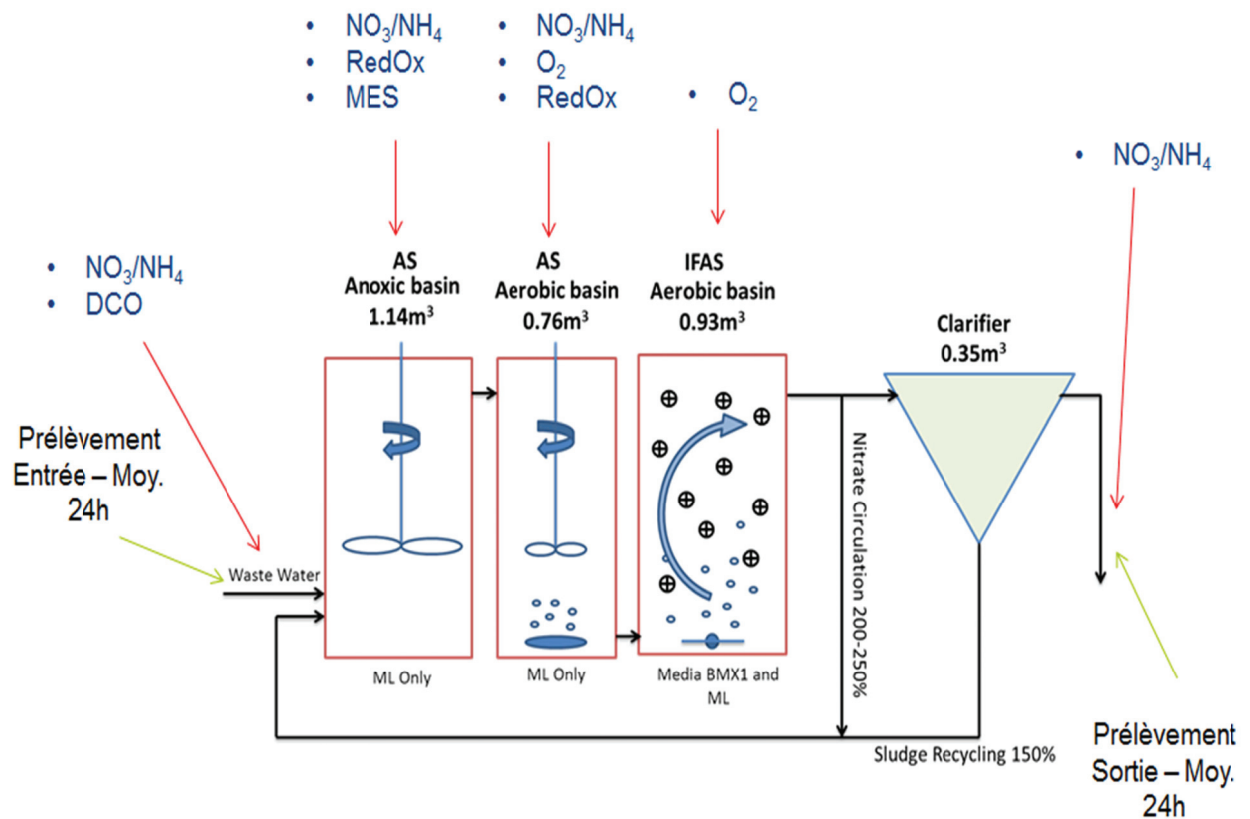


Vue des supportsensemencés dans le bassin aérobie 2 IFAS et dans un tube

I.2 Schéma de l'arrivée des eaux usées de station de la Feyssine à l'installation pilote

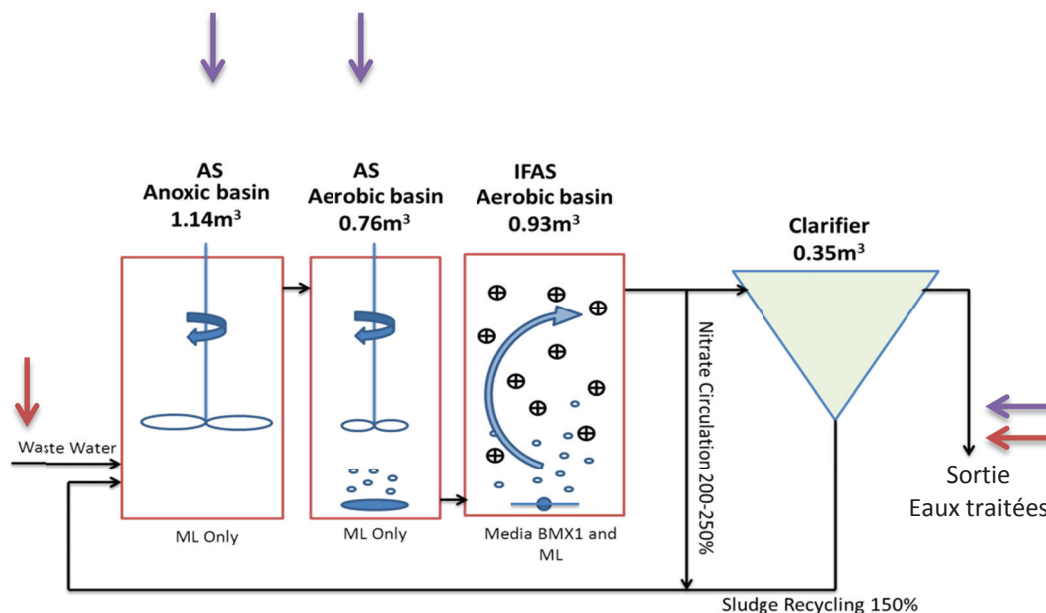


I.3 Emplacement des sondes et des points de prélèvements



ANNEXE II : Méthodes et protocoles de mesures

II.1 Bilan sur le procédé IFAS en configuration « trois bassins » et calcul des vitesses de nitrification « NPR » par bassin



→ Point de prélèvement de l'échantillon moyen 24h (entrée et sortie de filière)

→ Sonde de mesure des concentrations de N-NH_4^+ et N-NO_3^-

Principe :

Les échantillons moyens 24h déterminent les flux entrant et sortant ainsi que la consommation globale d'azote de la filière. Les sondes déterminent les flux consommés (N-NH_4^+) et produit (N-NO_3^-) dans chaque bassin.

Réactions biologiques considérées par réacteur :

Réacteur	Anoxie	Aérobie 1	Aérobie 2	Clarificateur
Dénitrification	X	X*	-	-
Assimilation de l'azote	X	X	X	-
Traitement de la DCO	X**	X	-	-
Nitrification	-	X	X	-

Pas de réaction biologique considérée dans le clarificateur *pour périodes avec séquençage seulement (période 4,5, 6.1 et 6.2) ** par la réaction de dénitrification

Méthode de détermination des flux par bassin :

- Les débits d'entrée, de recirculation des boues et de circulation de la liqueur mixte doivent être connus. Les échantillons moyens 24h en sortie servent à déterminer les flux amenés en anoxie par les (re)circulations.
- La valeur moyenne 24h de la sonde en anoxie détermine les flux sortant du bassin anoxique ($F_{NO3,anoxie}$). Le flux apporté par l'eau brute, $F_{NO3,entrée}$, est obtenu par échantillonnage moyen 24h. Le flux amené par les (re)circulations est déduit par bilan ($F_{NO3,R}$). La différence observée sur les valeurs nitrates correspond au flux dénitrifié dans la zone ($F_{NO3,DN}$). La consommation d'ammonium dans la zone correspond à l'assimilation ($F_{NH4,assim}$).

$$F_{NO3,DN} = F_{NO3,R} - F_{NO3,anoxie} - F_{NO3,entrée}$$

$$F_{NH4,assim} = F_{NH4,entrée} + F_{NH4,R} - F_{NH4,anoxie}$$

- Les flux nitrifiés en zone aérobie 1 ($F_{NO3,nit\ ae1}$) sont déterminés avec la valeur moyenne 24h de la sonde en aérobie 1 ($F_{NO3,ae1}$) et la valeur de la sonde en anoxie ($F_{NO3,anoxie}$). Le traitement de la DCO (F_{DCO}) correspond au flux de l'eau usée ($F_{DCO,entrée}$) et recirculé ($F_{DCO,R}$) auquel on soustrait le flux consommé lors de la réaction de dénitrification ($F_{DCO,DN}$).

$$F_{NO3,Nit\ ae1} = F_{NO3,anoxie} - F_{NO3,ae1}$$

$$F_{DCO} = F_{DCO,entrée} + F_{DCO,R} - F_{DCO,DN}$$

- La concentration dans le bassin aérobie 2 IFAS est considérée égale à la concentration sortant du pilote (échantillon moyen 24h). Le flux nitrifié sur cette zone est déterminé par de flux entrant ($F_{NO3,ae1}$) et le flux sortant mesuré en sortie de l'installation ($F_{NO3,sortie}$) par échantillonnage moyen 24h.

$$F_{NO3,Nit\ ae2} = F_{NO3,ae1} - F_{NO3,sortie}$$

- Sur tous les réacteurs, l'assimilation correspond à 5% du flux de DBO_5 consommé. Afin de contrôler la précision du bilan, il convient de vérifier sur la filière et dans chaque réacteur que le flux $N-NO_3$ produits sont égales aux flux de $N-NH_4$ consommées (sans assimilation).

Les vitesses de nitrification (NPR) sont obtenues en rapportant les flux au volume de chaque réacteur ou masse de boues, tel que : $NPR = \frac{F_{NO3\ produit\ réacteur}}{V_{réacteur}}$ en mgN/L/h

II.2 Détermination des vitesses de nitrification maximale « NPR_{max} »

Les pentes de consommation de l'ammonium et de production de nitrates et nitrites ont été déterminées à partir des concentrations en ammonium et nitrates/nitrites suivies au cours du temps. L'ensemble des essais ont été réalisés en conditions non limitantes d'azote, d'oxygène, alcalinité et de température pour la nitrification. La courbe de la somme nitrites/nitrates permet de déterminer les vitesses maximales avec plus de fiabilité. En effet, la vitesse de consommation de l'ammonium résulte de la production d'ammonium par ammonification, de la consommation par nitrification et par assimilation.

De manière à déterminer les vitesses maximales de nitrification du biofilm et de la liqueur mixte, deux échantillons de 5L ont été prélevés du bassin aérobie 2. L'un correspond à de la liqueur mixte avec des supportsensemencés (1), le second aux supportsensemencés et immergés dans de l'eau traitée (2). L'expérience a été menée simultanément sur ces deux échantillons. Afin de s'assurer d'une bonne représentativité, un volume de 5L a été prélevé et le nombre de support a été déterminé systématiquement (env. 1685).

La figure 1 présente la courbe type obtenue après un essai réalisé sur 2h. Un prélèvement de 100 mL est effectué à T_0 , T_{30} , T_{60} et T_{120} minutes.

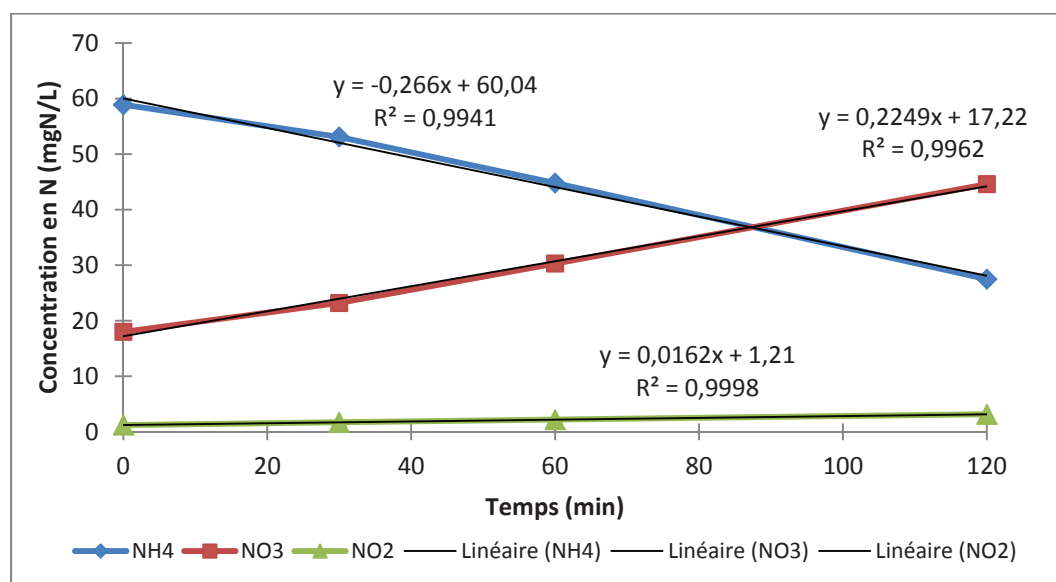


Figure 1 Consommation de N-NH_4^+ et production de N-NO_3^- et N-NO_2^- pendant l'expérience de mesure des NPR_{max}

Les courbes obtenues montrent que les concentrations en azote obéissent à une loi linéaire en fonction du temps : $\text{N}(t) = At + B$. Le coefficient A correspond à la vitesse maximale de nitrification (NPR_{max}) en mgN/L/min. Connaissant le nombre et le volume de support

BMX1 dans l'échantillon, il est possible de déduire une vitesse en $\text{gN/m}^2_{\text{support}}/\text{j}$ pour l'échantillon 2. La vitesse maximale de nitrification de la liqueur mixte est déduite par soustraction de la vitesse obtenue entre les échantillons 1 et 2.

II.3 Mesure de transfert en oxygène en boue par bilan Gazeux

La mesure de l'efficacité du transfert d'oxygène en boue ($k_L a'$) est réalisée par un bilan gazeux sur chaque réacteur aérobique (Rosso *et al.*, 2011). La présence de boue dans le réacteur crée une résistance supplémentaire au transfert, le $k_L a'$ est donc plus faible que le $k_L a$ pour des conditions similaires de transfert.

Le principe de la mesure par bilan gazeux repose sur un bilan matière de l'oxygène. En régime permanent, la quantité d'oxygène transférée de la phase gazeuse à la phase liquide est égale à la différence entre la quantité apportée au réacteur par les soufflantes et la quantité qui sort à la surface du bassin.

Cette méthode permet de déterminer le rendement d'oxygénation (RO') dans le bassin à l'aide d'un analyseur off-gas. Le rendement d'oxygénation est défini par :

$$RO' = \frac{\text{masse d'oxygène transférée}}{\text{masse d'oxygène injectée}}$$

Le rendement d'oxygénation local au point i est exprimé à l'aide des fractions molaires en oxygène contenues dans l'air apporté au réacteur (y'_e) et dans l'air sortant du bassin (y'_s), tel que :

$$RO'_i = 1 - \frac{y'_s(1 - y'_e)}{y'_e(1 - y'_s)}$$

En supposant que les gaz inertes n'influencent pas le processus de dissolution de l'oxygène, la fraction molaire de l'air insufflé au réacteur est constante et égale à 0,2095. Il suffit donc de mesurer la teneur en oxygène du gaz sortant à la surface du réacteur (y'_s) sec et sans dioxyde de carbone. L'oxygène sortant à la surface du réacteur est récupéré à l'aide d'une cloche hermétique de 40 cm de diamètre qui est raccordée à un analyseur de gaz Ewing Mark V (figure 5). Dans l'analyseur, l'oxygène recueilli traverse un tube de cristaux de silice pour enlever son humidité et un second tube contenant des pastilles de soude et de PVC pour enlever son CO_2 .

La concentration en oxygène dans le bassin est suivie par trois sondes à oxygène YSI réparties sur la hauteur du réacteur. Ces sondes sont étalonnées avant la mesure.

Le débit d'air injecté est suivi et régulé en continu par une électro vanne de marque Burkert, trois débits d'air ont été testés :

- Pour le réacteur aérobie 1 : 40-60-100 L/min
- Pour le réacteur aérobie 2: 40 - 80 – 110 L/min

La cloche ne permet pas de couvrir entièrement le réacteur testé, c'est pourquoi nous avons réalisé cette mesure pour 3 positions à la surface du réacteur aérobie 1 et 4 positions à la surface du réacteur aérobie 2.

Le rendement d'oxygénation en boue est ramené aux conditions standard de température et de pression tel que :

$$RO'_{i,St} = RO'_i \theta^{(20-T)} \left[\frac{C'_{S(20, 1013+\Delta P)}}{C'_{S(T, P+\Delta P)} - C} \right]$$

avec $C'_{S(20, 1013+dP)}$: concentration en oxygène à saturation à 20°C, 1013 hPa+dP de la colonne d'eau.

$C'_{S(T, P+dP)}$: concentration en oxygène à saturation dans les conditions de l'eau testée

C : concentration en oxygène dissous dans la liqueur mixte (mgO₂/L)

Θ : coefficient de correction de température, Θ= 1,024 (-)

Le AH'_{st} et le $k_L a'_{st}$ sont déduit du RO'_{st} , ramenés aux conditions standard de température et de pression, à l'aide des lois de transfert de l'oxygène tel que :

$$AH'_{st} = \frac{RO'_{st}}{100} \cdot 0,99 \cdot Q_{air}$$

$$k_L a'_{20} = \frac{AH'_{st}}{C'_{s,20} \cdot V}$$

avec, AH'_{st} : Apport horaire en boue en condition standard (kgO₂/L)

$k_L a'_{st}$: coefficient de transfert de l'oxygène en boue en condition standard (h⁻¹)

Q_{air} : débit d'air insufflé (Nm³/h)

$C'_{s,20}$: concentration en oxygène à saturation (mgO₂/L)

V : volume d'eau dans le réacteur (m³)

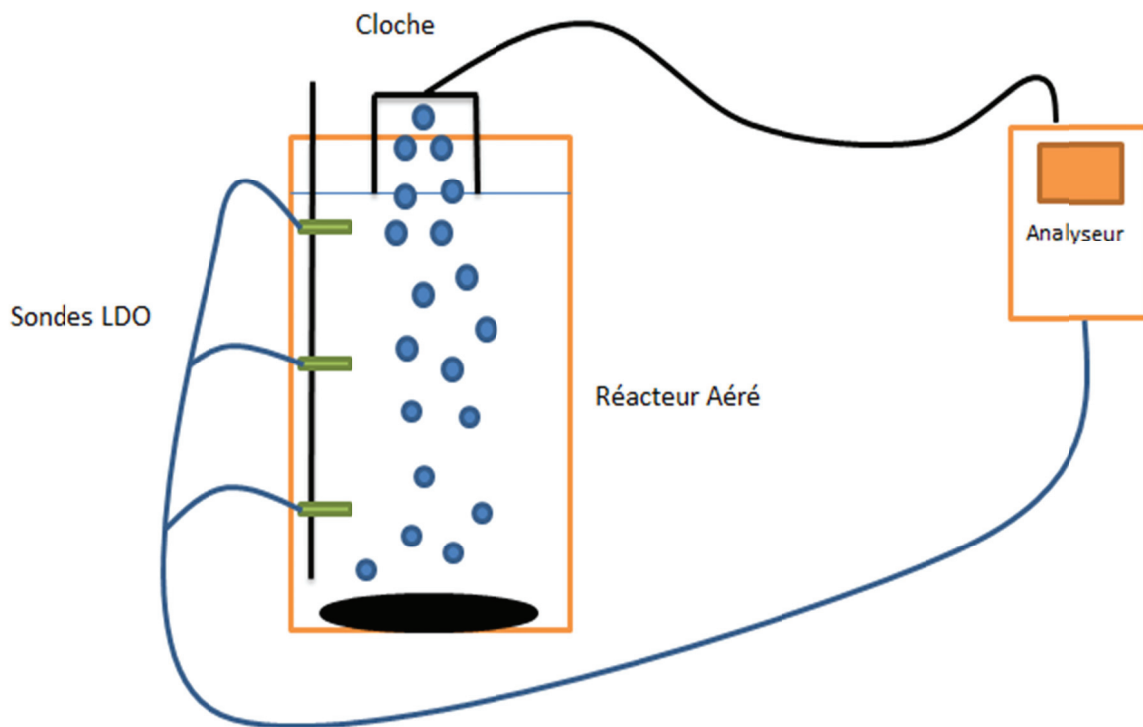


Figure 2 Schéma de la mesure du transfert de l'oxygène en boue par méthode de bilan gazeux

II.4 Traçage au sel sur l'installation pilote

Des traçages au sel ont été réalisés pour vérifier le comportement hydraulique des réacteurs. L'évolution de la conductivité est suivie pendant 24 h en entrée et en sortie de chaque réacteur. Un traçage a été réalisé sur les réacteurs suivant:

- Anoxie agité
- Aérobie 1 agité/aéré
- Aérobie 2 avec biomédia

Dans un premier temps il est nécessaire d'étalonner les conductimètres afin d'obtenir la corrélation entre la mesure de la conductivité et la concentration en sel. Les conductimètres ont été placés dans un seau auquel des concentrations connues et croissantes en sel sont injectées. La conductivité est reportée pour chaque concentration de sel (figure 3).

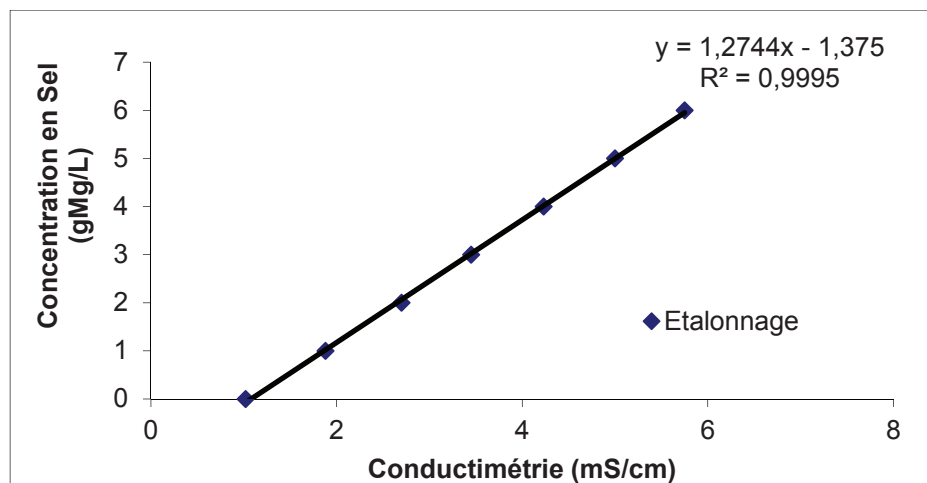


Figure 3 Etalonnage du conductimètre en sortie de réacteur pour le traçage sur le réacteur Anoxie

Une fois les conductimètres étalonnés, le traçage peut être réalisé. Le traçage a été réalisé avec des débits de (re)circulation des boues et des nitrates en anoxie constants. Un débit constant de 250 L/h en eau brute a été programmé. Le sel (MgCl) a été injecté instantanément à l'entrée du réacteur considéré, c'est-à-dire en imposant un signal impulsion « dirac » au réacteur. Cette injection dans un temps bref, a été réalisée par un volume de 5 L concentré de 4 à 5 gMgCl/L, équivalent à 4-5 mS/cm.

Dans un réacteur parfaitement agité, le sel se répartit instantanément dans toute la masse, puis il est graduellement élué suivant une décroissance exponentielle. Le profil des courbes obtenues sont présentées aux figures 4 et 5 pour les réacteurs anoxie et aérobie 2. Dans notre cas, une « cassure » dans la décroissance exponentielle est constatée. Le sel est élué rapidement puis beaucoup plus lentement environ 1h après l'injection. Ce résultat provient des débits de recirculation qui renvoient du sel dans le réacteur quelques temps après l'injection.

Parallèlement, ce traçage a été simulé à l'aide du logiciel GPS-X. Le composé soluble inerte : S_i , a été injecté à la même quantité que le traceur salin. Les débits programmés dans le simulateur, ainsi que les volumes de chaque bassin sont rigoureusement les mêmes que sur le pilote. Les courbes simulées sont comparées aux mesures expérimentales de traçage afin de vérifier que le modèle et le pilote disposent du même comportement hydraulique (figure 4 et 5).

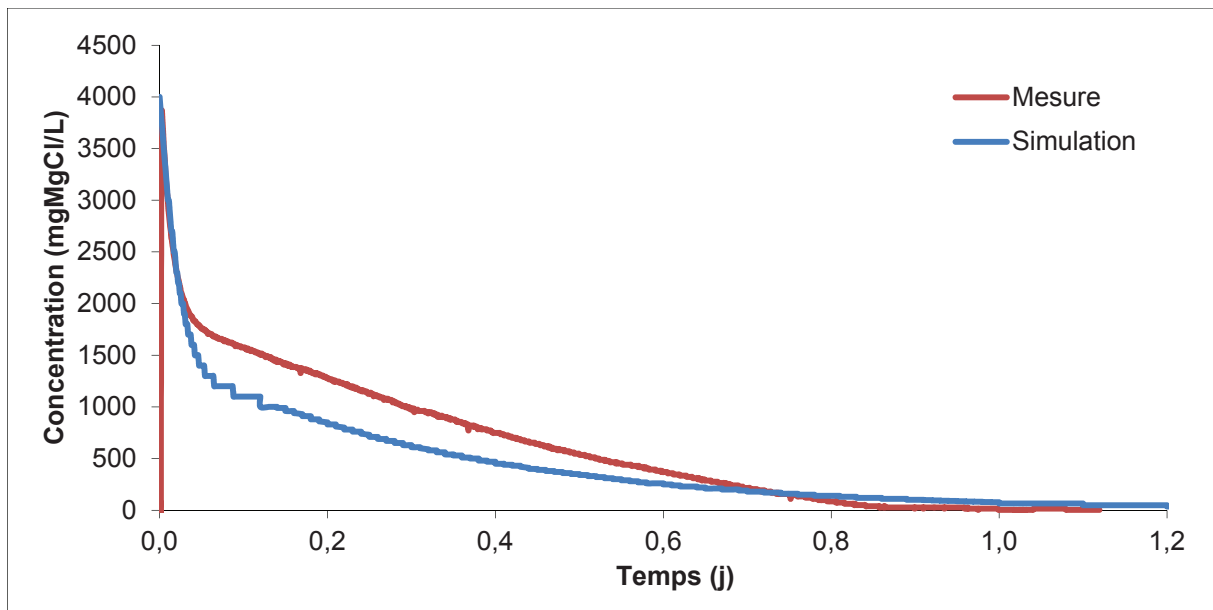


Figure 4 Mesure de traçage et simulation avec le modèle hydraulique de GPS-X du réacteur anoxie

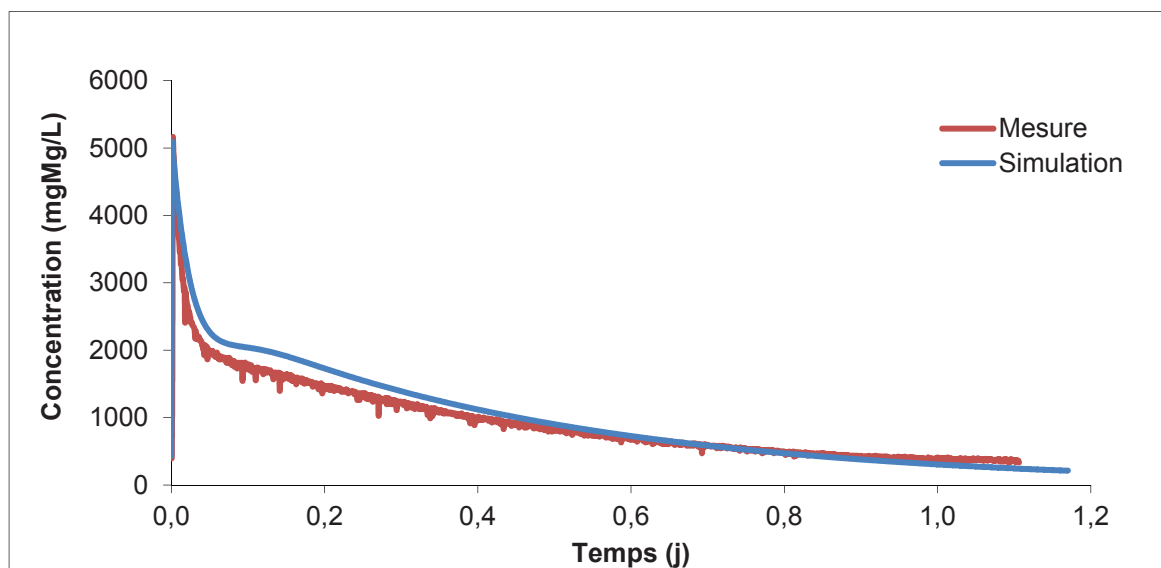


Figure 5 Mesure de traçage et simulation avec le modèle hydraulique de GPS-X du réacteur aérobie 2 avec 43 % de remplissage en supports BMX1

ANNEXE III : Etude de la fluidisation et calcul de la demande en oxygène dans les réacteurs aérés

III.1 Retentions solides pour 20% de taux de remplissage en support BMX1

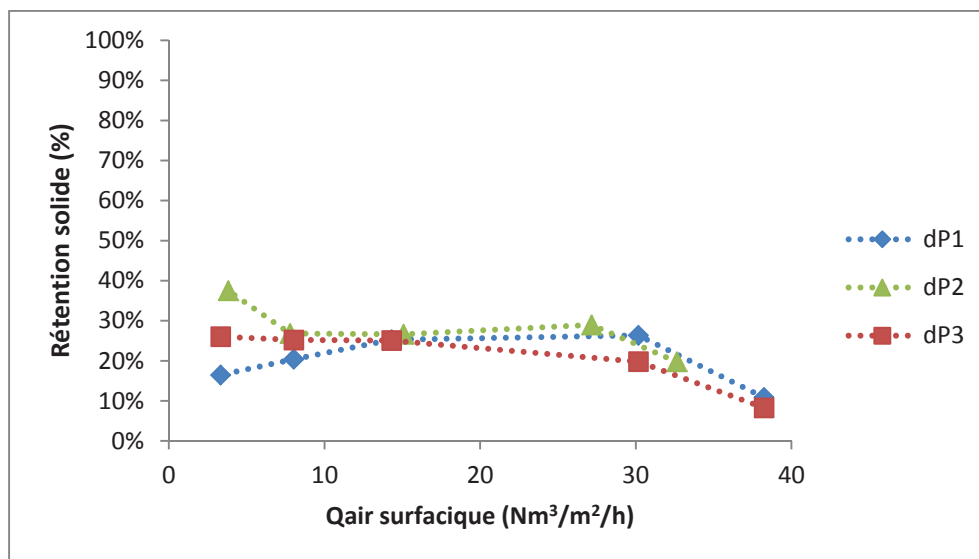


Figure 6 Mesures des rétentions solides en fonction du débit d'air surfacique pour un taux de remplissage en support (BMX1) de 20%

III.2 Débit d'air minimum nécessaire au traitement biologique (aérobie 1 et 2)

La demande journalière en oxygène a été déterminée pour les réacteurs aérobie 1 et aérobie 2 sur la base des conditions de traitement de la période 2 : $C_m = 0,3$ kgDBO₅/kgMVSLM/j ; MES = 2,2 gMES/L et T°C = 22°C. Cette approche fait l'hypothèse que tout le carbone est traité et assimilé en aérobie 1 et en anoxie, et que tout le traitement de l'azote (NTK) est réalisé dans le bassin aérobie 2 IFAS. La demande journalière en oxygène a été calculée grâce à l'équation suivante :

$$DJO = DO_{MO} + DO_{Nit} + DO_{Endog.} - AO_{dénit}$$

Avec, DJO : demande journalière en oxygène du réacteur (kgO₂/j)

DO_{MO} : demande en oxygène pour traiter la matière organique (kgO₂/j)

DO_{Nit} : demande en oxygène pour la nitrification (kgO₂/j)

DO_{Endog} : demande en oxygène lié à l'auto-oxydation des boues (kgO₂/j)

$AO_{\text{dénit}}$: apport en oxygène lié à la dénitrification (kgO_2/j)

Cette demande est de $0,95 \text{ kgO}_2/\text{j}$ pour le bassin aérobie 1 et $1,6 \text{ kgO}_2/\text{j}$ pour le bassin aérobie 2 IFAS pour obtenir 90% de rendement sur la DBO_5 et sur le NTK.

Les apports horaires dans chaque bassin doivent être supérieurs à la demande calculée ci-avant. En utilisant l'équation 22 de l' AH_{st} décrite dans le chapitre II.4.5, il est possible d'obtenir le $k_L a'$ minimum nécessaire au traitement (tableau 1).

Tableau 1 Débits d'air minimum nécessaires au traitement de l'azote et du carbone

	AH_{st} nécessaire (kgO_2/j)	Volume zone (L)	$k_L a'$ mini calculé (h^{-1})	Débit d'air mini pour la biologie (Nm^3/h)
Aérobie 1	0,95	766	5,3	0,5
Aérobie 2 IFAS	1,6	840*	8,0	5,5

*volume du réacteur sans le volume occupé par le plastique des supports

Ces $k_L a'$ ont été déterminés à $5,3 \text{ h}^{-1}$ et $8,0 \text{ h}^{-1}$ respectivement pour la zone aérobie 1 et aérobie 2 IFAS. Au regard des résultats obtenus dans le tableau 27 du paragraphe III.1.2.3 sur le transfert en boue des différentes zones, les débits minimum d'air correspondant sont de $0,5 \text{ Nm}^3/\text{h}$ pour la zone aérobie 1 et $5,5 \text{ Nm}^3/\text{h}$ pour la zone aérobie 2 IFAS. Si ces débits sont inférieurs alors une chute de rendement provenant d'un manque d'aération pourra être constatée.

Pour la zone aérobie 2 IFAS, ce débit est proche du débit minimum de fluidisation ($Q_{\text{air,surf}} = 10 \text{ Nm}^3/\text{m}^2/\text{h}$).

ANNEXE IV : Bilan phosphore sur le réacteur biologique

Lors du traitement, le phosphore est soit assimilé par la biomasse et accumulé dans les boues, soit inerte et reste en phase liquide. Il est présent sous forme de phosphate dissout (PO_4^{3-}), et sous forme de phosphore organique particulaire. Le phosphore total est mesuré sur des échantillons moyens 24h de l'eau usée entrante et de l'eau traitée (NF EN 13346). Le phosphore est également déterminé sur les échantillons de boues réalisés pour le bilan de boue en MES : boues bassin biologique, extraction et évacuation du clarificateur.

Si les réacteurs sont en régime hydraulique stationnaire, la masse de phosphore amenée par l'eau usée brute ($P_{\text{tot},e}$) est égale à la masse de phosphore sortie du système par l'eau ($P_{\text{tot},s}$) et par les boues extraites et évacuées ($P_{\text{tot},\text{boue}}$), tel que :

$$R_{\text{ptot}} = F_{P_{\text{tot},E}} - F_{P_{\text{tot},S}} - F_{P_{\text{tot},\text{boue}}} = 0$$

Ce bilan vérifie la conservation des masses sortantes et entrantes dans le système. Si une différence est constatée, la station n'est pas en régime hydraulique stable et un biais est créé sur les bilans massiques. Le tableau 2 présente les concentrations obtenues en phosphore totale sur les échantillons effectués pendant les périodes 6.1 (juillet 2014) et 6.2 (Août 2014).

Tableau 2 Concentration en phosphore total sur l'installation IFAS : entrée, sortie, bassin biologique, extraction des boues

Date	n=10	Entrée	Boue bassin*	Boue Extraction	Boue Flottant	Sortie
P_{tot} moy.	mgP/L	6,6	59,8	69,9	542,4	4,0
Ecart Type		0,8	18,5	21,5	146,9	0,7
MES, moy.	gMES/L	0,177	2,7	3,9	25,4	0,019
Ecartype		0,037	1,0	2,0	5,6	0,007

*prélèvement en aérobie 1, anoxie et aérobie 2 IFAS

La concentration en phosphore en entrée et sortie est peu variable d'un échantillon à un autre : 0,8 mgP/L pour des concentrations moyennes de 4,0 à 6,6 mgP/L. Cependant celles-ci sont beaucoup plus variables sur les échantillons de boue avec en moyenne un écart de 30% sur la valeur moyenne. La variation de la concentration en MES et de la charge massique peut expliquer ces variations.

Le ratio phosphore total sur MES est constant et dépend du temps de séjour des boues.

Le bilan en phosphore totale ($R_{P_{tot}}$) a été effectué suivant l'équation précédente. Les valeurs obtenues sont récapitulées dans le tableau 3.

Tableau 3 Bilan en phosphore total ($R_{P_{tot}}$) sur le pilote IFAS

Date	$F_{P_{tot},E}-F_{P_{tot},S}$	$F_{P_{tot},boue}$	$R_{P_{tot}}$
n=10	gP/j	gP/j	%
Moyenne	23,3	25,9	±11%
Ecart Type	10,5	11,7	-

Le flux moyen de phosphore qui s'est accumulé dans l'installation est en moyenne de 23,3 mgP/L, et 25,9 gP/j. Une différence moyenne de 11% est constatée. Cette différence provient du protocole de prise d'échantillon ; les échantillons de boues ont été prélevés de manière ponctuelle sur la journée.

La concentration en phosphore varie avec la concentration en MES de l'échantillon. C'est pourquoi nous avons rapporté la masse de phosphore total à la masse de MES des échantillons (tableau 4).

Tableau 4 Rapport de la masse de phosphore sur la masse de MES des boues

Date	Boue bassin	Boue Extraction	Boue Flottant	Biofilm Détaché*
n=10	mgP/gMES	mgP/gMES	mgP/gMES	mgP/gMES
Moyenne	21,3	19,7	20,2	23,5*
Ecart Type	2,9	3,3	2,1	-

*détaché par ultrason dans une cuve de 3L avec de l'eau distillée, n=2

Ce ratio varie peu d'un échantillon à un autre, les écarts types varient de 10 à 15% des valeurs mesurées. En moyenne 20 mgP/gMES s'accumule dans les boues. Nous notons que les mesures effectuées sur le biofilm détaché, donnent des résultats similaires aux boues du bassin avec 23,5 mgP/gMES.

ANNEXE V : Tests de microbiologie moléculaire

Le premier objectif des analyses microbiologiques était de déterminer si les bactéries nitrifiantes (AOB) de la liqueur mixte étaient les mêmes que celles qui se développent dans le biofilm. Pour cela, des analyses FISH (Fluorescence *In Situ* Hybridization) préliminaires puis des analyses en DGGE (Denaturing Gradient Gel Electrophoresis) ont été réalisées.

Le second objectif était de connaître l'évolution de la quantité de bactéries nitrosantes dans le biofilm et dans la liqueur mixte en fonction des conditions de fonctionnement. Dans ce but, des analyses par PCR quantitative (qPCR) ont été réalisées.

Matériel et Méthode

Prélèvement

Le protocole de prélèvement mis en place pendant 2 mois a permis de réaliser 5 séries d'échantillons (liqueur mixte et biofilm) pendant les périodes expérimentales 6.1 et 6.2. Ces prélèvements ont été effectués dans le bassin aérobie 2 IFAS à l'aide d'un flacon de 2 L. Cette prise comprend la liqueur mixte et les supports mélangés.

La liqueur mixte a été séparée des supports par un tamis grossier. Les deux phases ont ensuite été réparties chacune dans un flacon plastique et amenées au laboratoire d'Irstea Villeurbanne pour être conditionnées pour les analyses microbiologiques.

Pour le biofilm, 100 biomédias ont été prélevés du réacteur et placés dans une cuve ultrason avec 2 L d'eau distillée. Les supports ont été soumis aux ultrasons pendant 30 minutes à puissance 35kHz pour ne pas dénaturer le biofilm et pour préserver l'intégrité des cellules (Foladori *et al.*, (2007)). Le biofilm détaché a été récupéré dans un flacon, puis 400 mL sont centrifugés à 5800 g à 4°C pendant 15 min. Pour la liqueur mixte, 400 mL d'échantillon sont centrifugés à 5800 g pendant 15 min à 4°C.

Pour les analyses qPCR et DGGE, 500 mg de culot de chaque échantillon ont été prélevés et conservés à -20°C avant analyse. Pour les analyses FISH, 0,5 mL de biofilm détaché ou de liqueur mixte ont été fixés à l'éthanol absolu (v/v) et conservés à -20°C.

Les échantillons ont ensuite été envoyés au Laboratoire de Microbiologie des Bioprocédés d'Irstea Antony pour analyse. Au total, 5 séries d'échantillons ont été réalisées dans le réacteur aérobie 2 IFAS aux dates suivantes :

- 07/07/14
- 10/07/14
- 27/07/14
- 22/08/14
- 29/08/14

Principe des analyses microbiologiques

Analyse FISH

La technique FISH permet à la fois d'identifier de manière fiable des micro-organismes cibles et de visualiser leur morphologie et leur répartition spatiale au sein des flocs. Cette technique repose sur l'utilisation de sondes oligonucléotidiques marquées par un fluorophore (Cy5, Cy3, FITC) qui se fixent sur l'ARN ribosomique 16S des cellules cibles.

Le protocole se déroule en 5 étapes :

- 1 - Fixation des cellules (Ethanol absolu)
- 2 - Perméabilisation des membranes (50-80-96 % éthanol)
- 3 - Hybridation des sondes marquées (46°C, % formamide variable et fonction de la sonde utilisée)
- 4 - Lavages
- 5 - Observation en microscopie à épifluorescence

Le tableau 1 ci-dessous présente les sondes choisis associés aux bactéries cibles.

Sondes	Cibles	Fluorophores	% Formamide
EUB mix	Bactéries	FITC	0-50
Bet 42 a*	Betaprotéobactéries	Cy5	0-50
Nse1472*	<i>Nitrosomonas</i> <i>europaea</i> , <i>N.</i> <i>halophila</i> , <i>N.</i> <i>eutropha</i>	Cy3	50
NEU	<i>Nitrosomonas spp.</i>	Cy3	40
nmV*	<i>Nitrosococcus</i> <i>mobilis</i>	FITC	35
6a192	<i>Nitrosomonas</i> <i>oligotropha</i>	Cy3	35
Nsv443	<i>Nitrospira spp.</i>	Cy3	30

* : sondes supplémentaires ajoutées à l'analyse

Tableau 1 Sondes et bactéries cibles pour l'analyse FISH

Plusieurs sondes ont été associées en fonction du % de formamide pour former des mix d'hybridation décrits ci-dessous :

% Formamide	Mix	Sondes
30	1	EUB I II III FITC / nsv443 cy3
35	2	nmV FITC / 6a192 cy3 (C) / Bet 42 a cy5(C)
40	3	EUB I II III FITC / NEU cy3
50	4	EUB I II III FITC / Nse1472 cy3

Tableau 2 Mix d'hybridation de l'analyse FISH

Analyse DGGE

La DGGE permet d'obtenir pour chaque échantillon un profil électrophorétique dont l'abondance des bandes reflète la biodiversité de la communauté des micro-organismes d'intérêt, chaque bande correspondant au moins à une espèce cible. Cette technique permet de séparer des molécules d'acides nucléiques (ADN) de même taille mais de séquences nucléotidiques différentes. Après extraction d'ADN et amplification par PCR (Polymerase Chain Reaction), les fragments d'ADN amplifié sont déposés sur un gel contenant un gradient de dénaturants (urée et formamide) croissant du haut vers le bas du gel. Sous l'effet d'un champ électrique, les fragments migrent dans le gel et se dénaturent plus ou moins rapidement en fonction de leur séquence (composition en bases A-T et G-C) (figure 7). Au niveau des amorces, une séquence composée uniquement des bases C et G, appelée « GC clamp », empêche la dénaturation complète des brins. Ainsi, lorsque la concentration en dénaturants devient suffisante pour dénaturer complètement la séquence cible, la migration cesse. Le tableau 3 présente les amorces utilisées pour cette analyse. Les tableaux 4 et 5 présentent les solutions utilisées pour chaque amorce.

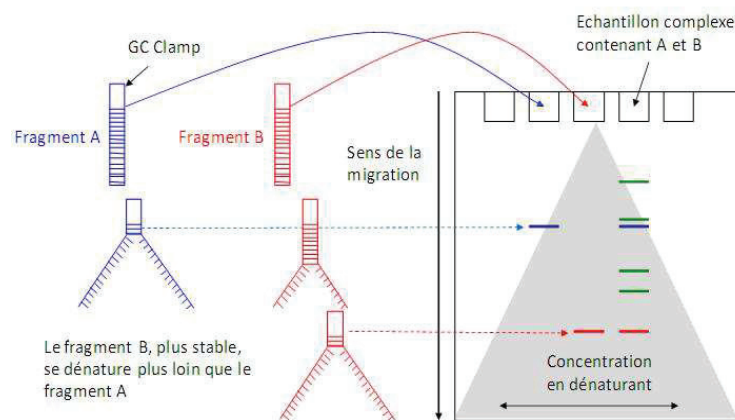


Figure 7 Principe de l'analyse par électrophorèse sur gel en gradient dénaturants (DGGE)

Amorces	GC-clamp	Séquence	Taille amplicon	Réf. biblio.
CTO 189F AB-GC	CCG CCG CGC GGC GGG CGG GGC GGG GGC ACG GGG	GGA GRA AAG CAG GGG ATC G	465 pb	Kowalchuk (1997)
CTO 189F C-GC	CCG CCG CGC GGC GGG CGG GGC GGG GGC ACG GGG	GGA GGA AAG TAG GGG ATC G		
CTO 654R		CTA GCY TTG TAG TTT CAA ACG C		
341F-GC	CGC CCG GGG CGC GCC CCG GGC GGG GCG GGG GCA CGG GGG G	CCT ACG GGA GGC AGC AG	193 pb	Muyzer (1993)
534R	-	ATT ACC GCG GCT GCT GG		

Tableau 3 Amorces utilisées pour l'analyse DGGE

Amorces	CTO 189F AB-GC, CTO 189F C-GC, CTO 654R			
Solutions stock	[C] initiale	[C] finale	Vol/puits (µl)	
PCR Buffer ABgene	[10X]	[1X]	2,5	5
MgCl ₂	25 mM	1,5 mM	1,5	3
dNTP Thermo (dilués au 1/10^e)	2,5 mM chacun	250 µM chacun	2,5	5
BSA	20 mg/mL	0,5 mg/mL	0,625	1,25
CTO 189F AB-GC	10 µM	0,32 µM	0,8	1,6
CTO 189F C-GC	10 µM	0,16 µM	0,4	0,8
CTO 654R	10 µM	0,48 µM	1,2	2,4
Taq pol. ABgene	5 U/µL	0,625 U	0,125	0,25
ADN	Variable		2,5	5
Eau stérile qsp 25 µL			12,85	-
Eau stérile qsp 50 µL			-	25,7
Etapes	Durée ≈ 1h	Température	Répétition	
Activation Hot Start	15 min	95°C		
Dénaturation	30 sec	94°C		
Hybridation	30 sec	57°C	x 35	
Elongation	1 min	72°C		
Elongation finale	5 min	72°C		

Tableau 4 Solutions utilisées pour les amorces CTO 189F AB-GC, CTO 189F C-GC, CTO 654R

Amorces		341F-CG et 534R		
Solutions stock	[C] initiale	[C] finale	Vol/puits (µl)	
PCR Buffer ABgene (sans Mg ²⁺)	[10X]	[1X]	2,5	5
MgCl ₂	25 mM	1.5 mM	1,5	3
dNTP dilué au 1/10	2,5 mM chacun	250 µM chacun	2,5	5
BSA	20 mg/mL	0,5 mg/mL	0,625	1,25
341F-GC	12,5 µM	0,5 µM	1	2
534R	12,5 µM	0,5 µM	1	2
Thermo start DNA pol ABgene	5 U/µL	0,625 U	0,125	0,25
ADN	Variable	30 ng	2,5	5
Eau stérile qsp 25 µL			13,25	-
Eau stérile qsp 50 µL			-	26,5
Etapes	Durée ≈ 1h	Température	Répétition	
Activation Hot Start	15 min	95°C		
Dénaturation	30 sec	94°C		
Hybridation	30 sec	65 -> 55°C (-0.5°C/cycle)	x 20	
Elongation	30 sec	72°C		
Dénaturation	30 sec	94°C		
Hybridation	30 sec	55°C	x 5	
Elongation	30 sec	72°C		
Elongation finale	5 min	72°C		

Tableau 5 Solutions utilisées pour les amorces 341F-CG et 534R

Analyse PCR quantitative

La PCR quantitative permet de mesurer la quantité d'ADN cible d'un échantillon. Le principe est le même que celui d'une PCR classique (répétition d'un même cycle de 3 étapes : dénaturation du fragment d'ADN cible, hybridation des amorces, élongation du brin néoformé), à la différence que la quantité d'ADN produit est mesurée à chaque cycle grâce à la fluorescence émise par le SybrGreen®, un intercalant de l'ADN double brin. Cette méthode nécessite la réalisation d'une gamme étalon à partir de solutions standards dont la quantité d'ADN cible est connue. Pour chaque échantillon, le logiciel détermine une valeur de « cycle seuil » ou Cq (Quantification Cycle) correspondant au cycle au cours duquel la

fluorescence devient significativement différente du bruit de fond. Par comparaison avec les Cq de la gamme étalon, il est possible de connaître la quantité d'ADN cible de chaque échantillon, exprimée en nombre de copies du gène cible/ μl (ou par μg d'ADN) dans le tube réactionnel. Une courbe de dissociation est réalisée à la fin de chaque analyse afin de s'assurer de la spécificité de l'amplification. Les tableaux 6 et 7 présentent les amorces utilisées pour l'analyse qPCR sur les bactéries totales et les AOB.

qPCR bactéries totales	Amorces	Séquence	Taille amplicon	Réf. biblio.	
	1055 f 1392R	ATG GCT GTC GTC AGC T ACG GGC GGT GTG TAC	352 pb	Ferris <i>et al.</i> (1996) Lane (1991)	
	Solutions	[C] initiale	[C] finale	Vol/puits (μl)	
				Mix Mp	Mix bact.
	Iq Buffer (Biorad)	2 X	1 X	12,5	12,5
	Primer Mp A	10 μM	0,4 μM	1	-
	Primer Mp S	10 μM	0,4 μM	1	-
	Primer 1055 F	10 μM	0,6 μM	-	1,5
	Primer 1392 R	10 μM	0,6 μM	-	1,5
	ADN	5 ng/ μl	10 ng	2	2
		Eau stérile qsp 25 μL		8.5	7,5
	Etapas	Durée $\approx$ 1h15	Température	Répétition	
	Activation Hot Start	3 min	95°C	x 40	
	Dénaturation	30 sec	95°C		
	Hybridation	30 sec	60°C		
	Elongation	30 sec	72°C		
	Dissociation	10 min	65 ->95°C		

Tableau 6 Amorces utilisées pour l'analyse qPCR sur les bactéries totales

qPCR AOB	Amorces	Séquence	Taille amplicon	Réf. biblio.
	AmoA 1F AmoA 2R	GGG GTT TCT ACT GGT GGT CCC CTC KGS AAA GCC TTC TTC	491 pb	Rotthauwe <i>et al.</i> (1997)
	Solutions	[C] initiale	[C] finale	Vol/puits (µl)
	Iq Buffer (Biorad)	2 X	1 X	12,5
	Primer AmoA 1F	10 µM	0,4 µM	1
	Primer AmoA 2R	10 µM	0,4 µM	1
	ADN	5 ng/µl	10 ng	2
		Eau stérile qsp 25 µL		8,5
	Etapes	Durée ≈ 2h	Température	Répétition
	Activation Hot Start	3 min	95°C	
	Dénaturation	30 sec	95°C	
	Hybridation	30 sec	56°C	x 40
	Elongation	45 sec	72°C	
	Dissociation	10 min	65 ->95°C	

Tableau 7 Amorces utilisées pour l'analyse qPCR sur les bactéries AOB

Résultats et discussion

Composition des populations nitrifiantes entre la liqueur mixte et le biofilm

Les analyses FISH ont été réalisées afin d'identifier les espèces composant la communauté des pour les deux types d'échantillons.

Les espèces présentes sont *Nitrosomonas europaea*, *N. halophila/eutropha* et *N. oligotropha* (figure 8). Ces espèces ont déjà été identifiées dans la liqueur mixte et le biofilm d'un réacteur IFAS (Onnis-Hayden *et al.* (2011)) et en boue activée (Hallin *et al.* (2005)). Les observations montrent une fréquence moins importante de ces espèces dans la liqueur mixte, ce qui pourrait s'expliquer par le fait que les AOB se développent peu dans la liqueur mixte et proviennent essentiellement du biofilm par détachement.

Les espèces *Nitrosococcus mobilis* et *Nitrosospira spp.* n'ont pas été retrouvées dans les échantillons.

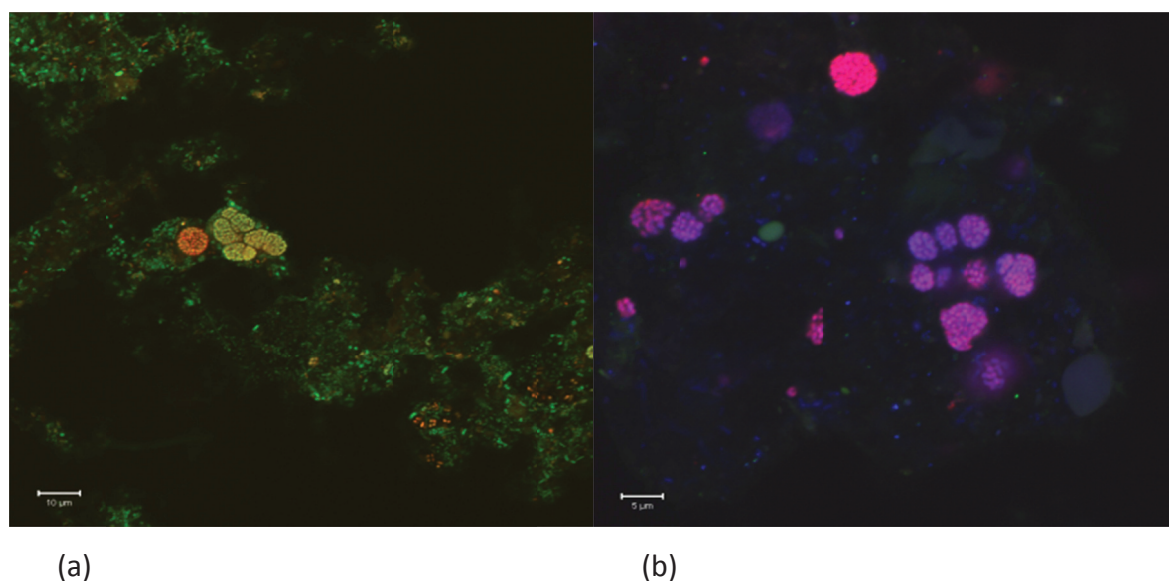


Figure 8 Observations microscopiques en FISH des bactéries nitrosantes des échantillons de liqueur mixte (a) et du biofilm (b)

(a) sondes EUB (bactéries, vert) et NEU (*Nitrosomonas spp.*, rouge)
 (b) sondes 6a192 (*N. oligotropha*, rouge), Bet 42 a (β protéobactéries, bleu)

Les résultats obtenus en DGGE sur les 5 séries d'échantillons sont présentés sur la figure 9. Chaque piste verticale correspond au profil électrophorétique d'un échantillon (BF= biofilm ; LM= liqueur mixte), et chaque bande à au moins une espèce d'AOB.

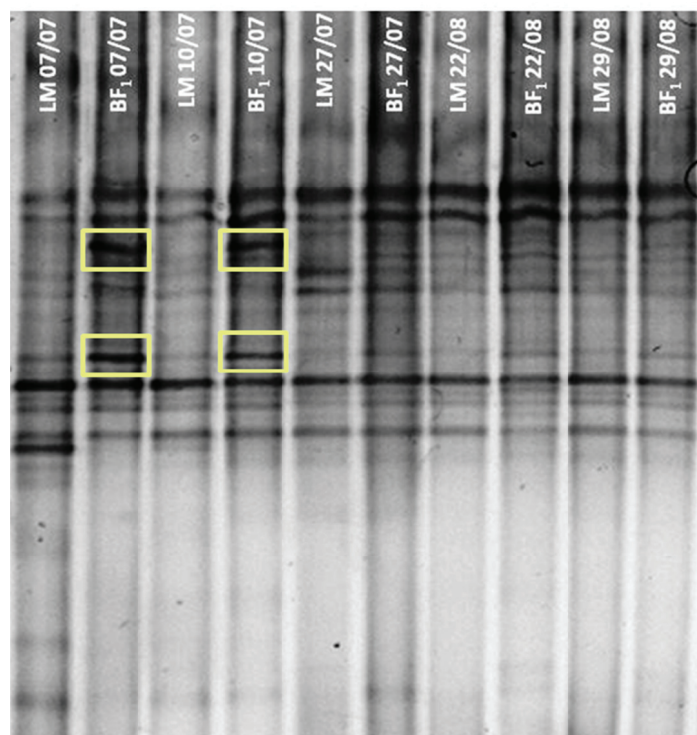


Figure 9 Résultats des analyses microbiologiques par DGGE sur les échantillons des périodes 6.1 et 6.2

Les profils du biofilm et de la liqueur mixte sont très similaires et relativement constants du 27/07/14 au 29/08/14, la composition de la flore nitrifiante est donc similaire entre la liqueur mixte et le biofilm. Cette observation est en accord avec les analyses FISH précédentes et va dans le sens de l'hypothèse d'un échange de biomasse nitrifiante entre les deux phases par détachement des bactéries du biofilm.

La composition de la communauté de bactéries AOB évolue également peu dans le temps, que ce soit dans le biofilm ou la liqueur mixte. La variation du MLSRT aérobie entre la période 6.1 et 6.2 (charge massique appliquée de 0,40 à 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C) sur cette période n'influence donc pas la biodiversité des espèces nitrosantes. Cette observation est en accord avec les conclusions de l'étude de Halli et al. (2005) réalisée sur un procédé à boue activée. Ils soutiennent que le SRT affecte les vitesses de nitrification mais pas la composition des lignées de bactéries AOB.

Sur les échantillons du 07/07/14 et du 10/07/14, deux bandes apparaissent comme majoritaires dans le biofilm alors qu'elles sont minoritaires dans la liqueur mixte (carrés jaunes). Les conditions de fonctionnement appliquées ne semblent donc pas favorables à ces deux espèces dans la liqueur mixte par rapport aux autres séries d'échantillons. La charge massique appliquée est proche de 0,40 kg DBO₅/kg MVS_{LM}/j à 22°C, le MLSRT aérobie est d'environ 2 jours.

Quantification des populations nitrifiantes de la liqueur mixte et du biofilm

Les mesures obtenues en qPCR sont présentées sur la figure 10, le nombre de copies du gène/μg d'ADN est présenté et comparé aux vitesses de nitrification maximales (NPR_{max}) mesurées le jour de l'échantillonnage. Pour des raisons techniques, il n'a pas été possible de remonter au nombre de cellules/L dans la liqueur mixte ou au nombre de cellules par support. Par conséquent les données de quantification des deux phases sont exploitables séparément mais ne sont pas comparables entre elles.

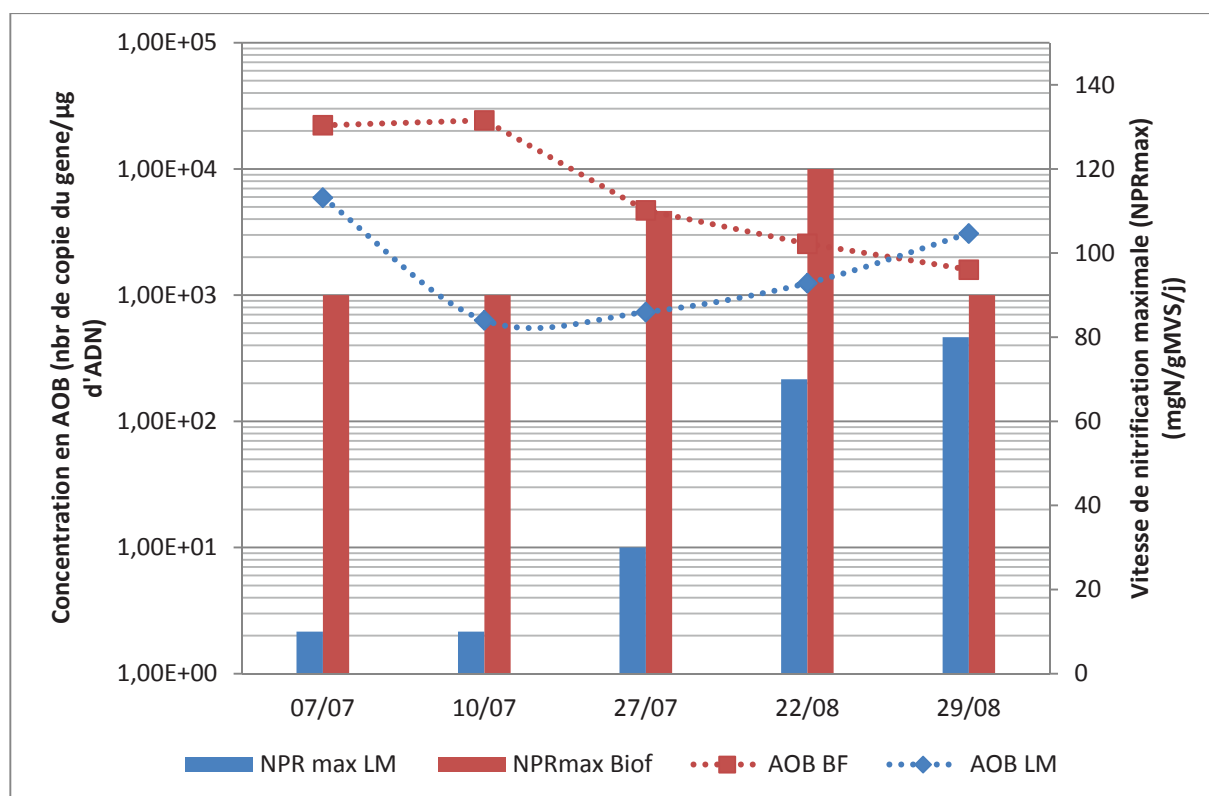


Figure 10 Concentrations en bactéries AOB obtenues par analyse qPCR sur les périodes 6.1 et 6.2

La quantité d'AOB détectée dans la liqueur mixte augmente de près d'un demi log entre le 10/07 et le 29/08. A l'inverse, dans le biofilm, elle diminue de plus d'un log entre ces deux dates. Il semble donc que la population de bactéries AOB migre vers la liqueur mixte à cette période. Parallèlement, la vitesse de nitrification maximale de la liqueur mixte est multipliée par 7 entre le 10/07 et le 29/08, ce qui va dans le sens des résultats obtenus en qPCR. La vitesse de nitrification du biofilm est beaucoup moins variable et il ne semble pas y avoir de relation avec la quantité de bactéries nitrosantes.

Les conditions de fonctionnement différentes entre le mois de juillet (6.1) et le mois d'août (6.2), influencent la répartition des bactéries AOB entre le biofilm et la liqueur mixte. Les concentrations moyennes en oxygène dans le réacteur sont de 4,2 mg O₂/L pour les échantillons du 10/07 et du 27/07, et de 1,6 mg O₂/L pour les échantillons du 22/08 et du 29/08. Cette diminution sous-alimente le biofilm en oxygène et a un effet négatif sur le développement de ces bactéries. La variation de la quantité d'AOB du biofilm est indépendante du MLSRT aérobie. Mais, les bactéries AOB de la liqueur mixte sont favorisées

par l'augmentation du MLSRT aérobique les 22/08 et 29/08, même pour des concentrations en oxygène <2 mg O₂/L.

Conclusion

L'étude microbiologique menée a permis d'apporter des informations supplémentaires et de conforter les résultats obtenus par la mesure des vitesses de nitrification maximales.

Les espèces de bactéries AOB sont les mêmes dans le biofilm et la liqueur mixte pour la période 6.2 à charge massique de 0,22 kg DBO₅/kg MVSLM/j et correspondent à *Nitrosomonas europaea*, *N. halophila*, *N. eutropha* et *N. oligotropha* ; cette biodiversité a déjà été observée sur des stations à boue activée en aération prolongée et des stations IFAS. La modification du MLSRT ne modifie pas la composition des populations nitrifiantes.

Enfin, la quantité d'AOB dans la liqueur mixte varie avec les charges massiques appliquées (MLSRT aérobique plus ou moins faible) et modifie ainsi leur répartition entre liqueur mixte et biofilm. La quantité de bactéries nitrosantes dans le biofilm varie avec la concentration en oxygène dans le réacteur.

Références Bibliographiques

Foladori, P., Laura, B., Gianni, A. & Giuliano, Z. (2007) Effects of sonication on bacteria viability in wastewater treatment plants evaluated by flow cytometry - Fecal indicators, wastewater and activated sludge. *Water Research*, 41 (1), 235-243.

Hallin, S., Lydmark, P., Kokalj, S., Hermansson, M., Sörensson, F., Jarvis, A., Lindgren, P. E. , (2005) Community survey of ammonie-oxidizing bacteria in full-scale activated sludge processes with different solids retention time, *Journal of Applied Microbiology*, **99**, 629–640.

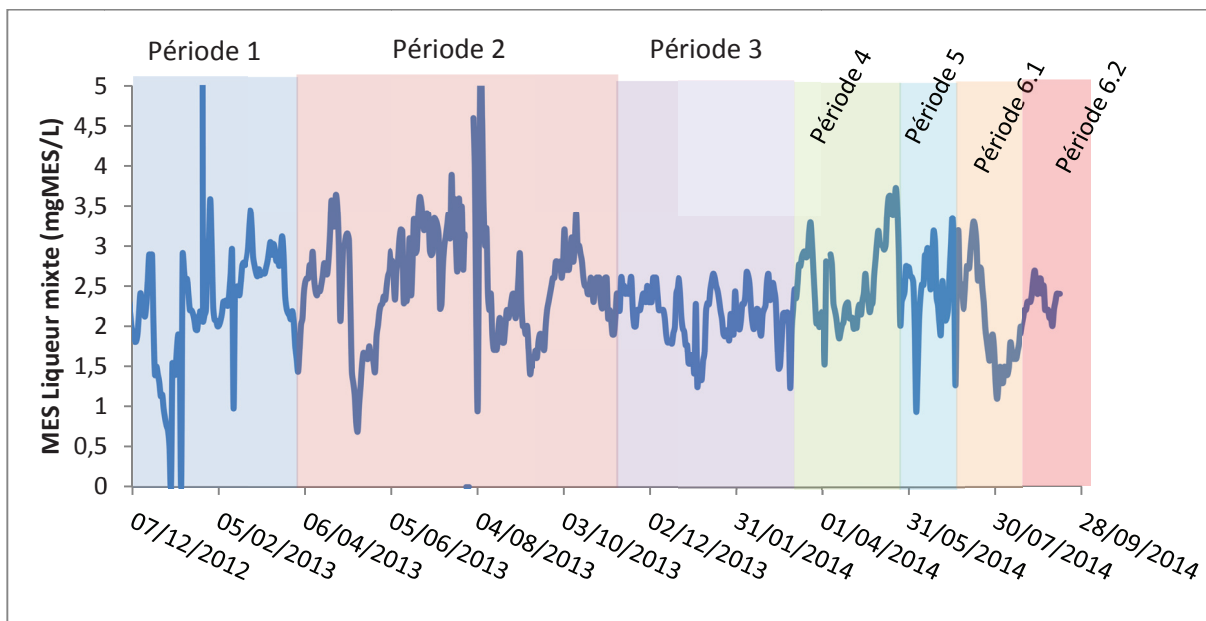
Onnis-Hayden, A., Majed, N., Schramm, A. & Gu, A. Z. (2011) Process optimization by decoupled control of key microbial populations: distribution of activity and abundance of polyphosphate-accumulating organisms and nitrifying populations in a full-scale IFAS-EBPR plant. *Water Research*, **45** (13), 3845-3854.

Veuillet, F., Lacroix, S., Bausseron, A., Gonidec, E., Ochoa, j., Christensson, M., and Lemair, R., (2014), Integrated fixed-film activated sludge ANITATMMox process – a new perspective for advanced nitrogen removal, *Water Science and Technology*, **69** (5), 915-922.

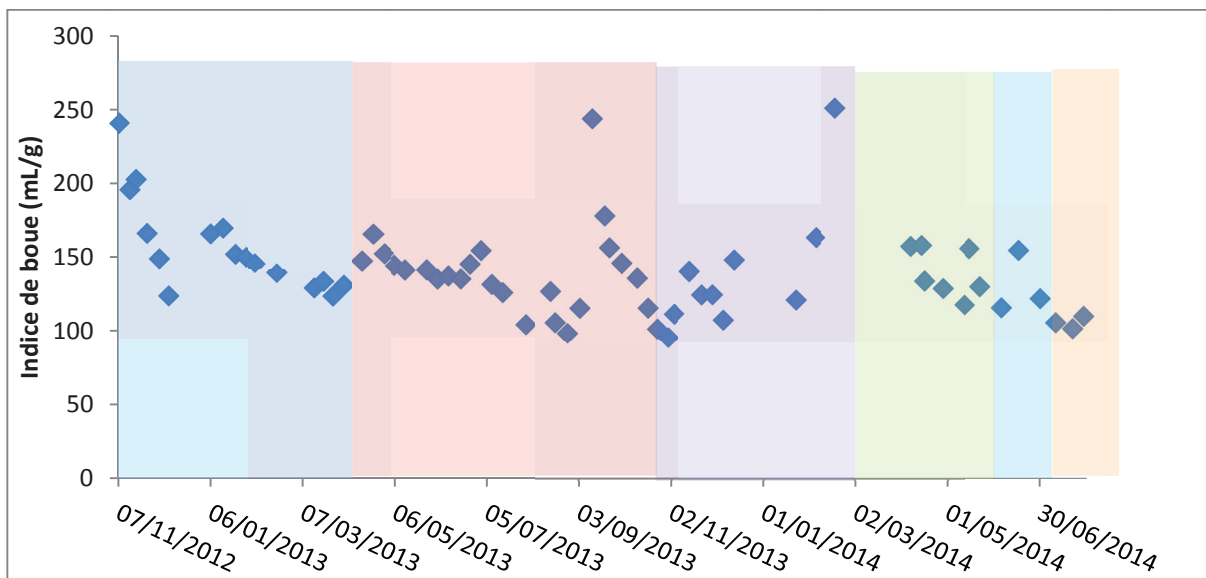
ANNEXE VI : Mesures de suivi sur les réacteurs du pilote IFAS

VI.1 Concentration en MES, masse surfacique de biofilm et indice de boue

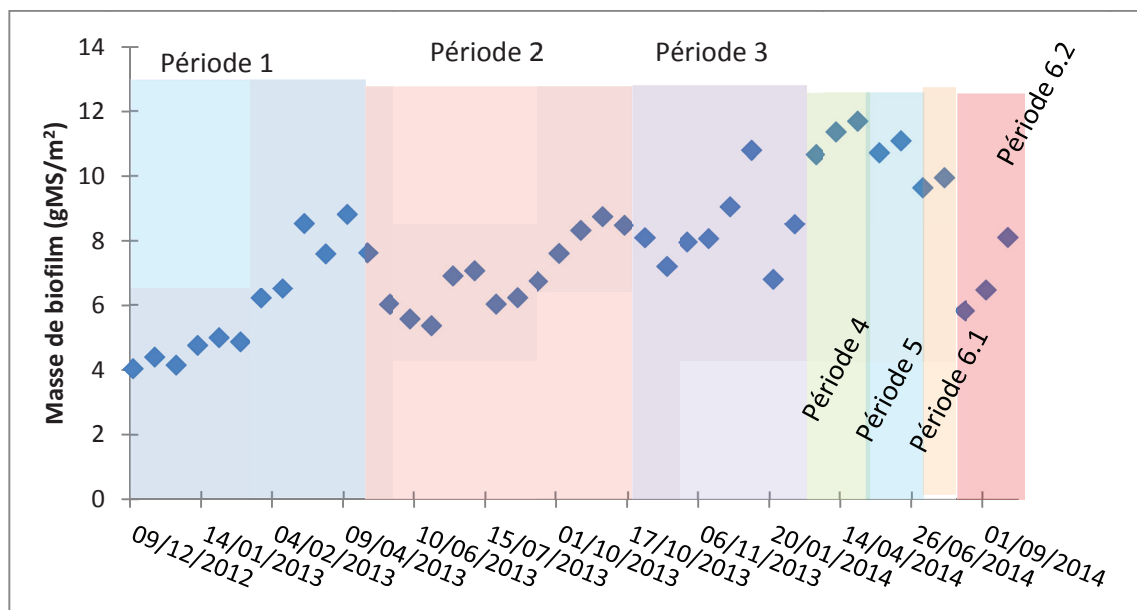
Concentration en MES de la liqueur mixte mesurée dans la zone anoxie



Indice de boue de la liqueur mixte pendant toutes les périodes expérimentales

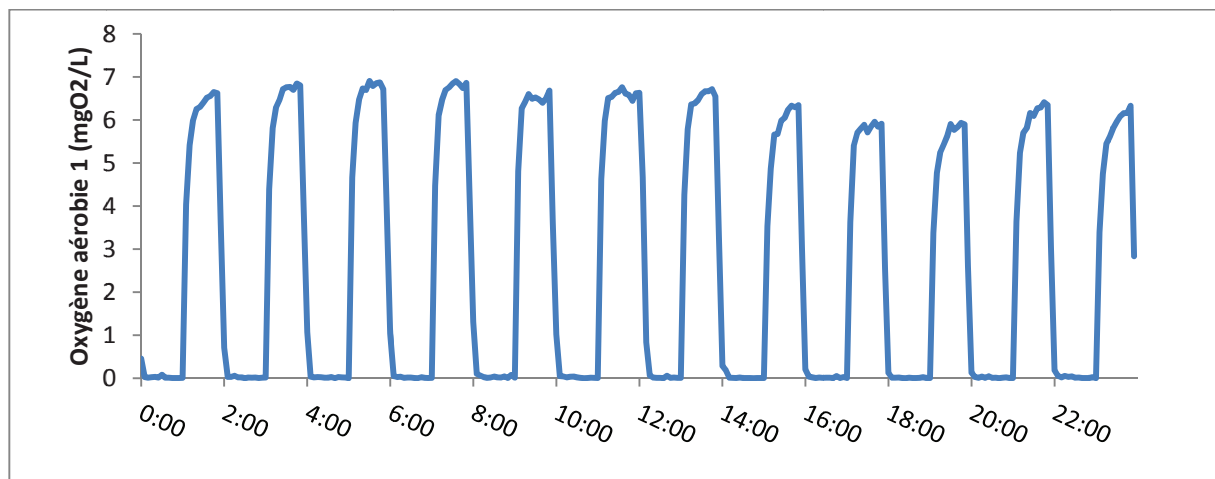


Masse de biofilm surfacique mesurée pendant toute la période expérimentale

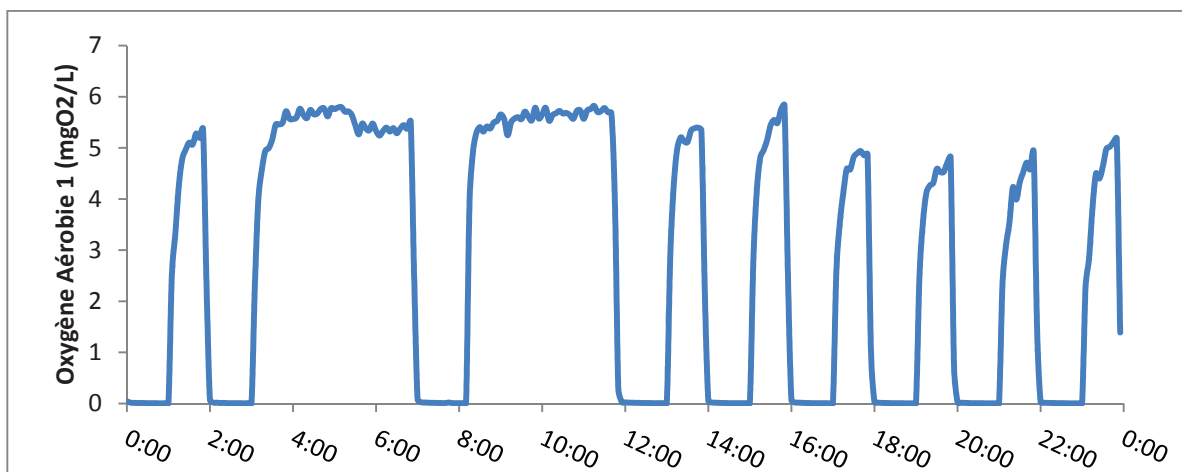


VI.2 Séquençage de l'aération dans le réacteur aérobic 1 au périodes 4,5,6.1 et 6.2

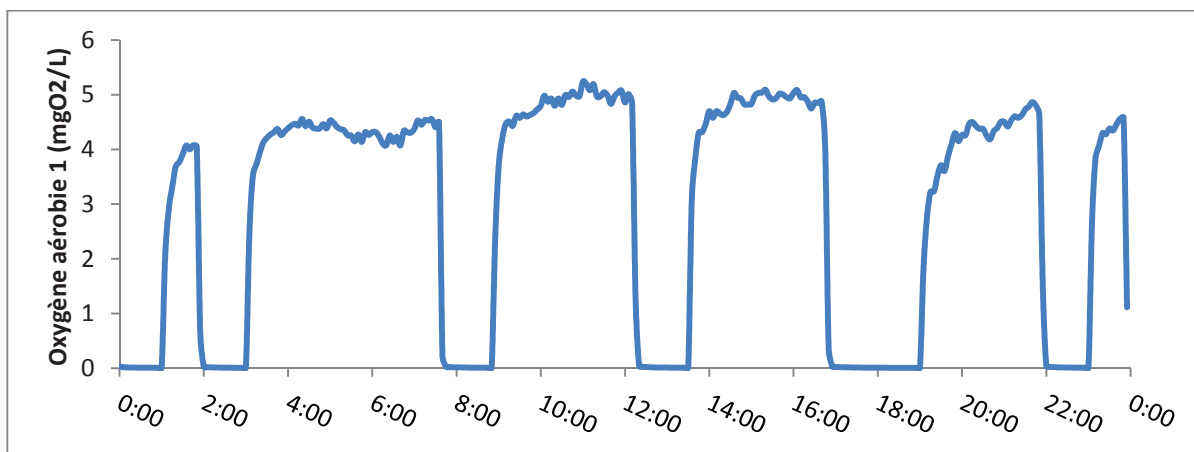
Période 4 : Séquençage de l'aération à 12 hO₂/l



Période 5 : Séquençage de l'aération à 14 hO₂/i

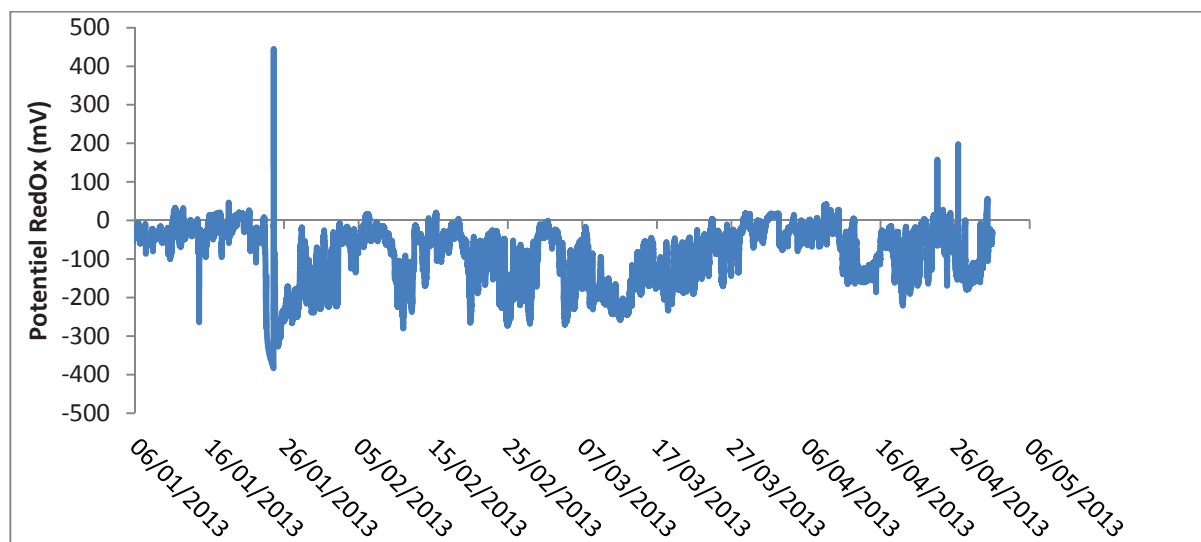


Période 6.1 et 6.2 : Séquençage de l'aération à 17 hO₂/i :

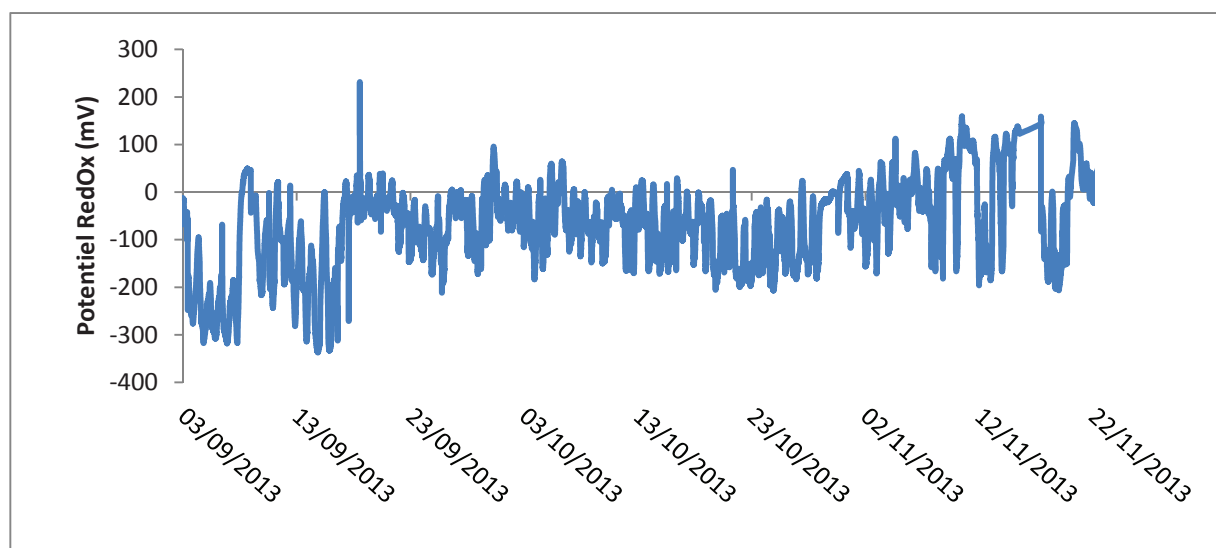


VI.3 Sonde de mesure du potentiel d'oxydo-réduction dans le réacteur anoxique

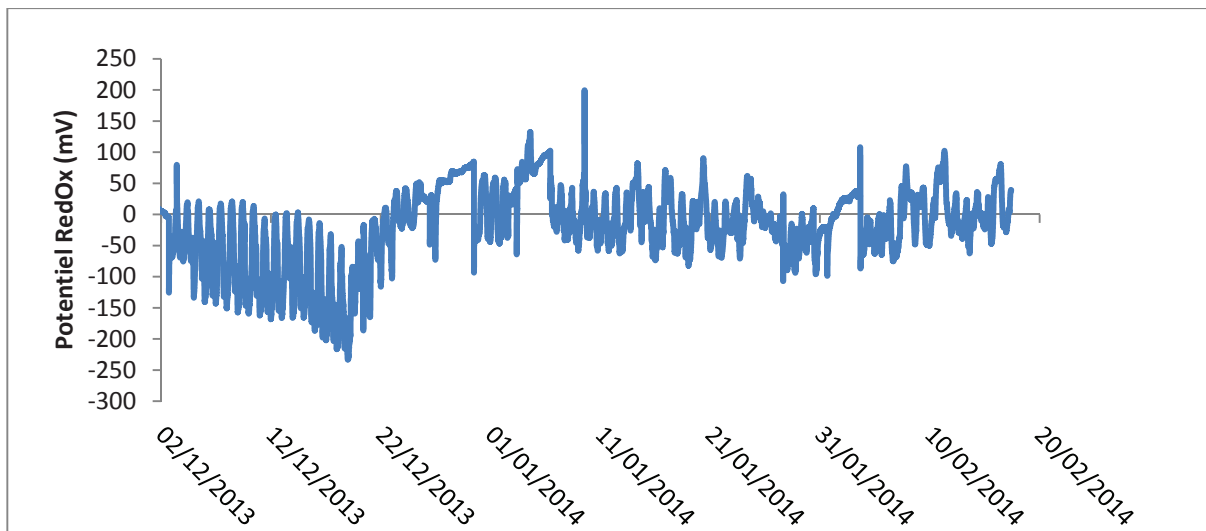
Période 1, charge massique appliquée de 0,18 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 16°C:



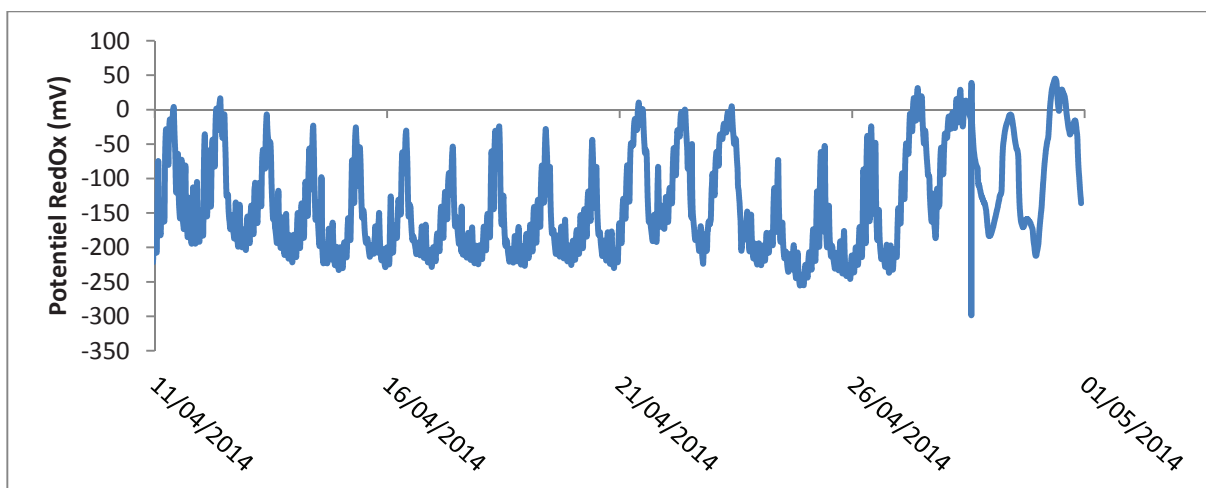
Période 2, charge massique appliquée de 0,27 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C:



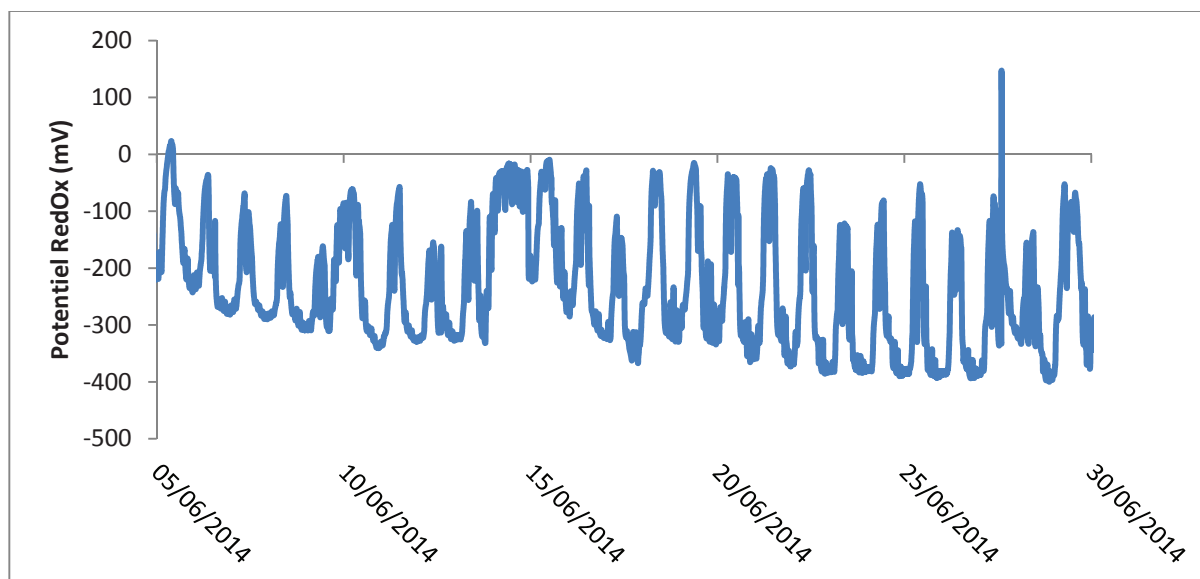
Période 3, charge massique appliquée de 0,29 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 16°C:



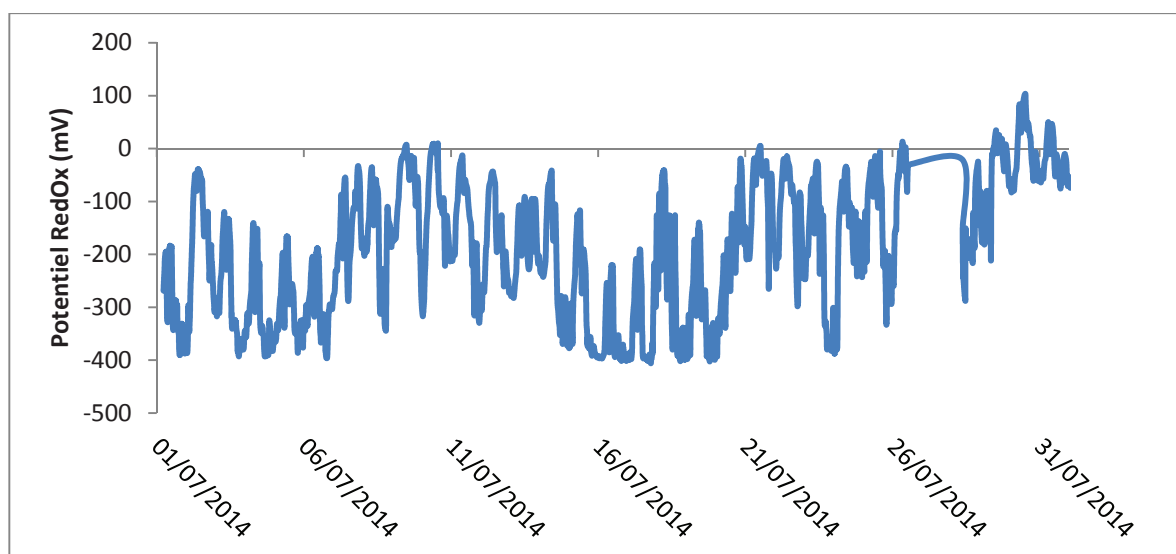
Période 4, charge massique appliquée de 0,29 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 19°C, séquençage aération à 12h O₂/j :



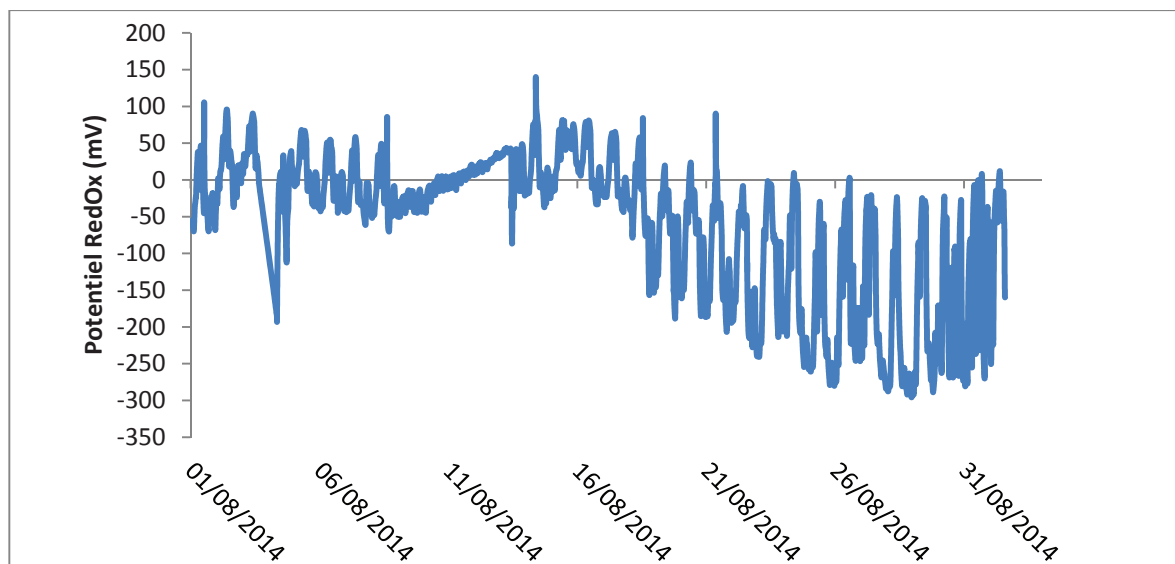
Période 5, charge massique appliquée de 0,32 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C, séquençage aération à 14h O₂/j :



Période 6.1, charge massique appliquée de 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C, séquençage aération à 1h O₂/j :

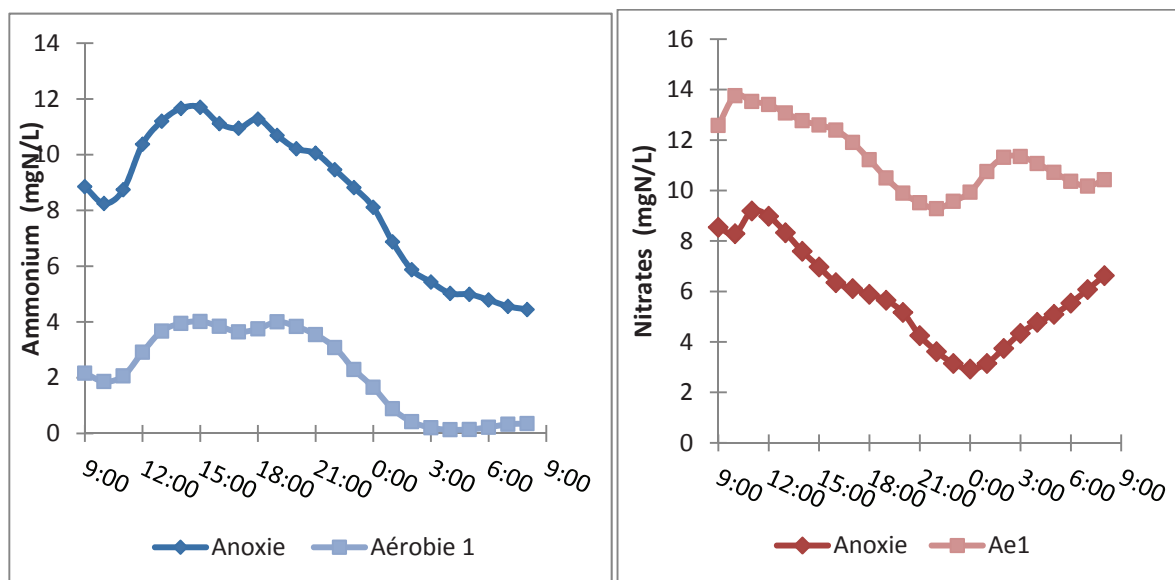


Période 6.2, charge massique appliquée de 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 23°C, séquençage aération à 17h O₂/j :

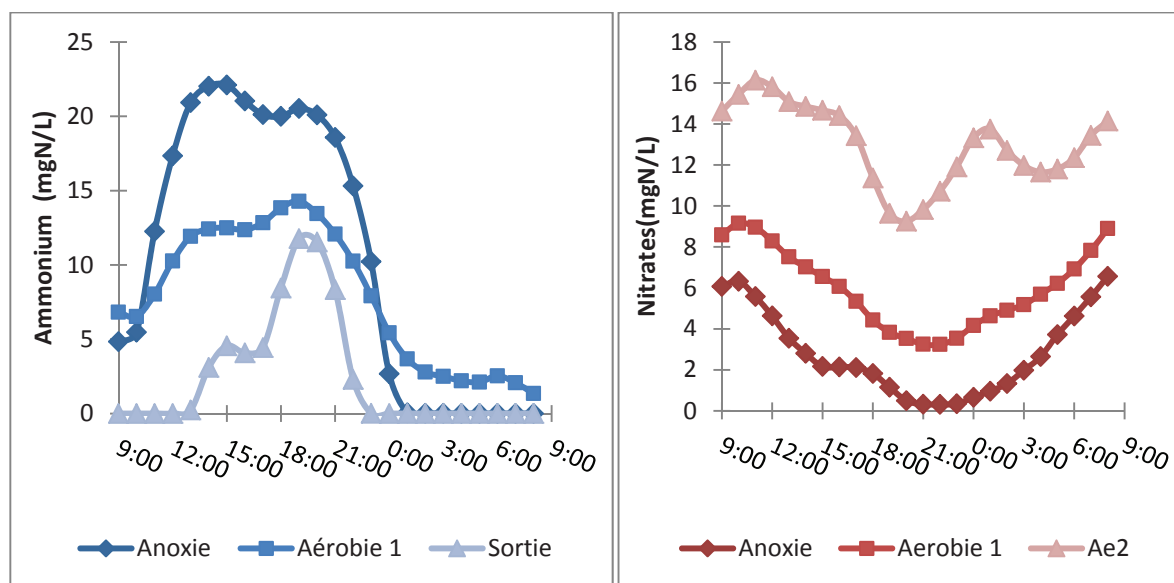


VI.4 Concentrations horaires en ammonium et en nitrates par bassins de traitement

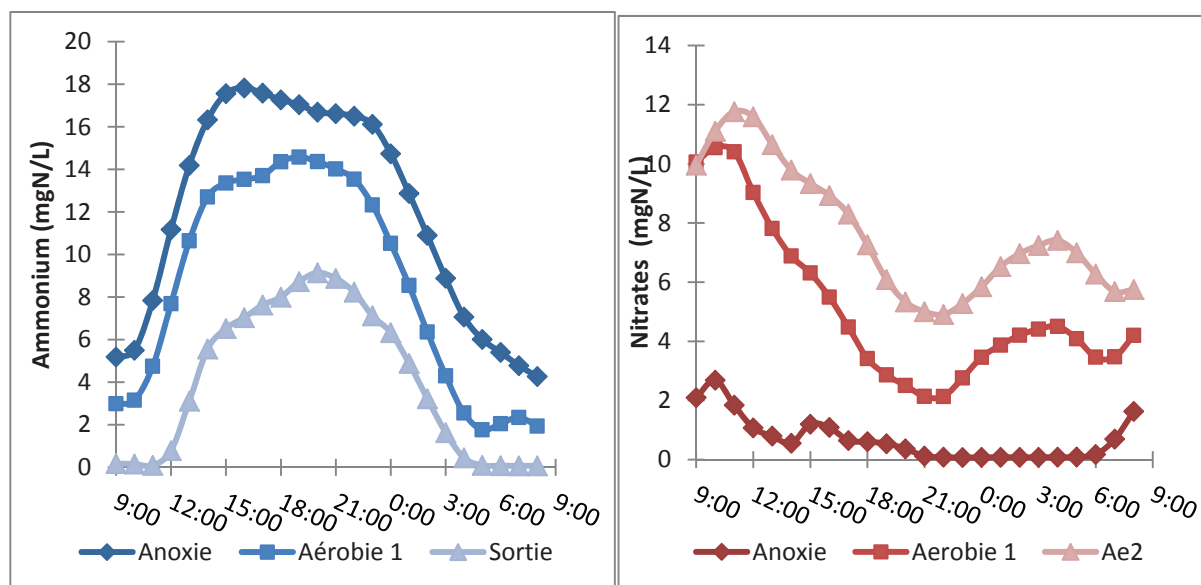
Période 1, charge massique appliquée de 0,18 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 16°C:



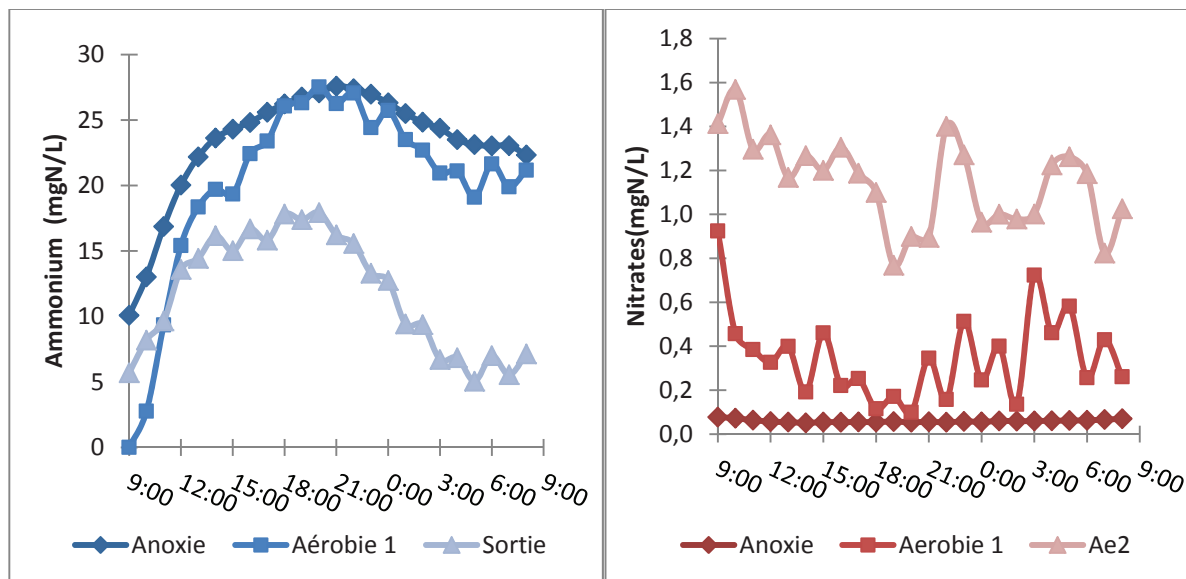
Période 2, charge massique appliquée de 0,27 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C:



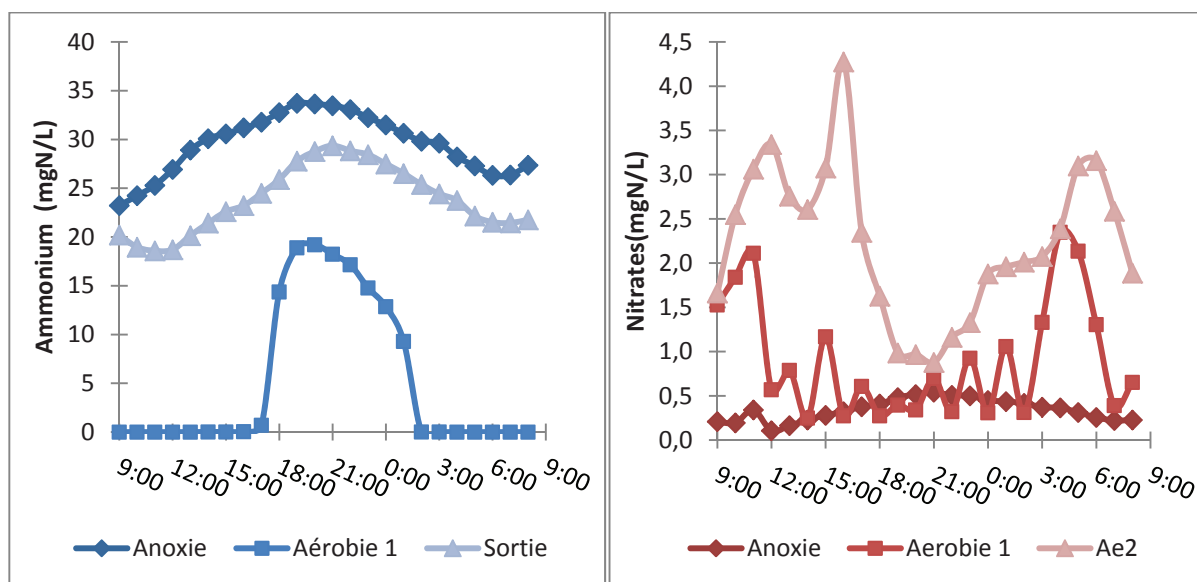
Période 3, charge massique appliquée de 0,29 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 16°C:



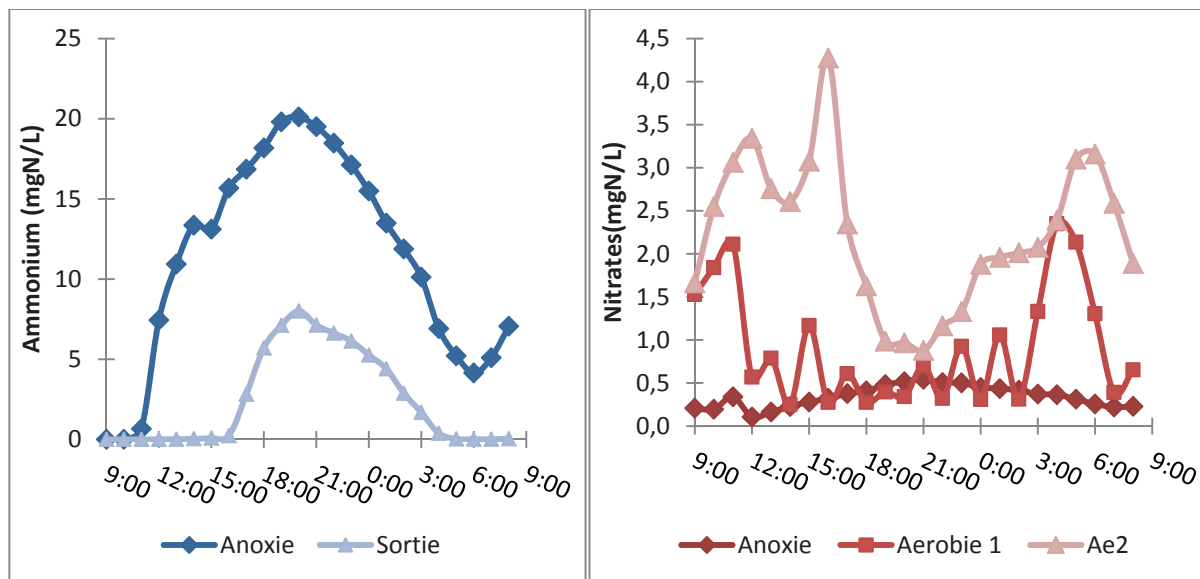
Période 4, charge massique appliquée de 0,29 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 19°C, séquençage aération à 12h O₂/j :



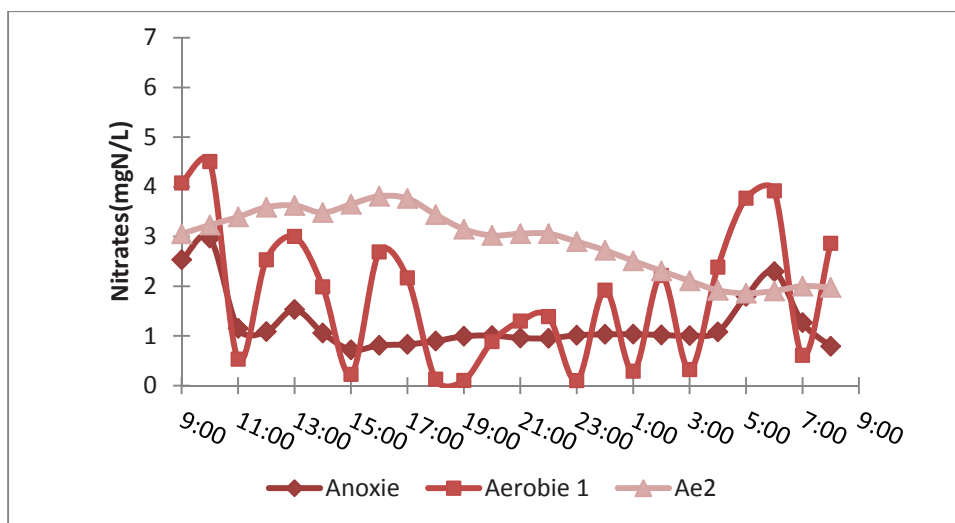
Période 5, charge massique appliquée de 0,32 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C, séquençage aération à 14h O₂/j :



Période 6.1, charge massique appliquée de 0,40 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 22°C, séquençage aération à 1h O₂/j :



Période 6.2, charge massique appliquée de 0,22 kgDBO₅/kgMVSLM/j à 23°C, séquençage aération à 17h O₂/j :



ANNEXE VII : Description du modèle IFAS utilisé dans le logiciel GPS-X

GPS-X est un simulateur commercialisé par la société Hydromantis Inc. Il propose un grand nombre de possibilités de modélisation de station d'épuration et s'adresse autant à l'ingénierie qu'à la recherche. Ce logiciel dispose d'un choix varié de modèles programmés et non modifiables dans la version 6.1 utilisé dans ce travail. Le chapitre suivant détaille les modèles choisis pour décrire le traitement de l'azote et du carbone du procédé IFAS.

VII.1 Modèle Biocinétique

Le modèle biocinétique utilisé s'appelle Two-Step Mantis, c'est un modèle basé sur le modèle ASM1 (Henze et al., 2000). La matrice de Gujer de Two Step Mantis est présentée en figure 12. Ce modèle biologique possède 15 processus et 19 variables d'état divisées selon leur biodégradabilité et leur état physique (particulaire ou soluble). Two-step Mantis intègre en plus des processus d'ASM1 :

- Le processus de nitrification en deux étapes (nitritation et nitratisation) : croissance et mortalité des AOB et NOB et intégration de la concentration en nitrite (S_{noi})
- L'hydrolyse des composés rapidement hydrolysables (S_{sh})
- La croissance hétérotrophe aérobie et anoxie intégrant l'assimilation de l'azote (ammonium ou nitrite/nitrate)

L'expression mathématique du bilan de masse dans le réacteur se fait tel que (Spengel et Dzombak, 1992) :

$$Q, S_{j, \text{entrée}} = Q, S_{j, \text{liq}} + r_{j, \text{lm}}, V + r_{j, \text{biof}}, A_{\text{biof}},$$

Avec

Q : débit traversant le réacteur (m^3/j)

S_j : Concentration du composé soluble j considéré (g/m^3)

V : Volume du réacteur (m^3)

A_{biof} : surface occupée par le biofilm (m^2)

$r_{j, \text{lm}}$: vitesse de consommation/production de l'espèce j par la liqueur mixte ($\text{g}/\text{m}^3/\text{j}$)

$r_{j, \text{biof}}$: vitesse de consommation/production de l'espèce j par le biofilm ($\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$)

Mantis in CN2LIB

Appendix A – Petersen Matrices

A-3

Component		<i>i</i>	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
<i>j</i>	Process		S_f	S_g	X_f	S_{NF}	X_g	X_{BAA}	X_V	S_O	S_{NOF}	S_{NOA}	S_{NF}	S_{ND}	X_{ND}	X_H	X_{NF}	S_{NF}	S_{NF}	S_{ALE}	
1	Aerobic growth of heterotrophs on S_g with S_{NF} (as N source)						1			$-\frac{(1-Y_g)}{Y_g}$					-ibn						$-\frac{ibn}{14}$
2	Aerobic growth of heterotrophs on S_g with S_{NO} (as N source)						1			$-\frac{(1-Y_g)}{Y_g}$	$-ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$	$-ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$									$-\frac{ibn}{7}$
3	Anoxic growth of heterotrophs on S_g with S_{NO} (as e ⁻ acceptor) and S_{NF} (as N source)			$-\frac{1}{Y_H}$			1				$-\frac{(1-Y_g)}{1.71Y_g}$		-ibn								$\frac{1-Y_g}{14 \cdot 1.71Y_g} - \frac{ibn}{14}$
4	Anoxic growth of heterotrophs on S_g with S_{NOF} (as e ⁻ acceptor) and S_{NO} (as N source)			$-\frac{1}{Y_H}$			1				$-\frac{(1-Y_g)}{1.71Y_g} - ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$	$-ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$									$\frac{1-Y_g}{14 \cdot 1.71Y_g} + \frac{ibn}{7}$
5	Anoxic growth of heterotrophs on S_g with S_{NOA} (as e ⁻ acceptor) and S_{NF} (as N source)			$-\frac{1}{Y_H}$			1						-ibn								$\frac{1-Y_g}{14 \cdot 2.86Y_g} - \frac{ibn}{14}$
6	Anoxic growth of heterotrophs on S_g with S_{NOA} (as e ⁻ acceptor) and S_{NO} as N source)			$-\frac{1}{Y_H}$			1				$-ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$	$-\frac{(1-Y_g)}{2.86Y_g} - ibn\left(\frac{smoi}{smo}\right)$									$\frac{1-Y_g}{14 \cdot 2.86Y_g} + \frac{ibn}{7}$
7	Aerobic growth of X_{BAA} (nitroreductase)							1		$-\frac{1.14-Y_{AA}}{Y_{AA}}$	$\frac{1}{Y_{AA}}$		$-\frac{1}{Y_{AA}}$		$-\frac{1}{Y_{AA}}$						$-\frac{ibn}{14} - \frac{1}{7Y_{AA}}$
8	Aerobic growth of X_{BAA} (nitroreductase)									$-\frac{1.14-Y_{AA}}{Y_{AA}}$	$-\frac{1}{Y_{AA}}$	$\frac{1}{Y_{AA}}$	-ibn								$\frac{ibn}{14}$
9	Decay of heterotrophs								f_U										$f_U \cdot ibn$		
10	Decay of X_{BAA} (nitroreductase)																		$f_U \cdot ibn$		
11	Decay of X_{BAA} (nitroreductase)																		$f_U \cdot ibn$		

Mantis in CN2LIB

e5

Component	i	j	Process	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
				S_i	S_j	X_i	S_{str}	X_5	X_{str}	X_{BAA}	X_{BAI}	X_v	S_o	S_{NOV}	S_{NOA}	S_{NH}	S_{ND}	X_{ND}	X_{II}	X_{NI}	S_{NI}	S_{ALK}
Hydrolysis of X_5	13	Hydrolysis of X_5	Ammonification													1	-1					1/14
			Hydrolysis of S_{str}		1		-1															
			Hydrolysis of X_5			1	1	-1														
			Hydrolysis of X_{ND}														1	-1				
Hydrolysis of X_{ND}	15	Hydrolysis of X_{ND}																				
Hydrolysis of X_{ND}	15	Hydrolysis of X_{ND}																				

	Process	Process Rates
1	Aerobic growth of heterotrophs on S_5 with S_{NH} (as N source)	$\mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) X_{BH}$
2	Aerobic growth of heterotrophs on S_5 with S_{NO} (as N source)	$\mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) X_{BH}$
3	Anoxic growth of heterotrophs on S_5 with s_{NO} (as e ⁻ acceptor) and s_{NH} (as N source)	$\eta_g \mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{K_{NOI} + S_{NOI}} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) X_{BH}$
4	Anoxic growth of heterotrophs on S_5 with S_{NOI} (as e ⁻ acceptor) and S_{NO} (as N source)	$\eta_g \mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left(\frac{K_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{K_{NOI} + S_{NOI}} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{S_{NOI} + S_{NOA}} \right) X_{BH}$
5	Anoxic growth of heterotrophs on S_5 with S_{NOA} (as e ⁻ acceptor) and S_{NH} (as N source)	$\eta_g \mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left(\frac{S_{NOA}}{K_{NOA} + S_{NOA}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{S_{NOI} + S_{NOA}} \right) X_{BH}$
6	Anoxic growth of heterotrophs on S_5 with S_{NOA} (as e ⁻ acceptor) and S_{NO} as N source)	$\eta_g \mu_H \left(\frac{S_5}{K_{SH} + S_5} \right) \left(\frac{K_{AD}}{K_{AD} + S_O} \right) \left(\frac{K_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \left(\frac{S_{NOA}}{K_{NOA} + S_{NOA}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{S_{NOI} + S_{NOA}} \right) X_{BH}$
7	Aerobic growth of X_{BAI} (<i>nitrosomonas</i>)	$\mu_{AI} \left(\frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) \left(\frac{S_O}{K_{OI} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NH}}{K_{NAI} + S_{NH}} \right) X_{BAI}$
8	Aerobic growth of X_{BAI} (<i>nitrobacter</i>)	$\mu_{AI} \left(\frac{S_{NOI}}{K_{NOI} + S_{NOI}} \right) \left(\frac{S_O}{K_{OAI} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \right) X_{BAI}$
9	Decay of heterotrophs	$b_H \cdot X_{BH}$
10	Decay of X_{BAI} (<i>nitrosomonas</i>)	$b_{AI} \cdot X_{BAI}$
11	Decay of X_{BAI} (<i>nitrobacter</i>)	$b_{AI} \cdot X_{BAI}$
12	Ammonification	$k_A \cdot S_{NO} \cdot X_{BH}$
13	Hydrolysis of S_{SH}	$k_{HR} \left(\frac{S_{SH}/X_{BH}}{K_{XH} + S_{SH}/X_{BH}} \right) \left(\left(\frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) + \eta_H \left(\frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{K_{NOI} + S_{NOI}} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \left(\frac{S_{NOA}}{K_{NOA} + S_{NOA}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{S_{NOI} + S_{NOA}} \right) \right) X_{BH}$
14	Hydrolysis of X_5	$k_H \left(\frac{X_5/X_{BH}}{K_X + X_5/X_{BH}} \right) \left(\left(\frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) + \eta_H \left(\frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{K_{NOI} + S_{NOI}} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \left(\frac{S_{NOA}}{K_{NOA} + S_{NOA}} \right) \left(\frac{S_{NOI}}{S_{NOI} + S_{NOA}} \right) \right) X_{BH}$
15	Hydrolysis of X_{ND}	$\rho_{14} \left(\frac{X_{ND}}{X_5} \right)$

Figure 12 Matrice du modèle Two-Step Mantis de GPS-X (Hydromantis, 2008)

VII.2 Modèle du Biofilm

Le modèle de biofilm intégré dans GPS-X est à 1 dimension dont l'épaisseur est séparée en 6 couches. Chaque couche est considérée comme des réacteurs parfaitement agité. Ce modèle, dans sa structure, se rapproche du modèle 1D-hétérogène étudié par Sen et Randall (2008a).

Composés solubles

Le transport des composés solubles se fait par diffusion en considérant la couche 1 comme une couche liquide limite. Le flux de soluble s diffusé dans la couche liquide limite s'écrit (Spengel et Dzombak, 1992):

$$\frac{dS_{j,1}}{dt} = f_D \frac{D_{j,w}}{L_{j,lim}} (S_{j,liq} - S_{j,1})$$

Le flux de soluble diffusé entre les couches se fait par diffusion tel que :

$$\frac{dS_{j,biof}}{dt} = f_D \frac{D_{j,w}}{L_f^2} (S_{j,n-1} - 2S_{j,n} + S_{j,n+1})$$

Le flux diffusé dans la couche n dépend de la diffusion du soluble de ses couches voisines inférieures ($n+1$) et supérieures ($n-1$).

Le transfert d'oxygène à l'interface gaz/liquide est défini tel que :

$$\frac{dS_{o,liq}}{dt} = k'_{la} (S_{o,sat} - S_o)$$

Avec

S_o : concentration de l'oxygène dans la phase liquide (mg/L)

$S_{o,sat}$: concentration de l'oxygène à saturation de la phase liquide (mg/L)

K'_{La} : coefficient de transfert de l'oxygène en boue (h^{-1})

Une fois l'oxygène transféré dans le liquide, la diffusion dans le biofilm est la même que pour les composés solubles. L'accumulation des composés solubles dans le réacteur est décrite par l'équation suivante :

$$V \frac{dS_{j,liq}}{dt} = Q(S_{j,e} - S_{j,liq}) + Q_{biof}(S_{j,lim} - S_{j,liq}) - f_D \frac{D_{j,w}}{L_{j,lim}} (S_{j,liq} - S_{j,1})$$

En condition stationnaire de fonctionnement l'accumulation de soluble dans le réacteur est égale à zéro.

Composés particuliers

Le calcul de l'épaisseur du biofilm (L_f) se fait à partir de la concentration de chaque composé particulière en tenant compte de la densité du biofilm et du contenu en matériaux secs du biofilm (tous deux défini par l'utilisateur) tel que :

$$\frac{dL_f}{dt} = \sum^k \frac{k}{\rho_w, MS} \frac{X_{tot}}{k} \frac{L_{f,max}}{k}$$

Avec

X_{tot} : la concentration en MES du biofilm (g/m^3)

ρ_w : la densité du biofilm mouillé (g/m^3)

MS : le contenu en matière sèche du biofilm (%)

$L_{f,max}$: l'épaisseur maximale du biofilm (m)

k: nombre de couche solide constituant le biofilm, k=6 dans le modèle de GPS-x,

Les processus d'attachement et de détachement définissent les échanges entre liqueur mixte et biofilm. La vitesse de détachement r_{det} en $gDCO/m^2/j$ est définie comme suit :

$$r_{det} = \frac{dX_{det}}{dt} = k_{det} \frac{X_2}{X} \left(\frac{L_{f,max}}{L_{f,max} - L_f} - 1 \right)$$

Dans ce modèle, le détachement est un phénomène discontinu fonction de l'épaisseur maximale ($L_{f,max}$). Plus l'épaisseur du biofilm se rapproche de $L_{f,max}$, plus la vitesse de détachement augmente, jusqu'à atteindre l'infini pour $L_f = L_{f,max}$. Cette vitesse dépend également de la concentration des composés X à la surface du biofilm. L'épaisseur maximale du biofilm n'est pas calculée et doit être spécifiée par l'utilisateur. Par défaut le coefficient de détachement $k_{détach}$ est fixé à $0,07 \text{ kg}/m^2/j$.

Des composées particulières sont adsorbés à la surface du biofilm. La vitesse d'attachement, r_{att} , sur la première couche du biofilm est exprimée en $kg/m^2/j$ par l'équation suivante :

$$r_{att} = \frac{dX_{att}}{dt} = k_{att} X_{1,lim}$$

L'adsorption des composés particuliers sur le biofilm est directement proportionnelle à leur concentration dans la couche liquide limite.

Dans le biofilm, les composés particuliers ont un volume défini et peuvent être déplacés d'une couche à une autre par advection. Ce transport se fait d'une couche n à une couche $n+1$ ou $n-1$ de la manière suivante :

$$r_{exch} = \frac{k_{exch}}{z_k^2} (X_{n-1} - 2X_n + X_{n+1})$$

k_{exch} correspond au coefficient d'échange interne (m/h) et X les concentrations du composé particulier dans les couches.

VII.3 Calcul des variables composites dans GPS-X

Les variables composites dans GPS-X correspondent aux variables non utilisées par le modèle pour son fonctionnement mais nécessaires à l'utilisateur car couramment utilisées en traitement des eaux usées. Elles correspondent aux concentrations de DBO₅, MES et VSS. Elles sont obtenues en additionnant certaines fractions et en utilisant des coefficients de conversion.

« X_{tss} » correspond à la concentration en gMES/L dans le bassin ou dans l'eau usée brute. Comme le présente la partie droite de la figure 13, cette concentration correspond à la somme des parts particulières du fractionnement de la matière organique, multiplié par le facteur i_{CV} en gDCO_{particulaire}/gMVS, et du composé x_{ij} .

Le composé particulier inorganique inerte (x_{ij}) représente la part minéralisée de l'eau usée ou de la boue. Elle est inerte et donc n'est pas intégrée dans le traitement. Ainsi, si x_{ij} de l'eau usée brute augmente, la masse de MES augmente et le rapport MVS/MES diminue. Le pourcentage de matière volatile en suspension par rapport au MES de l'eau usée brute est estimé à 85% ce qui correspond au ratio d'une eau domestique brute classique. Ainsi, 15% de MES entrant dans l'installation sont sous forme minérale et correspondent à la valeur de x_{ij} . Cette valeur est directement entrée par l'utilisateur lors de la simulation.

Les valeurs de x_{ij} ont été vérifiées lors de la simulation par la correspondance du ratio MVS/MES donnée par le modèle et les ratios mesurés pendant l'étude.

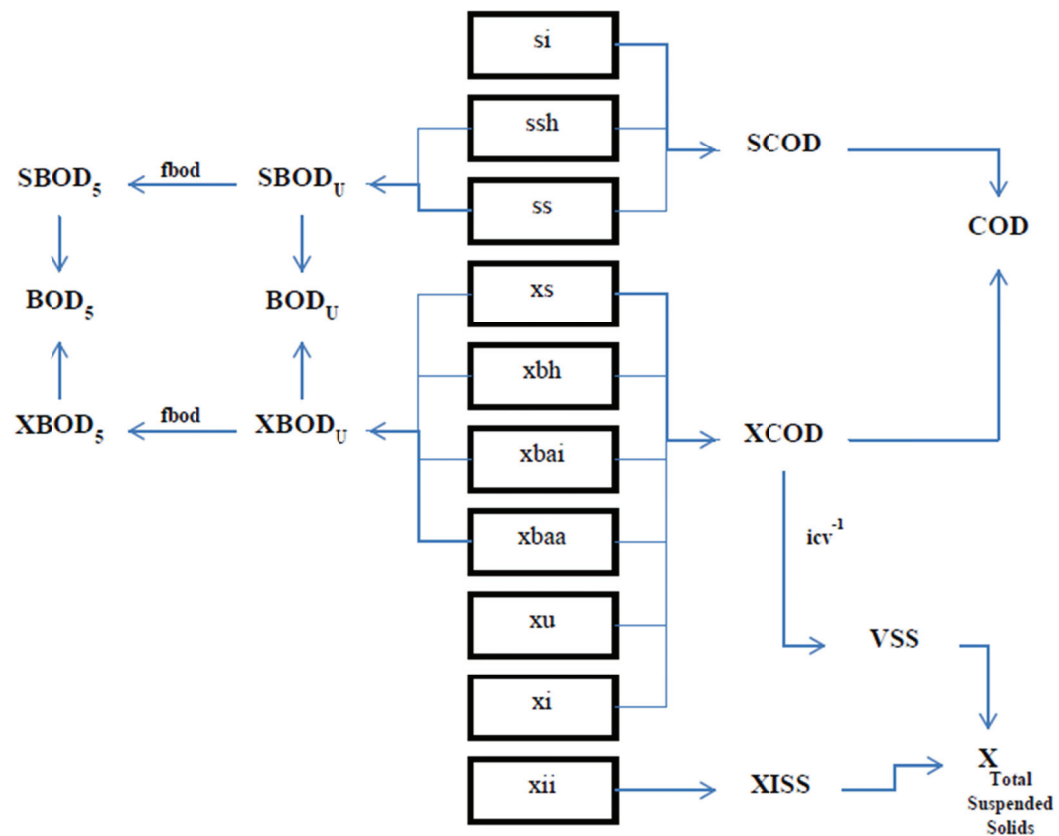
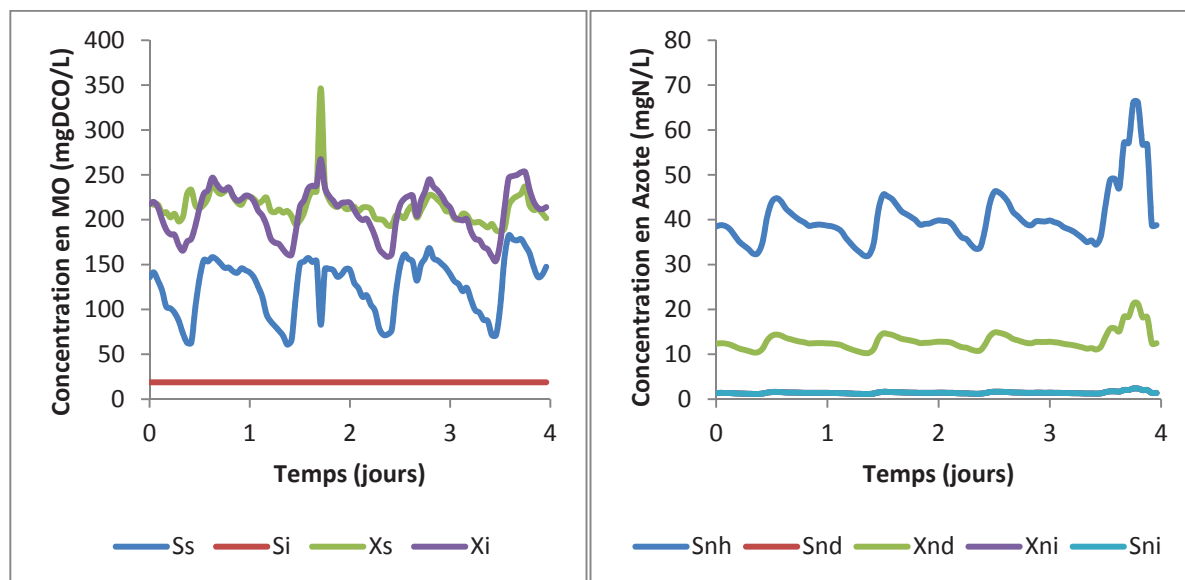


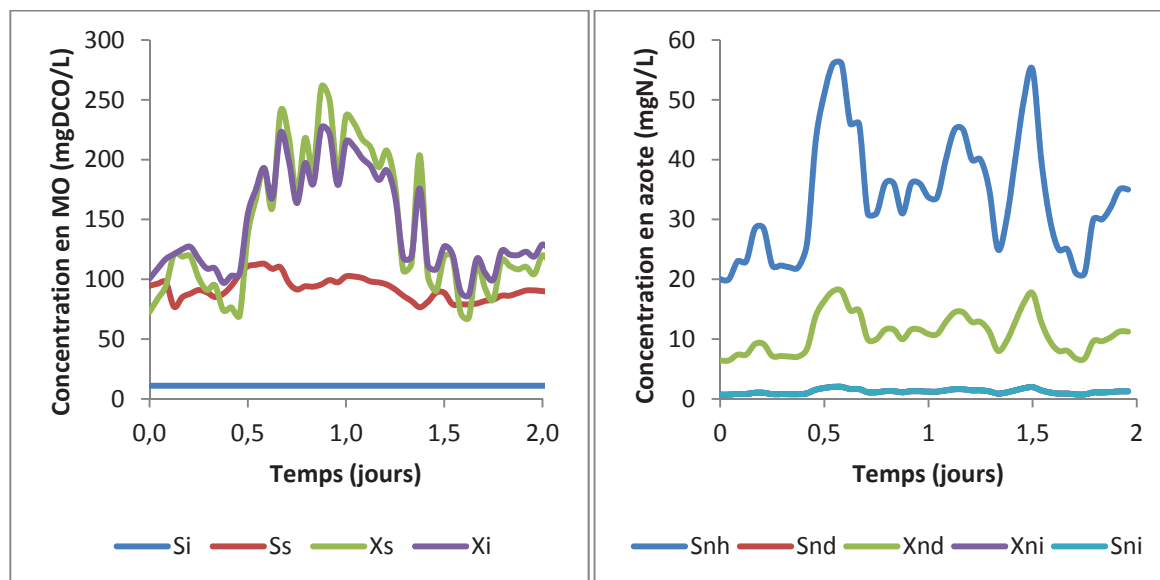
Figure 13 Schéma de la méthode de calcul des MES, MVS et DBO₅ dans GPS-X (Hydromantis, 2008)

ANNEXE VIII : Fractionnement horaire de la matière organique et de l'azote de l'eau usée

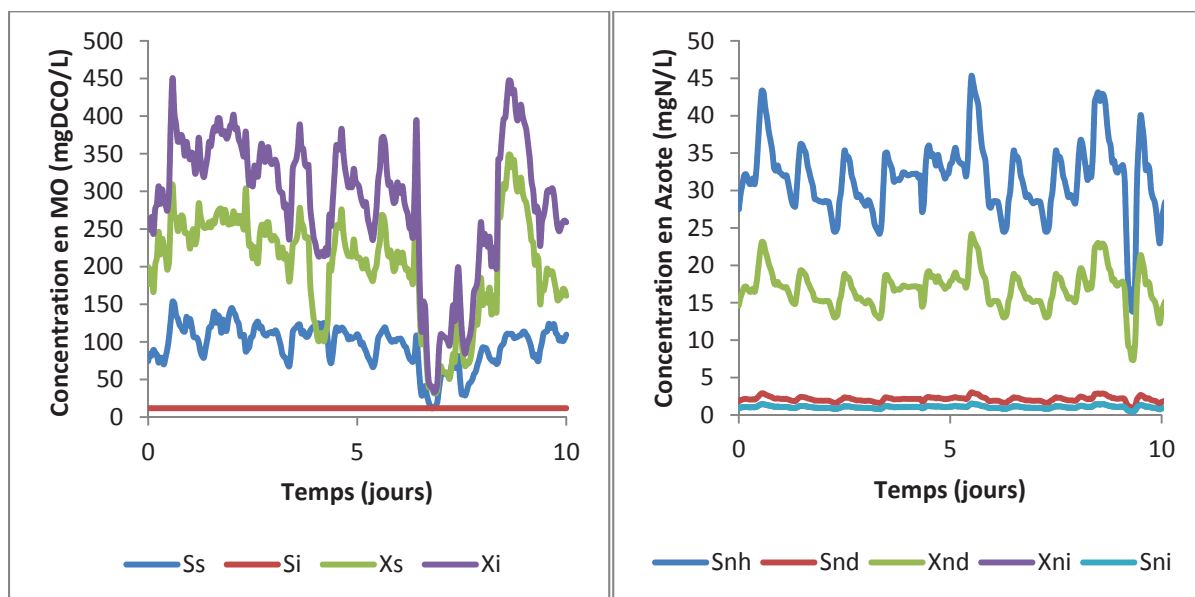
Données de fractionnement sur la première série de donnée du calage :



Données de fractionnement sur la second série de donnée du calage :



Données de fractionnement sur la troisième série de donnée du calage :



ANNEXE IX : Calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite

La méthode de calcul de l'épaisseur de la couche liquide limite utilisée dans cette étude est celle proposée par Ohashi *et al.* (1981) et actualisée par Morgenroth (2008). Elle propose de calculer cette épaisseur grâce à des chiffres adimensionnels caractérisant l'hydrodynamique du fluide, tel que :

$$L_L = \frac{L_c}{Sh}$$

Dont,

$$Sh = A + B.Re^m.Sc^n$$

$$Sc = \frac{\nu}{D_w} \quad \text{et} \quad Re = \frac{U.L_c}{\nu}$$

Avec :

ν : viscosité cinématique de l'eau ($1.10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$)

U : vitesse de l'eau à la surface du biofilm (m/s)

D_w : coefficient de diffusion dans l'eau du composé (m^2/j)

Sh : Nombre de Sherwood (-)

Sc : Nombre de Schmidt (-)

Re : Nombre de Reynolds (-)

L_c : Longueur caractéristique du support (m)

A : 2.0 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

B : 0.8 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

m : 1/2 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

n : 1/3 (valeur pour une sphère (Rowe *et al.*, 1965))

La viscosité dynamique de l'eau (ν) est prise égale à $1,307.10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$. La vitesse de l'eau (U) dans le réacteur est induite par la vitesse en air injecté qui crée le mouvement de fluidisation. Nous avons testé 2 valeurs de débits d'air correspondant à la gamme de débit injecté pendant l'étude.

La longueur caractéristique (L_c) est propre au biomédia, cette longueur a été déterminée à environ 0,00443 m pour le support K1, à ma morphologie identique au BMX1 (Rusten et al. 2006).

Les épaisseurs de la couche liquide limite par coefficient de diffusion sont résumées dans le tableau 8.

Composé	Diffusion (cm^2/s)	U =0,0030 m/s	U = 0,0047 m/s	
Si	$1,0.10^{-5}$	150	120	μm
Ss	$1,0.10^{-5}$	150	120	μm
So	$2,5.10^{-5}$	199	160	μm
Sno	$2,0.10^{-5}$	186	149	μm
Snh	$2,5.10^{-5}$	199	160	μm
Snd	$1,0.10^{-5}$	150	120	μm
Sni	$1,0.10^{-5}$	183	147	μm
Salk	$2,0.10^{-5}$	186	149	μm
Moyenne		175	141	μm
Min		150	120	μm
Max		199	160	μm

Tableau 8 Valeurs calculées de l'épaisseur de la couche liquide limite du biofilm

L'épaisseur de la couche liquide limite varie entre 120 à 200 μm pour les conditions opératoires testées.

ANNEXE X : Simulations complémentaires du modèle IFAS

X.1 Etape de calage « Production de biomasse » pour la première série de donnée

La mesure de concentration de MES dans la liqueur mixte est une moyenne horaire obtenue grâce à la sonde SOLITAX Hach Lang dans le bassin anoxie. La valeur simulée par le modèle après calage est présentée sur la figure 14. Un RSD de 6% a été observé. La variation de la concentration en MES simulées correspond également à la mesure, même si des variations intrajournalières sont constatées sur la mesure par rapport aux simulations. La simulation de ces variables est correct.

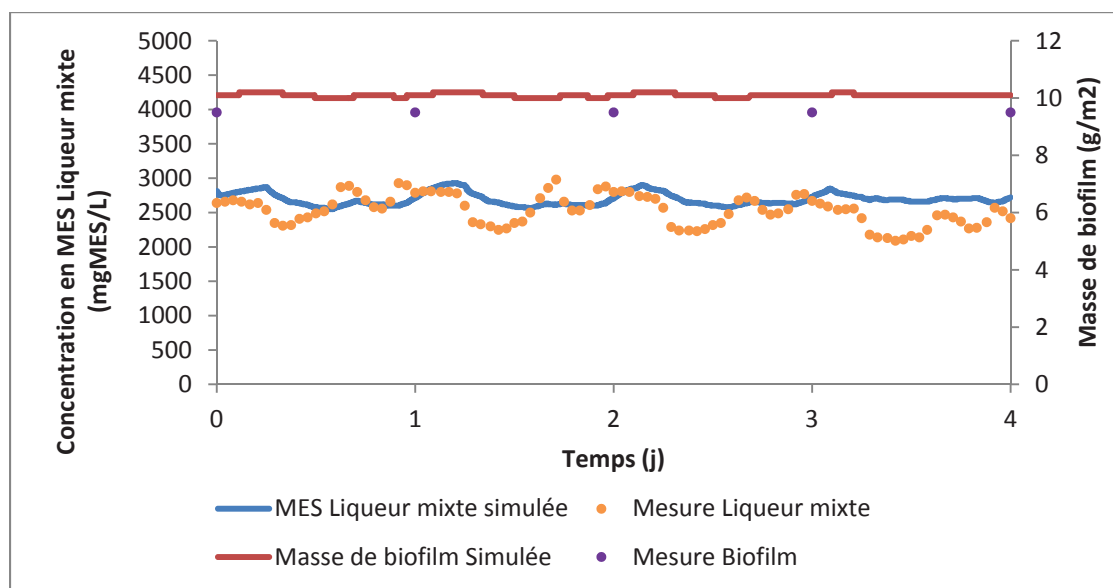


Figure 14 Simulation de la concentration en MES dans la liqueur mixte et de la masse surfacique de biofilm après le 1^{er} calage des paramètres

La masse surfacique de biofilm est simulée avec une différence relative de 9%. Le $L_{f,max}$ fixé à 120 μm permet de simuler les variations de masse avec la charge appliquée (500 μm initialement dans GPS-X). Le coefficient de détachement est fixé à 0,25 $\text{kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$ contre 0,07 $\text{kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$ initialement.

L'étude de Barry et al. (2012) sur la modélisation d'un procédé MBBR avait abouti à un coefficient de détachement de 0,01 $\text{kgDCO}/\text{m}^2/\text{j}$ en nitrification pour le support BMX1 identique à celui de cette étude, valeur bien inférieure à la valeur calée ici. Ce coefficient

faible provient d'un $L_{f,max}$ égal au L_f et probablement aux conditions hydrodynamiques différentes dans le réacteur IFAS.

X.2 Etape de calage « Traitement du carbone » pour la première série de donnée

Carbone soluble : DCO filtrée (S_s+S_i)

Au regard des résultats obtenus sur les concentrations de carbone en sortie, une modification des paramètres cinétiques de la biomasse hétérotrophe n'a pas été nécessaire. La simulation de la DCO filtrée (S_s+S_i) en sortie de filière est en moyenne de 25 mgDCO/L. Les mesures comparatives disponibles pour cette période sont des bilans moyens 24h. Les valeurs maximales et minimales obtenues sur la période sont présentées sur le graphique. A noter que la valeur minimale obtenue est inférieure à la limite de quantification de la DCO filtrée et un écart d'erreur important est associé.

La concentration en DCO filtrée est stable et correspond à la gamme mesurée sur la période. La concentration en composés solubles inertes moyens (S_i) est estimée à 19 mgDCO/L sur cette période.

DCO Brute (X_{tot}) et MES au rejet

Les concentrations en DCO totale moyenne journalière sont présentées sur la figure 15. La simulation de la DCO totale varie de 40 à 110 mgDCO/L en fonction des pics journaliers de charge. Cette gamme est supérieure à la gamme des mesure moyennes journalières de 58 à 75 mgDCO/L. Le modèle prédit une concentration en DCO brute supérieure.

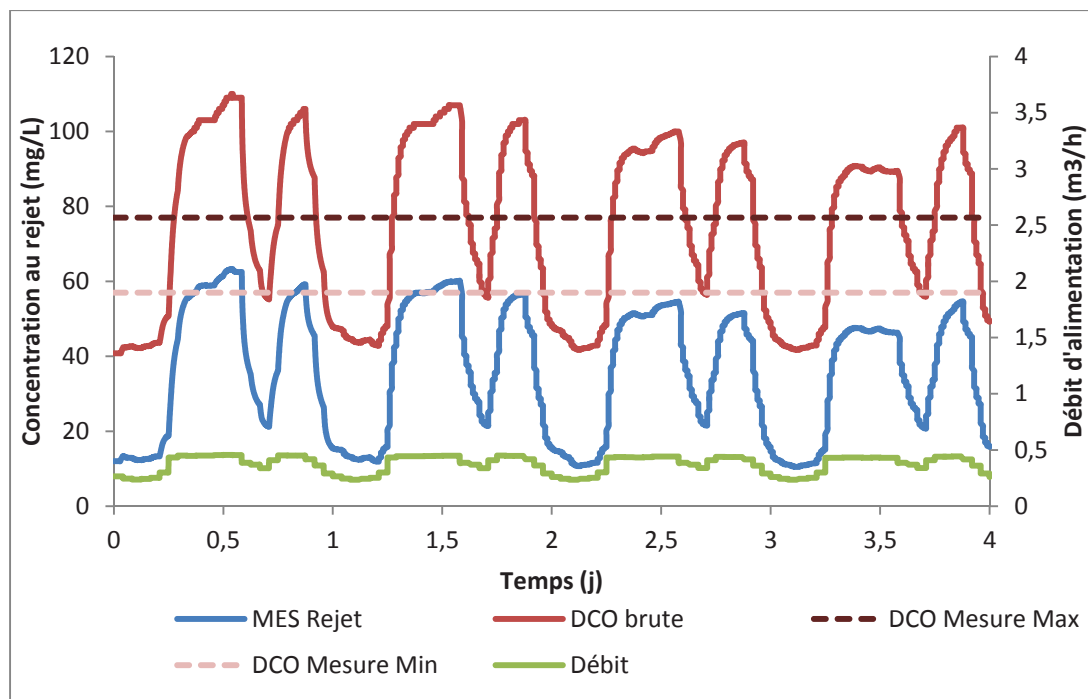


Figure 15 DCO brute, MES au rejet et débit d'alimentation simulé à la première campagne de calage

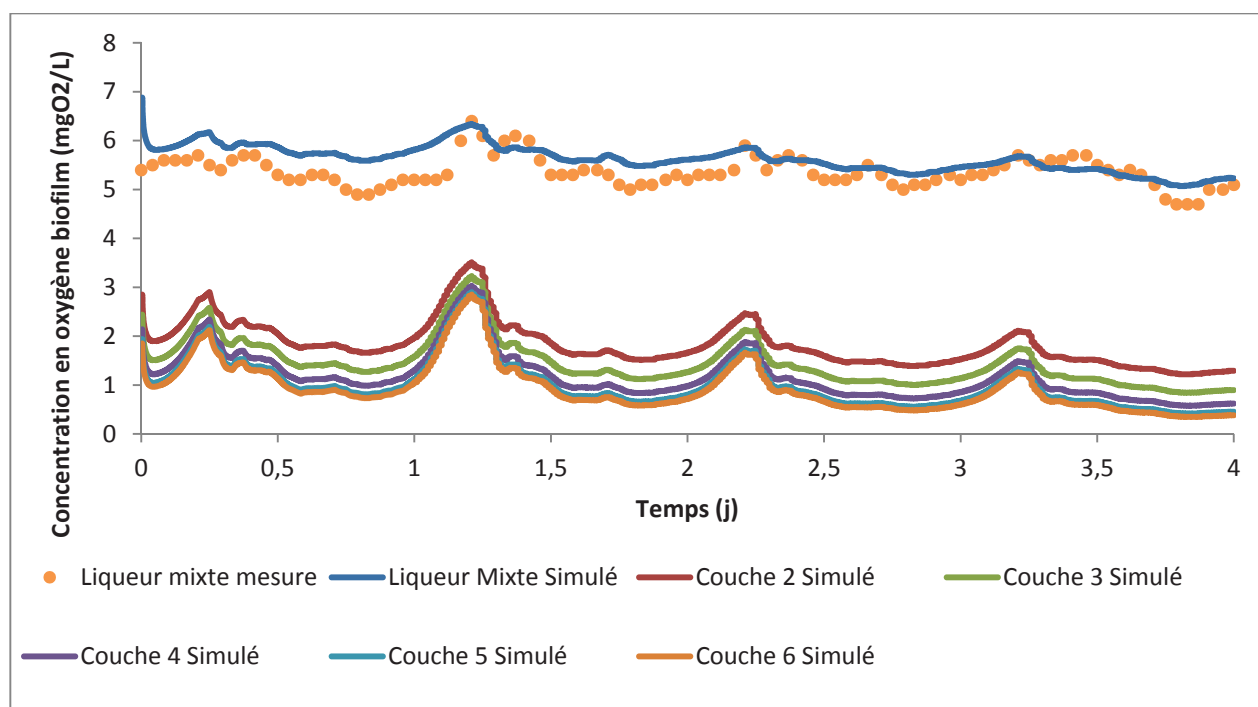
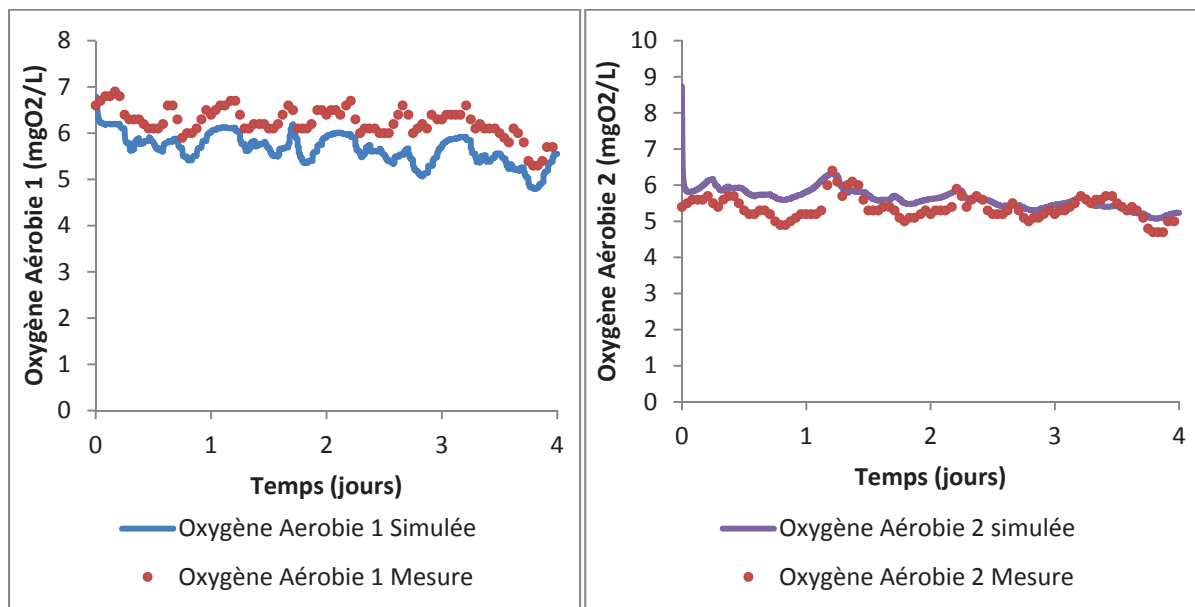
La concentration de MES et DCO brute au rejet dépend du calage des modèles bio cinétiques et du modèle de clarification. Comme vu sur la DCO filtrée, le traitement du carbone soluble est correctement modélisé, le traitement du carbone est donc correctement simulé. Afin de préciser les performances du modèle de décantation, la figure 11 ci-dessous présente les concentrations de MES et DCO brute simulées au rejet.

Une forte variabilité est observée sur la journée pour les MES et la DCO brute. Leurs variations concordent exactement, la concentration en DCO brute simulée est pénalisée par les MES. Comme le montre le débit d'alimentation, l'augmentation des MES concorde avec les périodes de fortes charges journalières. Des pertes de boues provenant du clarificateur à forte charge hydraulique sont simulées par le modèle. Sur cette période un indice de boue de 149 mL/g a été mesuré. Cet indice de boue élevé traduit une décantation moyenne et alimente l'hypothèse de perte de la boue à forte charge hydraulique.

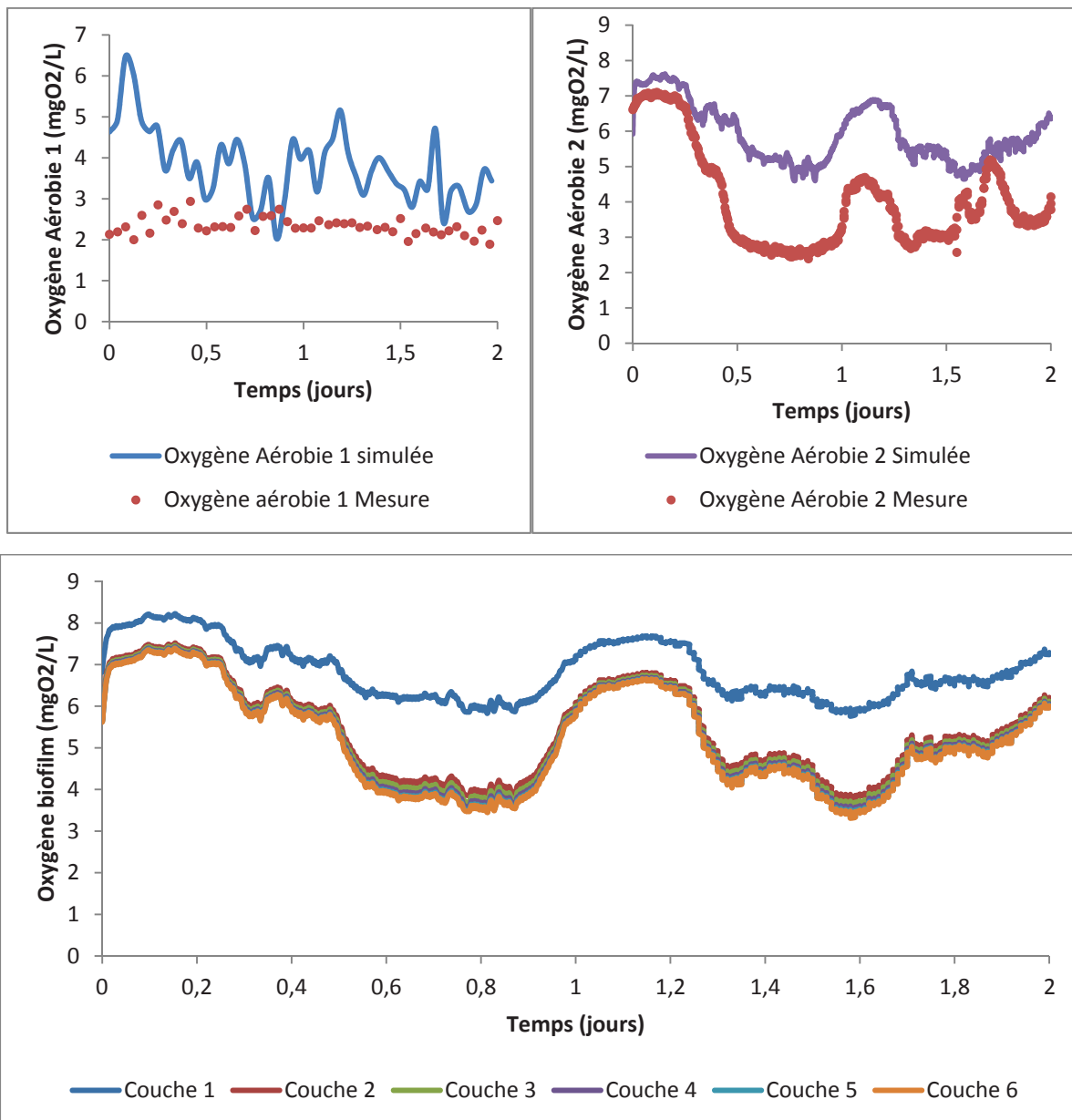
Un ajustement du modèle simple 1D de décantation est nécessaire. Des résultats similaires sont obtenus pour les trois campagnes de calage. Une étude plus poussée permettrait de définir précisément ces paramètres.

X.3 Concentration en oxygène des réacteurs et dans le biofilm

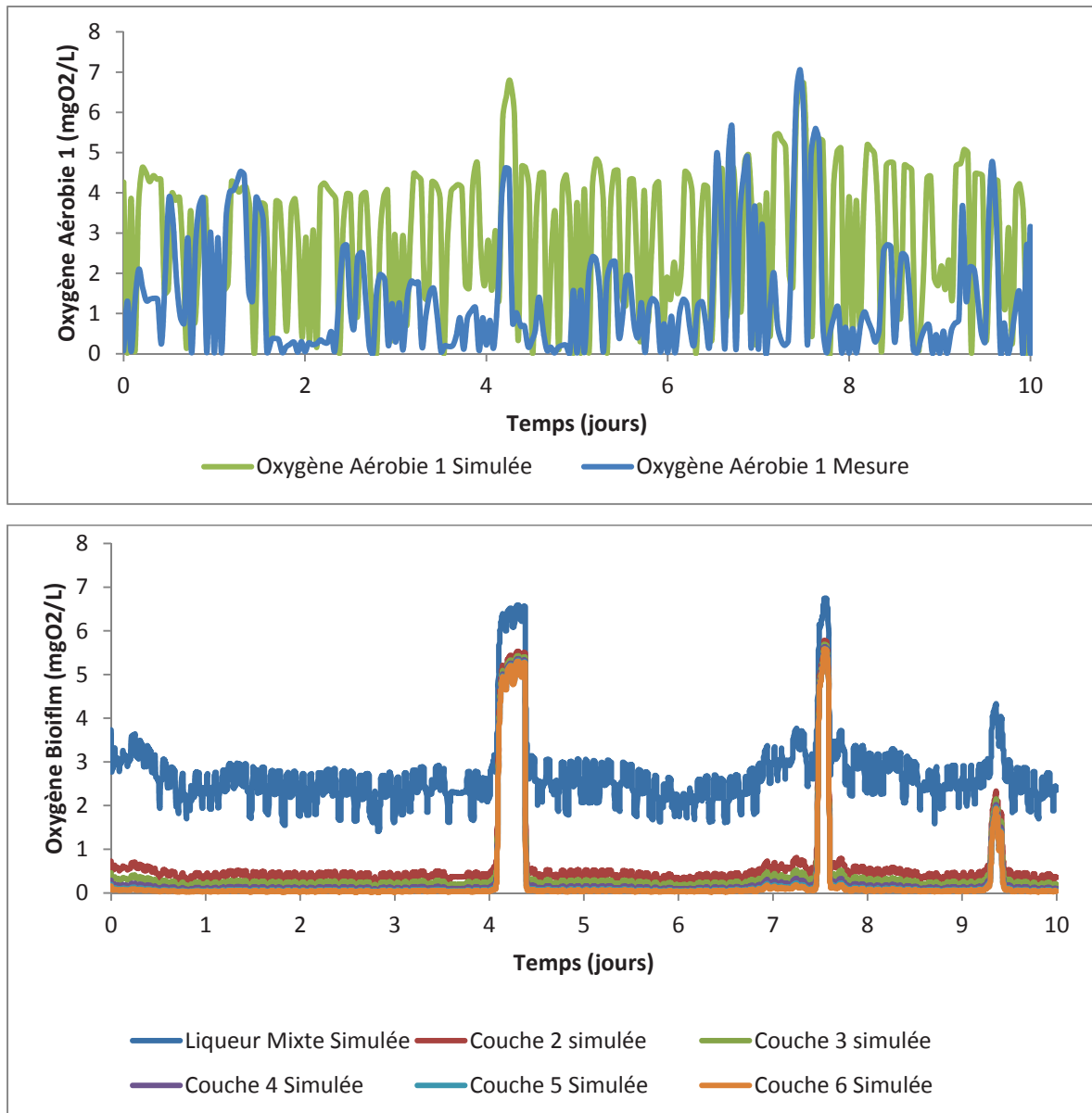
Simulation des concentrations en oxygène sur la première série de donnée du calage :



Simulation des concentrations en oxygène sur la deuxième série de donnée du calage :

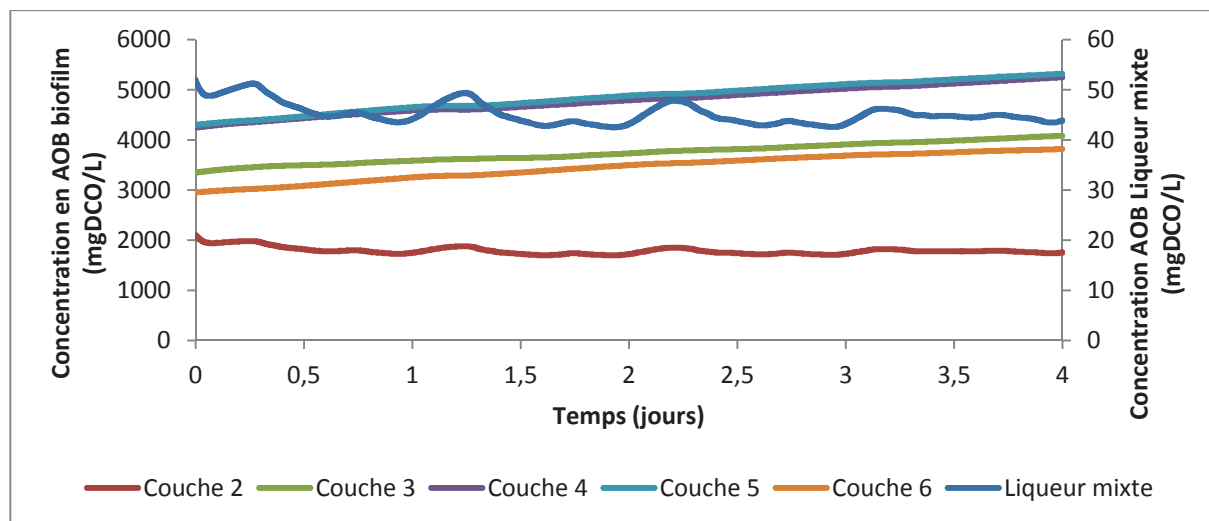


Simulation des concentrations en oxygène sur la troisième série de donnée du calage :

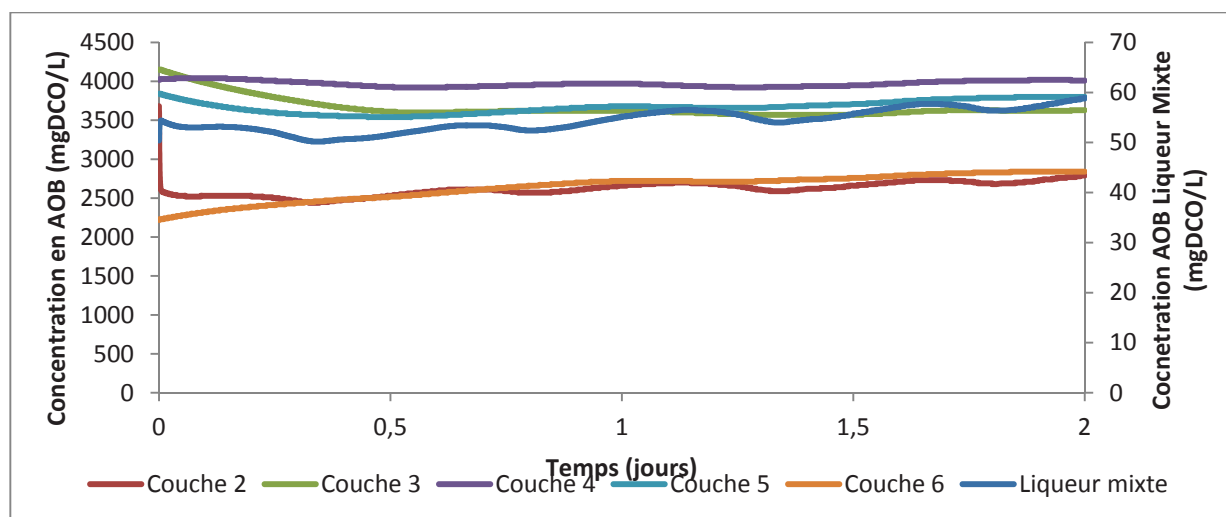


X.4 Concentration en AOB dans le biofilm et la liqueur mixte

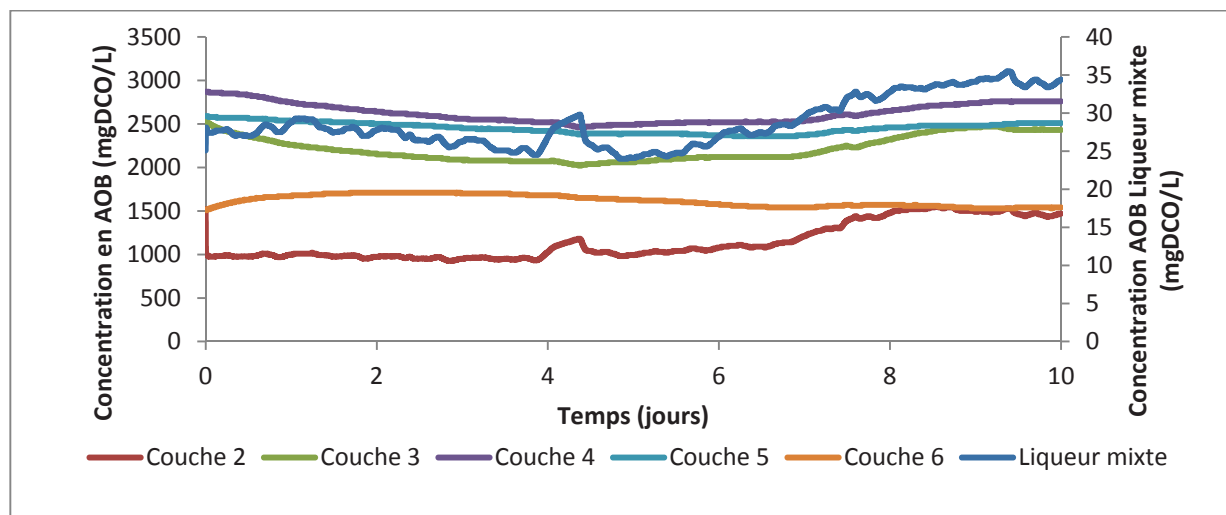
Simulation des concentrations en AOB pendant la première série de donnée du calage :



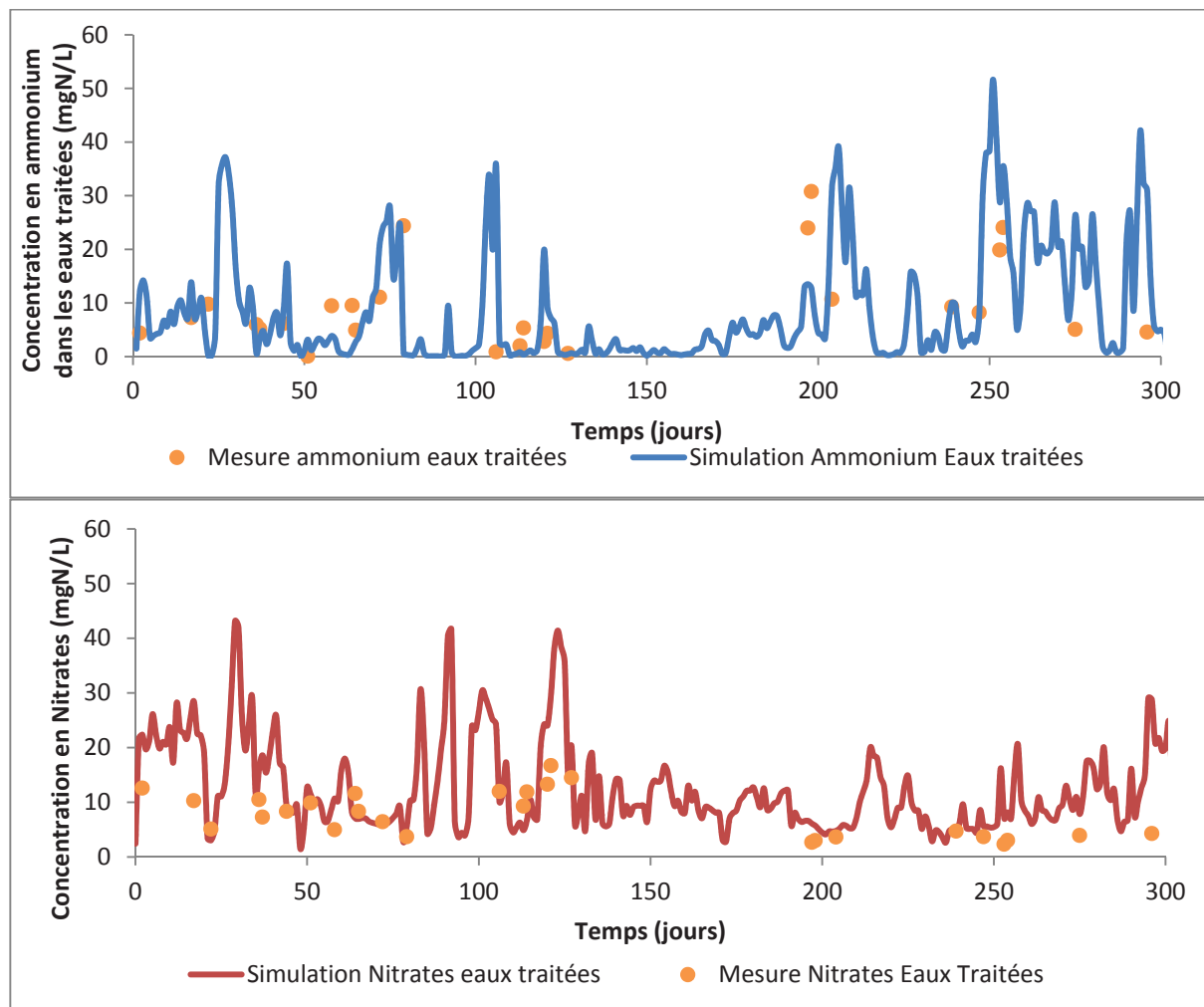
Simulation des concentrations en AOB pendant la deuxième série de donnée du calage :



Simulation des concentrations en AOB pendant la troisième série de donnée du calage :



X.5 Simulation sur le long terme (300jours) de la concentration en ammonium et en nitrates dans les eaux traitées



ANNEXE XI : Understanding the contribution of biofilm in an Integrated Fixed-Film Activated Sludge system (IFAS) designed for nitrogen removal

P. Moretti¹, J.M. Choubert¹, J.P. Canler¹, O. Petrimaux², P. Buffiere³ and P. Lessard⁴

¹ Irstea, UR MALY, 5 rue de la Doua CS70077, 69626 Villeurbanne, France. E-mail: paul.moretti@irstea.fr

² Vinci Environnement France SA, 89 Boulevard Franklin Roosevelt, 92506 Rueil-Malmaison Cedex, France

³ Université de Lyon, INSA de Lyon, Laboratoire de Génie Civil et d'Ingénierie Environnementale, 69621 Villeurbanne, France

⁴ Département de Génie Civil et de Génie des Eaux, Pavillon Adrien-Pouliot, Université Laval Québec (Qc), G1V0A6, Canada

Abstract: The objective of this study is to improve knowledge on the IFAS system designed for nitrogen removal. Biofilm growth and its contribution to nitrification was monitored under various operating conditions in a semi-industrial pilot-scale plant. Nitrification rates were monitored in biofilms developed on free-floating media and in activated sludge operated under a low sludge retention time (4 days) and at an ammonia loading rate of 45 to 70gNH₄-N/kgMLVSS/d. Operational conditions, i.e. oxygen concentration, redox potential, suspended solids concentration, ammonium and nitrates, were monitored continuously in the reactors. High removal efficiencies were observed on carbon and ammonium at high loading rate. The contribution of biofilm to nitrification was determined as 40% to 70% of total NO_x-N production under the operating conditions tested. This study was able to define optimal conditions to optimize process compacity. The tested configuration responds especially well to winter and summer nitrification conditions. These results help provide a deeper understanding of how autotrophic biomass evolves through environmental and operational conditions in IFAS systems.

Keywords: Biofilm; Nitrogen; Nitrification; IFAS; Kinetics; Municipal wastewater treatment

INTRODUCTION

Over the past decade in Europe, the growth of urban area and the discharge limits imposed on nitrogen effluent concentrations have made it necessary to upgrade or retrofit many wastewater treatment plants. Many plants denitrify municipal wastewater via activated sludge systems designed with a mixed liquor solid retention time (MLSRT) of about 10-15 days at 10°C (Henze *et al.*, 1996). When footprint is limited, more compact processes are required, and among the options available, the Integrated Fixed-film Activated Sludge (IFAS) system offers an interesting solution for retrofitting activated sludge plants to achieve nitrification at affordable cost (McQuarrie *et al.*, 2004, Randall and Sen, 1996, Stricker *et al.*, 2009). The process uses free-floating media fluidized in activated sludge mixed liquor. The IFAS process maintains suspended culture by recirculation from the clarifier. Nitrification at low SRT is made possible by the growth of autotrophic biomass in the biofilm that developed on the carriers (Sriwiriyarat

et al., 2008, Onnis-Hayden *et al.*, 2011). In fact, biofilm containing attached biomass has a much higher retention time than freely suspended cells in the mixed liquor, which prevents total washout of slow-growing biomass such as nitrifiers.

Increasing nitrification efficiency necessarily involves increasing denitrification as well, which is dependent on carbon source, the ability to maintain anoxic conditions, and recirculation flow (Naidoo *et al.*, 1998).

Biofilm culture responds to specific conditions that affect its microbial community. Diffusional limitations mean that the mixed liquor requires higher oxygen and substrate levels to ensure sufficient concentrations in the biofilm. Even with a low SRT, biofilm detachment still feeds the mixed liquor with autotrophic biomass (Morgenroth and Wilderer, 2000, Elenter et al., 2007). Compared to MBBR processes, IFAS presents the same biofilm characteristics, but the presence of the mixed liquor lends it specific behaviour in terms of substrate utilization, oxygen demand and kinetics (Germain *et al.*, 2007).

Most IFAS processes are located in North America, such as Broomfield (Colorado) and Lakeview (Ontario), where IFAS upgrades have proven well compatible with their specific operating conditions such as 4-5 days MLSRT, low MLTSS concentration (1.5-2.5 g/L) and high F/M ratio (0.25-0.4 kgBOD₅/kgMLVSS/d). However, there is a need for further work on a wider range of operating conditions, since few studies have been led at pilot-scale (Boltz *et al.*, 2009, Di Trapani *et al.*, 2011) to test IFAS process limits and nitrification kinetics over different condition-sets.

There is little information available to describe how the biofilm contributes to nitrification according to applied operating conditions such as temperature, SRT and loading rate. To provide an improved understanding of the process and guidance on upgrading activated sludge plants to IFAS, we have conducted semi-industrial pilot-scale experiments over two years. The aim of this study is to find the limits of the process, assess the contribution of biofilm, identify where autotrophic biomass is located, and investigate the nitrification and denitrification rates.

MATERIAL AND METHODS

Description of pilot-scale plant

A semi-industrial IFAS pilot-plant (Figure 1) treating 5-9 m³/d was built by IRSTEA at the La Feyssine (Lyon, France) treatment facility. The plant consists of a pre-anoxic reactor of 1150L (41%), a first aerobic suspended-culture zone of only 766 L (27%), and an IFAS aerobic reactor of 930L. This configuration was designed to promote autotrophic biomass growth on carriers by limiting competition with heterotrophic biomass in the last reactor due to carbon substrate removal in aerobic basin 1. The IFAS zone is filled fluidized floating carrier BMX1, cylindrical shape (10mm diameter, 7mm length) with cross inside made of high-density polyethylene and with a specific area of 545 m²/m³. Fill fraction is about 43% bulk media. For process aeration, the coarse bubble diffuser was set up in aerobic basin 2 and a fine bubble diffuser was set up in aerobic basin 1. The pilot was run operationally for about 2 years.

The separation of treated wastewater and sludge is performed by a 350 L secondary settler equipped with a sludge return loop proportional to influent flow (150%). A sludge return loop from the IFAS aerobic reactor (200-250%) was integrated to perform denitrification in the pre-anoxic zone.

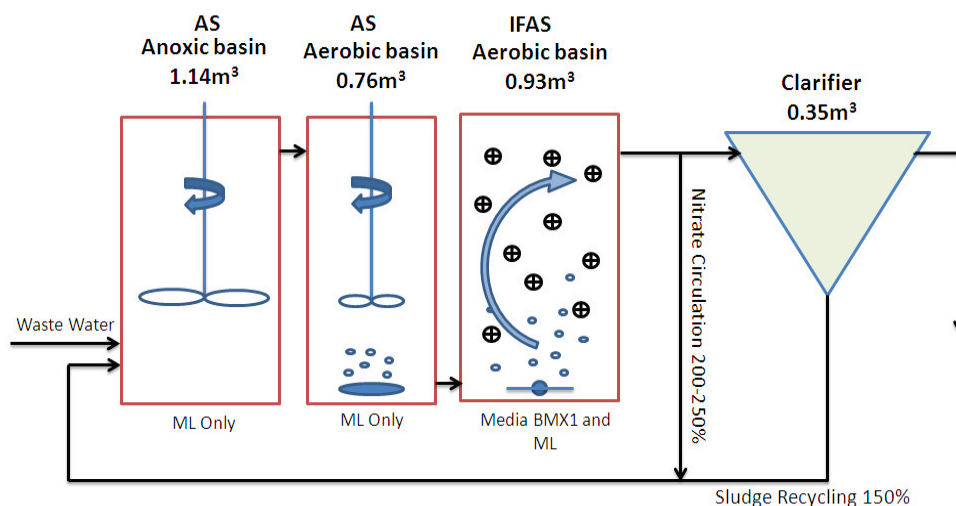


Figure 1 Schema of the IFAS pilot-scale process (ML: mixed liquor culture)

Influent monitoring

From June 2012 to February 2014, proportional 24h-flow composite samples were collected by refrigerated automatic samplers two times a week, and standard chemical analyses (COD, BOD₅, N-NH₄⁺, TKN, N-NO₃⁻, N-NO₂⁻, TSS) were carried out on dissolved and particulate fractions according to standard methods (APHA, 2012). This approach was designed to characterize the influent and the global performances of the installation. Wastewater influent characteristics during the period were about 215 mgTSS/L (±54, 42 values), 433 mgCOD/L (±88, 42 values), 55 mgTKN/L (±13, 36 values). COD:TKN ratio was about 8.1 gCOD/gN (±2.2, 36 values), which was below the typical French reference ratio of about 10 gCOD/g N, thus qualifying the influent as high nitrogen-loaded.

Operating strategy

Two organic loading rate conditions (F/M) were applied to the pilot as described in Table 1. The first period was obtained with an inflow rate of 5 m³/d, which was increased in periods 2 and 3 with an inflow rate of 9 m³/d. Organic load expressed as F/M ratio during these three periods was 0.9 and 1.5 kgCOD/m³/d, respectively, corresponding to a 9 d and 4 d MLSRT. Periods 2 and 3 were operated in summer and winter, respectively, to observe the impact of temperature variation on high organic load and reach the autotrophic MLSRT limit by temperature change.

Table 1 Applied operating strategy

		Période 1	Période 2	Période 3
Unit		Nov. 2012-Mai 2013	Juin 2013-Nov.2013	Dec. 2013- Mars 2014
Influent Flow	m ³ /j	5.0	9.0	9.0
Aerobic HRT	h	8.1	5.1	5.1
F/M	gBOD ₅ /kg _{MLVSS} /d	0.18	0.29	0.27
Organic Load	kgCOD/m ³ /d	0.85	1.41	1.51
NH ₄ -N Load	NH ₄ -N/kg _{MLVSS} /d	44	71	69
MLSRT	d	7-9	4-5	4-5
temperature	°C	16	22	16
SRT _{limit} ⁽¹⁾	d	2.0	1.3	2.0

⁽¹⁾SRT limit: Threshold SRT value under which autotrophic biomass should be washed out. This value was calculated based on growth ($\mu_{a,max}=0.8 \text{ j}^{-1}$) and decay rates ($b_a= 0.15 \text{ j}^{-1}$), assuming non-limiting substrate and oxygen concentrations.

Reactor monitoring

The reactors were equipped with Hach Lange sensors to instantaneously record key data such as TSS, dissolved oxygen concentration, redox and air flow. All sensors were connected to a monitoring system. Continuous measurement of NO₃-N and NH₄-N in anoxic and aerobic tanks 1 and 2 were measured continuously by AN-IS sc Hach Lange sensors re-calibrated each week. These measurements gave instantaneous dynamic readings of nitrate production (nitrification) or consumption (denitrification) rates and made it possible to assess nitrogen balance in each basin. A typical pattern of inflow rate was programmed to feed the reactor with dynamic hourly flow variation. Wastewater flow, return activated sludge (RAS), mixed liquor circulation (MLC) and extraction flow were recorded instantaneously, with RAS and MLC being regulated.

Treatment performances monitoring

Mass balance to assess nitrification rate (*in-situ* determination)

In-situ nitrification was measured in the pilot under stabilized treatment conditions using a mass balance. We assumed that the assimilation of nitrogen was about 5% of the BOD₅ removed (Henze *et al.*, 1996).

Batch tests to assess nitrification rate (*ex-situ* determination)

Maximum nitrification rates of both sludge (liquor) and biofilm (carriers) were determined for each operating condition via a lab-scale batch protocol (Vigne *et al.*, 2011). Carriers were collected on the surface in the third stage of the IFAS process and put in a 5 L reactor. Oxygen (up to 7.0mgO₂/L) and alkalinity was maintained in excess, and pH, temperature and nitrogen species were monitored. The test was performed on the composite sample (mixed liquor+carrier) and on carriers only; and the nitrification rate of mixed liquor was determined by the difference. These data were used to calculate nitrite and nitrate production rates (NPR) tied to autotrophic biomass concentration ($X_{b,a}$) as:

$$NPR = \frac{X_{b,a} \cdot \mu_{a,max}}{Y_a}$$

NPR =maximum nitrate production rate by autotrophic biomass (gN/L/d)

$X_{b,a}$ =autotrophic biomass (mgCOD/L)

$\mu_{a,max}$ =maximum growth rate of autotrophic biomass (d⁻¹)

Determining Ex-situ and In-situ allow estimating limitation operate in process for nitrification. When many difference is in-situ nitrification in lower than ex-situ

Biofilm characteristics

The biomass attached on carriers was determined using a protocol inspired from di Trapani et al. (Di Trapani *et al.*, 2011) and was measured twice a month. Fifty carriers were removed from the IFAS tank, dried at 105°C for 24 h, and then weighed. Carriers were stripped of their biofilm by exposing them to ultrasound for 30 minutes, washing them with distilled water then re-drying at 105°C, and then weighed.

RESULTS AND DISCUSSION

Removal performances vs. operating conditions

Figures 2a and 2b present applied and removed volumetric loading rates in the total reactor volume for total chemical oxygen demand (TCOD) and Kjeldahl nitrogen (TKN). The pilot showed high TCOD removal efficiencies (>90%) during period 1 when applying volumetric loading rates up to 1.0 kg TCOD/m³/d (Figure 2.a) but lower TCOD removal (80%) at higher loading rates (periods 2 and 3). During periods 2 and 3, no difference was observed with regards to the temperature (from 16°C in winter to 22°C in summer) even if the applied organic loading rate was three times higher than typically applied in activated sludge processes. However, the pilot effluent showed high TCOD at concentrations between 18 to 26 mgBOD₅/L during periods 2 and 3.

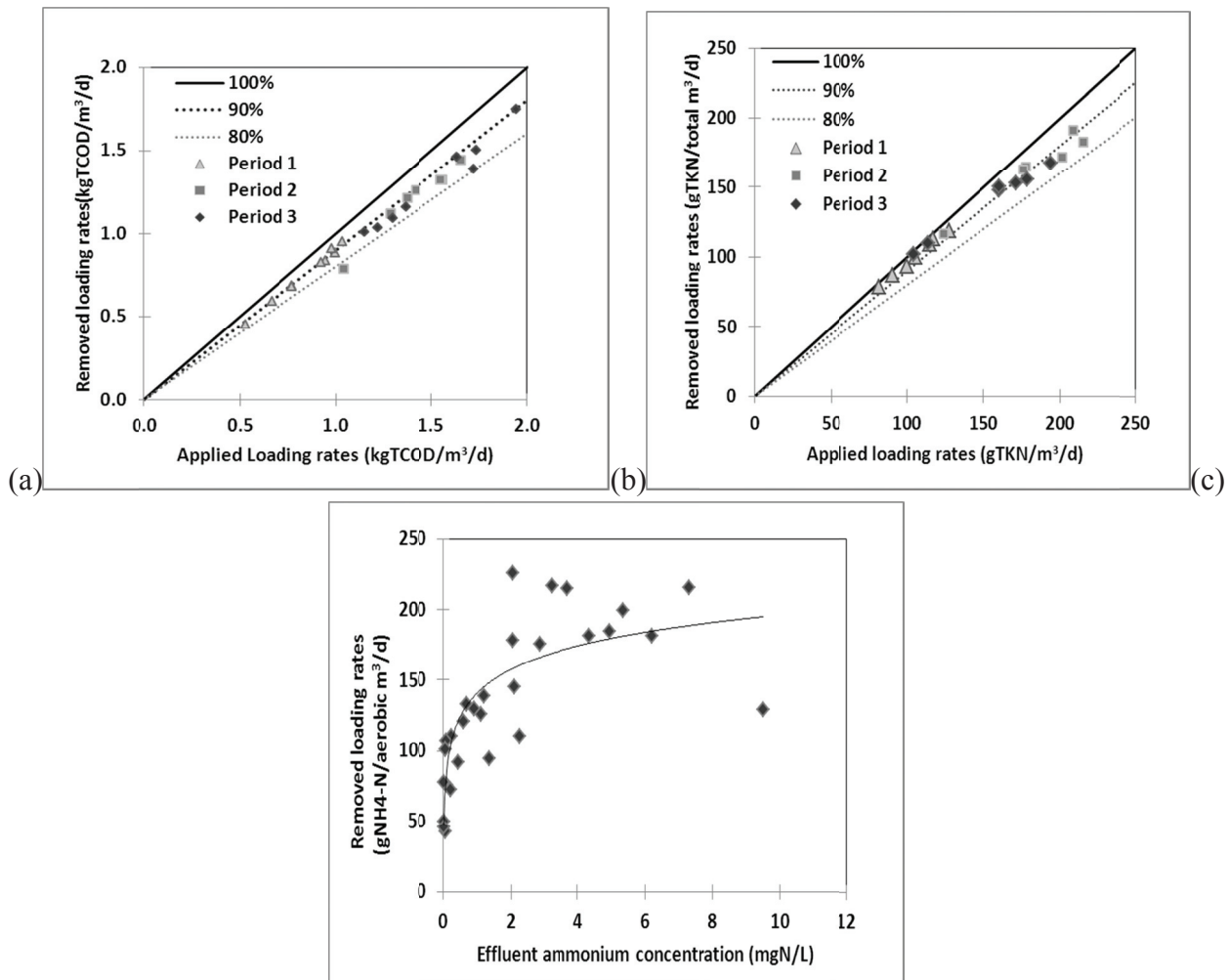


Figure 2 TCOD (a) and TKN (b) volumetric loading rates (applied and removed) on the entire reactor (anoxic + aerobic volume), and aerobic loading rates removed as correlated to effluent ammonium concentration (c)

Total Kjeldahl Nitrogen (TKN) volumetric loading rates on the total reactor volume are shown in Figure 2b. Throughout the experiment, the pilot demonstrated high TKN removal, with low effluent concentrations of 2.0–5.0 mgTKN/L in period 1 (TKN removal > 90%) and 4.0–10.0 mgTKN/L in periods 2 and 3 (TKN removal > 85%). As the effluent showed no brutal increase of TKN, we deduced that the process did not reach its SRT limit. This slow decrease in removal efficiency suggested that the hydraulic retention time limit for pollutant treatment had been reached. The results from the Broomfield WWTP are about 99% ammonium removal efficiencies for 90 to 120 gNH₄-N/m³/d at 13–22°C (Rutt *et al.*, 2006) and 4.0 MLSRT. Our study confirms these observations while investigating a higher ammonium load at 150gNH₄-N/m³/d with 85% ammonium removal efficiency.

Ammonium load rates removed in the aerobic zone are presented in Figure 2c as a function of effluent concentration. The pattern of removal rates corresponded to a high increase up to an effluent concentration of 4 mgNH₄-N/L. Up to this value, removal rate seemed to be stable at 180 gN/aerobic m³/d. This representation was made by di Trapani *et al.* (2011) which observe less result about 150 gN/aerobic m³/d at 11.5°C. A more recent study investigating a higher

ammonium load of 250 gNH₄-N/aerobic m³/d at 14°C as a limit of 95% removal rate (Di Trapani *et al.*, 2013).

Limitations of nitrification in aerobic reactors

The actual and maximal nitrification rates obtained with *in-situ* and *ex-situ* protocols, respectively, were determined on sludge sampled in aerobic tanks 1 and 2 during the three periods. These nitrification rates were compared to conclude on the kinetic limitations in the aerobic reactors. The *in-situ* and *ex-situ* nitrification rates over the three periods are presented in figure 3.

In period 1 (lowest loading rate), nitrification was mainly performed by the mixed liquor. There was a significant difference between *in-situ* and *ex-situ* nitrification in aeration tank 2. *In-situ* nitrification in reactors 1 and 2 were very similar, at 3.5 and 4.7 mgNO₃-N/L/h, respectively. The process SRT was significantly higher (7-10days) than the SRT limit and allowed autotrophic biomass to grow in the mixed liquor.

In period 2, nitrification was still dependent on mixed liquor. *In-situ* and *ex-situ* results were similar for reactor 1, showing no limitation of nitrification, whereas *in-situ* removal rate was about 57% lower than *ex-situ* nitrification rate, showing limited nitrification in reactor 2. *Ex-situ* nitrification rates obtained in reactor 2 were high, at 13.6mgNO₃-N/L/h, which is consistent with Regmi *et al.* (2011) who measured 12.8 mgNO₃-N/L/h on IFAS system at 21°C and 4.8 days MLSRT.

Nitrification rates in aerobic tank 2 are promoted by higher volumetric ammonium loading rates in period 3. *In-situ* nitrification in aerobic tank 2 increased significantly from 6.0 to 8.8 mgNO₃-N/L/h, whereas in parallel, the *ex-situ* and *in-situ* nitrification rates in aerobic tank 1 decreased from 7.0 to 4.0 mgNO₃-N/L/h. Ammonium concentration was higher in aerobic reactor 2 (i.e. periods 1 and 2 involved very low ammonium concentrations at night). Duration of nitrification was thus about 5 and 8 hours per day for periods 1 and 2 compared to almost 19 hours in period 3.

Our results suggest a limitation of basin 2-nitrification by the first aerobic basin. Compared to *ex-situ* nitrification rates, the *in-situ* nitrification rates in aerobic reactor 2 were just 43% in periods 1 and 2 and up to 65% in period 3 when there was higher ammonium input into aerobic tank 2. The same case was reported from the Broomfield facility, with *ex-situ* nitrification at 11.5 mgN/L/h in first aerobic IFAS reactor but decreasing to 5.3 mgN/L/h at the second aerobic IFAS basin due to substrate limitation (Onnis-Hayden *et al.*, 2007).

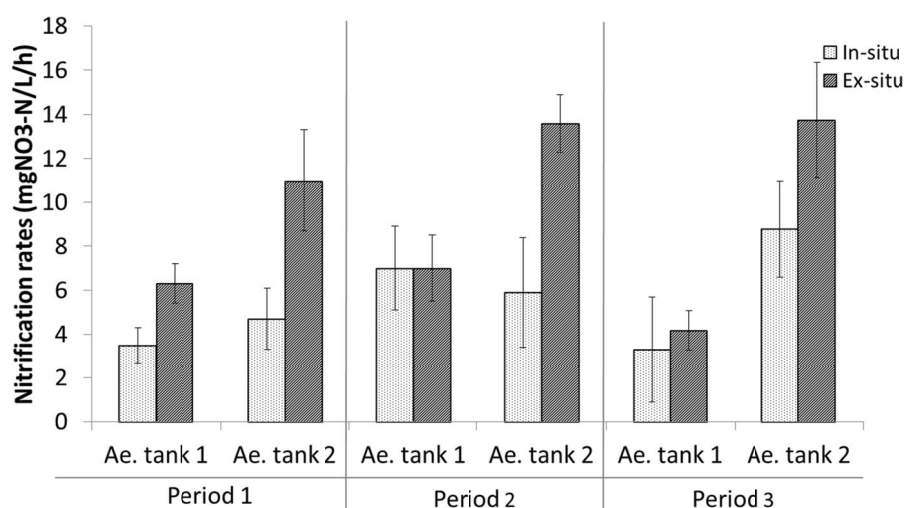


Figure 3 *Ex-situ* and *in-situ* nitrification rates over the three periods in aerobic tanks 1 and 2

Nitrification by the biofilm

Biofilm-driven nitrification rates at high loading rates ranged from 0.73 (period 2) to 0.91 gNO₃-N/m²/d (period 3). Regmi *et al.* (2011) reported rates of 0.89 gN/m²/d and 66% of nitrates produced by biofilm on the Newport News facility at high ammonium load. It is lower than in Broomfield facility, with 1.12 gN/m²/d and a 76% contribution by biofilm (Onnis-Hayden *et al.*, 2011). Our results confirmed the results of Regmi *et al.* (2011) in period 3 at low temperature, but we found that more nitrification took place in the mixed liquor in the higher-temperature period 2.

In period 1, only 50% of nitrification was performed by biofilm, as autotrophic biomass was equally distributed between mixed liquor and biofilm. When loading rate increased, more nitrates were produced by biofilm than by mixed liquor, with biofilm contributing 60% and 67% nitrification in periods 2 and 3, respectively.

We observed nitrification rate in the biofilm increases with duration of high ammonium concentration. Biofilm rates increased 1.20-fold in period 3, due to the ammonium input to reactor 2 where duration of nitrification rose from 8h/d to 19h/d.

Denitrification

All results showed high nitrate concentrations (i.e. 8–15mg NO₃-N/L) in treated effluent. This study found no increase in denitrification rates; in fact, denitrification rate was not correlated to operating conditions such as temperature. Denitrification rates varied between 1.0 to 3.9 mgNO₃-N/gMLVSS/h. Additional observations seemed to demonstrate that the anoxic basin is limited by poor soluble organics substrate from raw wastewater, since the redox sensor showed very low readings and no oxygen. Denitrification rate is highly correlated to influent content such as soluble organic compounds, as described by many authors at both lab-scale (Naidoo *et al.*, 1998) and industrial scale (Onnis-Hayden *et al.*, 2007). To confirm this finding, we tested a linear mathematical relation between denitrification process and soluble organics load. Denitrification removal efficiencies were investigated as a function of gFCOD per gNO₃-N applied in the

anoxic basin. The optimal ratio was about 4.0 gFCOD/gNO₃-N to remove 80% of nitrates produced in the reactor. Compared to a FCOD/NH₄-N ratio in the influent of 3.0 gFCOD/gNH₄-N, denitrification may be limited by poor organics substrates coming into the anoxic zone to reach the 80% denitrification removal rate.

CONCLUSION

This study gained significant data on an IFAS process:

- The IFAS technology employed here enabled high removal efficiencies (>85%) for carbon and nitrogen at carbon loading rates of 0.3 kgBOD₅/kgMLVSS/d, thus performed about three times better than conventional nitrifying/denitrifying activated sludge plants.
- Nitrification rates appeared to reach a peak of 180gN/aerobic m³/d at a loading rate of 70 gN/kgMLVSS/d at 16-22°C.
- The SRT limit was not reached, and the mixed liquor continued to achieve nitrification even at a 4-day SRT. Aerobic reactor 1 achieved 25% to 60% of nitrification during the three periods depending on winter and summer temperatures. *Ex-situ* tests showed that the mixed liquor contains a significant quantity of autotrophic biomass.
- Autotrophic biomass is widely present on biofilm that contributes 67% of total nitrification rates. Biofilm performance varied from 0.62 to 0.92 gN/m²/d and is directly linked to the ammonium load applied to reactor 2.

Our pilot-scale configuration specifically designed for nitrogen removal points to the following conclusions:

- The pre-anoxic tank-based denitrification process was ill-adapted to these high loads due to limited available soluble carbon in influent. Denitrification rates could be enhanced by adding an external carbon source, such as methanol.
- This IFAS configuration is able to nitrify at high organic loads. Aeration in reactor 1 could be decreased to promote a higher biofilm contribution to nitrification. Process optimization depends on ammonium load on aerobic tank 2 and residual nitrification in aerobic tank 1.

The next step planned is to model the IFAS removal efficiencies to confirm these experimental results and obtain a calibrated model.

Acknowledgements

The authors thank Région Rhône-Alpes for co-financing this research, and M. Masson, L. Richard, S. Plétan, M. Arhror and P. Le Pimpec for assistance with sampling and/or analysis.

References

- APHA (2012) *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Clesceri American Water Works Association/American Public Works Association/Water Environment Federation
- Boltz, J. P., Johnson, B. R., Daigger, G. T., Sandino, J. & Elenter, D. (2009) Modeling integrated fixed-film activated sludge and moving-bed biofilm reactor systems. II: Evaluation. *Water Environment Research*, **81** (6), 576-586.
- Di Trapani, D., Christensso, M. & Ødegaard, H. (2011) Hybrid activated sludge/biofilm process for the treatment of municipal wastewater in a cold climate region: A case study. *Water Science and Technology*, **63** (6), 1121-1129.
- Di Trapani, D., Christensson, M., Torregrossa, M., Viviani, G. & Ødegaard, H. (2013) Performance of a hybrid activated sludge/biofilm process for wastewater treatment in a cold climate region: Influence of operating conditions. *Biochemical Engineering Journal*, **77**, 214-219.
- Elenter, D., Milferstedt, K., Zhang, W., Hausner, M. & Morgenroth, E. (2007) Influence of detachment on substrate removal and microbial ecology in a heterotrophic/autotrophic biofilm. *Water Research*, **41** (20), 4657-4671.
- Germain, E., Bancroft, L., Dawson, A., Hinrichs, C., Fricker, L. & Pearce, P. (2007) Evaluation of hybrid processes for nitrification by comparing MBBR/AS and IFAS configurations. *Water Science & Technology*, **55** (8_9), 43-9.
- Henze, M., Harremoës, P., La Cour Jansen, J. & Arvin, A. (1996) Wastewater Treatment. Biological and Chemical Processes.
- McQuarrie, J., Rutt, K., Seda, J. & Haegh, M. (2004) Observation from the first year of full-scale operation - The IFAS/BNR process at the Broomfield Wastewater Reclamation facility. *Proceedings of the 75th Annual Water Environment Federation Technical Exposition and Conference*. New Orleans, Louisiana Water Environment Federation.
- Morgenroth, E. & Wilderer, P. A. (2000) Influence of detachment mechanisms on competition in biofilms. *Water Research*, **34** (2), 417-426.
- Naidoo, V., Urbain, V. & Buckley, C. A. (1998) Characterization of wastewater and activated sludge from European municipal wastewater treatment plants using the NUR test. *Water Science and Technology*, **38** (1 pt 1), 303-310.
- Onnis-Hayden, A., Dair, D., Johnson, C., Schramm, A. & Gu, A. (2007) Kinetics and nitrifying populations in nitrogen removal processes at a full-scale integrated fixed-film activated sludge plant. *WEFTEC- National Conference of Water Environment Federation*.
- Onnis-Hayden, A., Majed, N., Schramm, A. & Gu, A. Z. (2011) Process optimization by decoupled control of key microbial populations: distribution of activity and abundance of polyphosphate-accumulating organisms and nitrifying populations in a full-scale IFAS-EBPR plant. *Water Res*, **45** (13), 3845-3854.
- Randall, C. W. & Sen, D. (1996) Full-scale evaluation of an integrated fixed-film activated sludge (IFAS) process for enhanced nitrogen removal. *Water Science and Technology*, **33** (12), 155-162.

- Rutt, K., Seda, J. & Johnson, C. (2006) A successful conversion. *Water Environment and Technology*, **17** (3), 62-66.
- Sriwiriyarat, T., Pittayakool, K., Fongsatitkul, P. & Chinwetkitvanich, S. (2008) Stability and capacity enhancements of activated sludge process by IFAS technology. *Journal of Environmental Science and Health Part a-Toxic/Hazardous Substances & Environmental Engineering*, **43** (11), 1318-1324.
- Stricker, A. E., Barrie, A., Maas, C. L. A., Fernandes, W. & Lishman, L. (2009) Comparison of performance and operation of side-by-side integrated fixed-film and conventional activated sludge processes at demonstration scale. *Water Environment Research*, **81** (3), 219-232.
- Vigne, E., Choubert, J. M., Canler, J. P., Heduit, A., Sorensen, K. H. & Lessard, P. (2011) The role of loading rate, backwashing, water and air velocities in an up-flow nitrifying tertiary filter. *Bioresource Technology*, **102** (2), 904-912.