



**UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
HOUARI BOUMEDIENE
USTHB - ALGER**

Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés

MÉMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de :

MAGISTER

En : Chimie industrielle
Option : Énergétique des procédés

Par :

Mlle CHIKH Rabiha

Thème

**Application d'un réacteur compact haute performance (HCR)
dans le traitement de charges polluantes d'hydrocarbures**

Soutenu publiquement le 15/03/2004 devant le jury composé de :

Mme NEZZAL G.
M. AIT-AMAR H.
Mme BENSMAILI A
M. SI-SALAH A.
Mme SALEM Z.
M. ABDESSEMED D.

Professeur à l'USTHB
Professeur à l'USTHB
Professeur à l'USTHB
Maître de conférences à l'IAP
Chargée de cours à l'USTHB
Chargé de cours à l'USTHB

Présidente
Directeur de thèse
Examinatrice
Examinateur
Examinatrice
Examinateur

REMERCIEMENTS

Il m'est agréable de présenter ma profonde gratitude à toutes les personnes qui, à divers titres, m'ont apporté leurs aide et conseils pour mener à bien ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements à M. H. AIT-AMAR, Professeur à l'USTHB, pour m'avoir proposé ce sujet et guidée tout au long de ce travail par ses précieux conseils et orientations.

Ce mémoire a été réalisé au laboratoire de l'environnement de l'Institut Algérien du Pétrole, je suis grée à son Directeur, M. A. SI-SALAH, pour m'y avoir accueillie et mis à ma disposition la documentation nécessaire et tous le matériel dont il dispose. Je lui suis reconnaissante pour l'intérêt qu'il a manifesté pour ce travail et pour ses précieux conseils, et enfin pour avoir accepté de participer au jury.

Je remercie Mme G. NEZZAL pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury, Mme A. BENSMAILI, Mme Z. SALEM et M. D. ABDESSEMED pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Que M. S. AMEZIANE, ingénieur au laboratoire de l'environnement de l'Institut Algérien du Pétrole, trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour ses encouragements, ses conseils, et l'aide constante qu'il n'a cessé de m'apporter, que ce soit dans le travail de laboratoire ou dans la recherche bibliographique, et ce, non sans gentillesse et sympathie.

Je remercie également tout le personnel du département de chimie industrielle de l'Institut Algérien du Pétrole, en premier lieu, le chef du département Mme. D. SI-SALAH ainsi que M. A. LOUDNI, M. L. SAHRAOUI, M. M. KHAROUNI et M. A. CHERFAOUI.

Que toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail, trouvent ici le témoignage de mon estime, en particulier : M. et Mme BOUDJELLALI et M. A. AFETTOUCHE.

SOMMAIRE

Nomenclature.	VI
----------------------	----

Introduction générale.	7
-------------------------------	---

Chapitre I : Étude bibliographique

I.1. Généralités sur le traitement des eaux.	9
I.1.1. Introduction	9
I.1.2. Principales sources d'eaux usées	9
I.1.3. Evaluation de la pollution.	9
I.1.3.1. Caractéristiques physicochimiques et biochimique d'une eau résiduaire.	10
I.1.3.2. Normes de rejet des eaux usées.	11
I.1.4. Procédés de traitement des eaux usées.	12
I.1.4.1. Pré-traitement physique.	13
I.1.4.2. Traitement primaire.	13
I.1.4.3. Traitement secondaire ou biologique.	14
I.1.4.4. Traitement tertiaire.	14
I.2. Procédés biologiques de l'épuration des eaux.	15
I.2.1. Introduction	15
I.2.2. traitement biologique.	15
I.2.3. Dégradation bactérienne des matières organiques.	15
I.2.4. Classification des micro-organismes intervenant dans l'épuration biologique des eaux usées.	16
I.2.4.1. Les chimio-organotrophes.	16
I.2.4.2. Les phototrophes.	16
I.2.4.3. Les chimiolithotrophes.	17
I.2.5. Les Bioréacteurs.	17
I.2.5.1. Bioréacteurs à lit fixe	17
I.2.5.2. Bioréacteurs à biomasse en suspension.	17
I.2.6. Les Colonnes à bulles.	19
I.2.7. Cas particulier du système HCR.	19
I.2.8. Paramètres caractéristiques du fonctionnement d'un réacteur biologique.	22
I.2.8.1. Charge massique.	22
I.2.8.2. Charge volumique.	22
I.2.8.3. Charge hydraulique.	22
I.2.8.4. Temps de séjour hydraulique	22
I.2.8.5. Temps de séjour des cellules.	22
I.2.9. Décantation des boues activées.	22

I.3. Biodégradation des hydrocarbures	23
I.3.1. Définition de la biodégradation.	23
I.3.2. Agents de la biodégradation.	23
I.3.3. Facteurs influençant la biodégradation.	24
I.3.4. Mécanismes de biodégradation.	25
I.3.5. Biodégradation et récalcitrance.	26
I.3.6. Biodégradation des hydrocarbures.	26
I.3.7. Micro-organismes dégradant les hydrocarbures.	28
I.3.8. Métabolisme microbien des hydrocarbures.	28
I.3.8.1. Métabolisme des hydrocarbures aliphatiques.	28
I.3.8.2. Métabolisme des hydrocarbures cycliques saturés.	28
I.3.8.3. Métabolisme des hydrocarbures aromatiques.	29

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1. Dispositif expérimental	30
II.1.1. Réacteur compact haute performance (HCR).	30
II.1.2. Décanteur.	34
II.1.3. Agencement du dispositif expérimental.	36
II.2. Matériaux	36
II.2.1. Substrat.	36
II.2.2. Boues activées.	37
II.2.3. Nutriments.	37
II.3. Méthodes d'analyses.	37
II.3.1. Demande biochimique en oxygène (DBO ₅).	37
II.3.2. Demande chimique en oxygène (DCO).	38
II.3.3. Concentration des ions ammonium (NH ₄ ⁺) et des ions nitrate (NO ₃ ⁻).	38
II.3.4. Turbidité.	39
II.3.5. Matières en suspension (MES).	39
II.3.6. Matières volatiles en suspension (MVS).	39
II.3.7. Indice de Mohlman.	40
II.3.8. Concentration en oxygène dissous	40
II.3.9. pH.	40

Chapitre III : Résultats expérimentaux

III.1. Introduction.	41
III.2. Etude de la biodégradation du gas-oil en batch.	41
III.3. Caractérisation expérimentale du fonctionnement du HCR.	45
III.3.1. Fonctionnement en discontinu.	45
III.3.2. Fonctionnement en continu.	47
III.3.2.1. Variations des paramètres de la pollution carbonée.	49
III.3.2.2. Variations de la concentration des ions nitrate et des ions ammonium	50
III.3.2.3. Variations de la concentration de la biomasse.	52
III.3.2.4. Décantabilité des boues activées.	54
III.3.2.5. Observation des boues activées.	54
III.3.2.6. Evolution des rendements d'élimination de la pollution.	54
III.3.2.7. Variations de l'oxygène dissous, du pH et de la température.	60
III.4. Conclusion..	62

Chapitre IV : Modélisation cinétique

IV.1. Cinétique de l'élimination de la pollution carbonée.	63
IV.1.1. Croissance bactérienne.	63
IV.1.2. Modèles cinétiques de l'élimination des composés organiques.	65
IV.2. Cinétique des boues activées à mélange complet.	66
IV.3. Equations du bilan de matière.	67
IV.4. Estimation des paramètres du modèle.	70
IV.4.1. Mode opératoire pour la détermination des paramètres cinétiques.	70
IV.4.2. Détermination de K_s , μ_{max} , $r_{sx\ max}$, Y et b .	70
IV.4.3. Détermination du temps de doublement de la biomasse.	73
IV.4.4. Détermination du temps de séjour minimal des boues.	74
IV.5. Discussion sur les paramètres cinétiques.	80
IV.6. Vérification de l'adéquation du modèle.	80
IV.7. Conclusion.	81

Conclusion générale.	82
-----------------------------	----

Références bibliographiques

Annexes

NOMENCLATURE

b : coefficient de l'extinction endogène (h^{-1})
 C_m : charge massique ($\text{Kg DBO}_5/\text{Kg MES.j}^{-1}$)
 C_v : charge volumique ($\text{Kg DBO}_5/\text{m}^3.\text{j}^{-1}$)
 DBO_5 : demande biochimique en oxygène (mg/L)
 DCO : demande chimique en oxygène (mg/L)
 I_m : indice de Mohlman (mL/g)
 K_s : constante de Monod ou constante de demi-saturation (g/L)
 K_b : constante de biodégradabilité.
 MES : matières en suspension (g/L)
 MVS : matières volatiles en suspension (g/L)
 Q : débit de l'influent du réacteur (L/h)
 Q_r : débit de recyclage des boues (L/h)
 Q_w : débit de purge des boues (L/h)
 R : rendement de l'épuration (%)
 r : coefficient de corrélation
 r_x : vitesse de croissance de la biomasse (g/L.h^{-1})
 r_s : vitesse d'utilisation du substrat (g/L.h^{-1})
 r_{sx} : vitesse spécifique d'utilisation du substrat (h^{-1})
 $r_{sx, \max}$: vitesse spécifique maximale d'utilisation du substrat (h^{-1})
 S : concentration du substrat dans l'effluent du décanteur ($\text{g DBO}_5/\text{L}$)
 S_0 : concentration du substrat dans l'influent du réacteur ($\text{g DBO}_5/\text{L}$)
 T : taux de croissance des micro-organismes (%)
 V : volume du réacteur (L)
 X : concentration de la biomasse dans le réacteur (g/L)
 X_0 : concentration de la biomasse dans l'influent du réacteur (g/L)
 X_e : concentration de la biomasse dans l'effluent du décanteur (g/L)
 X_r : concentration de la biomasse dans les boues de purge (g/L)
 Y : rendement de conversion du substrat en biomasse (Kg MES/Kg DBO_5)

Symboles grecs :

τ : taux de recyclage des boues (%)
 μ : vitesse spécifique de croissance de la biomasse (h^{-1})
 $\mu_{\max}$: vitesse spécifique maximale de croissance de la biomasse (h^{-1})
 θ_c : âge des boues ou temps de séjour des cellules (h)
 θ_c^m : temps de séjour minimal des cellules (h)
 θ_h : temps de séjour hydraulique (h)

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Au cours des dernières décennies, les problèmes de pollution croissante sont devenus de plus en plus aigus et ont atteint une ampleur telle que c'est tout l'équilibre de l'écosystème qui est menacé. Parmi les milieux récepteurs, l'eau est la cible de prédilection de la pollution, elle en est également le vecteur principal. Il en résulte qu'aujourd'hui, les ressources en eau potables sont devenues vulnérables et se raréfient de jour en jour.

En réponse à ces problèmes, il est indispensable de limiter les rejets de polluants dans le milieu naturel par le traitement de l'ensemble des effluents urbains et industriels afin qu'ils soient conformes aux normes en vigueur. A cet effet, une multitude de travaux de recherches fondamentales et appliquées ont été entrepris pour aboutir à des procédés de traitement de plus en plus performants ^[2]. Ces traitements peuvent être réalisés par voie biologique, chimique, mécanique ou par la combinaison des trois.

Basés sur la croissance d'une population microbienne sous forme de floes, les traitements biologiques par boues activées sont généralement les procédés les plus intéressants en raison de leurs faibles coûts et de leur principe qui n'est qu'un processus naturel accéléré. Cependant, leur efficacité est étroitement liée à la qualité de la séparation des boues dans le décanteur secondaire qui constitue un des facteurs limitants de ce type de traitement. On ne peut donc risquer d'appliquer de fortes charges organiques sous peine d'aboutir au phénomène de gonflement des boues et au blocage du traitement. Ajoutés à cela, un apport d'oxygène suffisant et une turbulence conséquente sont requis pour garantir un bon transfert de masse, indispensable pour les réactions de biodégradation. Ces opérations sont en général réalisées dans des bassins d'aération nécessitant de grands espaces, pas souvent disponibles dans les zones industrielles.

C'est dans la perspective de se libérer de tous ces inconvénients qu'une nouvelle génération de bioréacteurs compacts, capables de traiter des charges élevées, a été développée. Le système HCR (High-performance Compact Reactor) qui constitue l'objet de cette étude, en est l'exemple. Il est constitué d'une colonne à bulle et d'un décanteur secondaire. L'aération et l'alimentation en eau usée de la colonne à bulle se font par une buse à deux fluides générant une dispersion "gaz-liquide-solide" homogène et une turbulence intense qui permet de réaliser un excellent transfert d'oxygène. Le système HCR a prouvé sa remarquable efficacité à travers plus de 30 installations de par le monde opérant avec succès. Il est caractérisé, en outre,

par sa consommation d'énergie relativement faible, de faibles productions de boues en excès ainsi que de faibles indices de décantabilité.

Au regard de tous ces avantages, nous nous sommes proposés de tester le système HCR dans le traitement d'une charge polluée par des hydrocarbures. Un grand nombre d'effluents industriels renferment des mélanges d'hydrocarbures (industrie du pétrole, industrie mécanique, etc.) impossibles à éliminer d'une façon satisfaisante avec les systèmes conventionnels à boues activées, et les traitements physiques employés alternativement ne représentent qu'un déplacement de la pollution vers un espace réduit.

Les tests menés au laboratoire avec une eau usée synthétique comportant du gas-oil, ont permis d'atteindre deux principaux objectifs :

- vérification de l'efficacité de traitement ;
- étude de la cinétique de biodégradation.

Cette étude est présentée en quatre chapitres :

- dans le premier chapitre, nous donnons un aperçu sur les procédés de traitement des eaux usées en général et sur le traitement biologique en particulier. Les phénomènes de biodégradabilité des hydrocarbures ont été également abordés à la fin de cette partie ;
- le second chapitre décrit le dispositif expérimental et les méthodes d'analyses utilisés ;
- les résultats de toutes les expériences effectuées sont résumés dans le troisième chapitre. L'efficacité du procédé ainsi que sa capacité à supporter des charges polluantes élevées sont mises en évidence ;
- Enfin, le dernier chapitre est consacré à la modélisation cinétique afin de disposer d'un outil de design et d'optimisation du fonctionnement du système HCR.

Chapitre I

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Procédés de traitement des eaux résiduaires

I.1.1. Introduction

L'épuration des eaux a pour but de protéger le milieu récepteur et de permettre la réutilisation de ces eaux. Au début, les techniques de traitement des eaux relevaient plus de l'art que d'une véritable science ^[1]. Il n'en est plus ainsi aujourd'hui. Actuellement, on s'intéresse à l'élimination des polluants dits secondaires (azote, phosphore, matière organique réfractaire), afin que l'effluent qui est rejeté dans le milieu naturel ou recyclé en vue d'une éventuelle réutilisation dans l'industrie et/ou en agriculture, obéisse aux niveaux de qualité définis par les normes ^[1]. Ces normes sont fixées en fonction de l'utilisation des eaux, du milieu récepteur, de son degré de pollution et de son aptitude à se régénérer naturellement.

La résolution des problèmes liés à l'épuration exige une approche multidisciplinaire, et un grand nombre de recherches fondamentales et appliquées ont été réalisées afin de faciliter les calculs et la gestion de procédés de plus en plus performants. Le choix d'un procédé est, souvent, dicté par le rapport entre la qualité du traitement et les coûts d'exploitation.

I.1.2. Principales sources d'eaux usées ^[1]

- Effluents urbains : ils englobent les eaux de ruissellement (eaux de pluies, de lavage des chaussées), les eaux résiduaires d'origine domestique et celles résultant d'activités artisanales (eaux de petites entreprises) ne nécessitant pas de traitement particulier).
- Effluents industriels : ils sont classés en trois catégories :
 - eaux à caractère minéral dominant (eaux des aciéries, des usines chimiques minérales, etc.) ;
 - eaux à caractère organique dominant (eaux des industries agro-alimentaires : abattoirs, élevages industriels, laiteries, etc.) ;
 - effluents à caractère mixte pouvant contenir plusieurs constituants en quantités importantes (textiles, papeterie, raffineries, etc.).
- Effluents d'origine agricole : cette pollution fait intervenir deux familles de composés : les pesticides (insecticides, herbicides, fongicides, bactéricides, etc.) et les engrais (caractérisés par de fortes teneurs en composés minéraux, azotés et phosphorés).

I.1.3. Evaluation de la pollution

La plupart des effluents pollués sont des mélanges complexes qu'il est impossible de décrire par les voies de l'analyse chimique classique, vu la diversité des composants qu'ils renferment et de leurs origines (industries agroalimentaires, chimiques, parachimique, etc.). Des méthodes d'évaluation globales ont été mises au point pour permettre de définir rapidement un ensemble de propriétés de l'eau (biodégradabilité, oxydabilité, etc.) et de déterminer sa teneur en certains polluants (carbone organique, azote organique, etc.).

I.1.3.1. Caractéristiques physico-chimiques et biochimiques d'une eau résiduaire

a) Demande biochimique en oxygène (DBO) ^[2]

C'est la quantité d'oxygène, exprimée en mg/L, consommée dans les conditions de l'essai (incubation à 20°C et dans l'obscurité) pendant un temps donné pour assurer l'oxydation des matières organiques présentes dans l'eau usée par voie biologique.

On détermine conventionnellement la DBO₅ correspondant à la quantité d'oxygène consommée après 5 jours d'incubation.

b) Demande chimique en oxygène (DCO) ^[2]

Elle correspond à la consommation d'oxygène dans des conditions d'oxydation en milieu sulfurique, à chaud et avec un catalyseur. La DCO englobe la matière organique biodégradable et non biodégradable, et s'exprime en mg O₂/L.

c) Carbone organique total COT ^[2]

Certains composés organiques résistent à l'oxydation chimique et biologique et n'interviennent donc pas dans la DCO et la DBO₅. La mesure du COT est une méthode encore plus énergique pour les oxyder complètement. On a recours à l'oxydation catalytique à 950°C au cours de laquelle les échantillons subissent une combustion totale sous l'action de l'oxygène gazeux. Les éléments carbonés donnent de l'anhydride carbonique qui est dosé dans un analyseur à infrarouge. Le carbone d'origine minérale est préalablement éliminé ou dosé séparément. Le COT s'exprime en mg de carbone par litre.

d) Demande totale en oxygène (DTO) ^[1]

C'est la quantité d'oxygène consommée par les matières organiques lors de leur oxydation catalytique par l'oxygène et en présence de platine à 900°C. Elle s'exprime en mg d'O₂/L.

e) Matières en suspension (MES)

Il s'agit des particules en suspension dans l'eau dont la taille permet leur rétention sur un filtre de porosité donnée. Elles sont constituées de particules d'origines minérale et organique.

f) Matières volatiles en suspension (MVS)

Ce paramètre correspond à la matière organique contenue dans l'eau. Elle englobe aussi bien les micro-organismes vivants que la matière inerte.

g) Azote et phosphore

Le développement des micro-organismes s'effectue correctement dans un milieu équilibré en azote et en phosphore.

Tableau I.1. Normes de rejet des effluents Industriels (Normes algériennes) ^[7].

Paramètres	Unités	Valeurs maximales
Température	°C	30
pH	-	5,5 à 8,5
MES	mg/L	30
DBO ₅	“	40
DCO	“	120
Azote kjeldahl	“	40
Phosphates	“	2
Cyanures	“	0,1
Aluminium	“	5
Cr ³⁺ Cr ⁶⁺	“	3,0 0,1
Cadmium	“	0,2
Fer	“	5
Manganèse	“	1
Mercure	“	0,01
Nickel	“	5
Plomb	“	1
Cuivre	“	3
Zinc	“	5
Huiles et graisses	“	20
Hydrocarbures	“	20
Solvants organiques	“	0,5
Chlore actif	“	20
Détergents	“	0,001
Tensioactifs	“	10

L'azote se trouve dans l'eau sous forme organique ou sous forme minérale (ammoniacale, nitrites, nitrates). La mesure de l'azote Kjeldahl donne la teneur en azote ammoniacale et organique ($N_{NH_4^+}$ et $N_{organique}$) libéré sous forme ammoniacale lors d'une digestion acide de l'échantillon. Les nitrites et les nitrates représentent les formes oxydées de l'azote ^[3].

Le phosphore se trouve également dans l'eau sous forme de composés organiques ou minéraux (dissous ou en suspension). On distingue alors les orthophosphates (correspondant au groupement PO_4^{3-}) et les polyphosphates (de formule générale $P_nO_{(3n+1)}M_{(n+2)}$).

On admet, généralement, que l'on doit avoir comme rapport adéquat : $DBO_5/N/P$ de l'ordre de 100/5/1 ^[4].

h) Biodégradabilité

La biodégradabilité d'une substance représente son aptitude à être décomposée par les micro-organismes (bactéries, champignons, etc.). Les bactéries produisent une grande variété d'enzymes susceptibles de décomposer de très nombreuses substances complexes. Certaines ont, en outre, la faculté de s'adapter à la métabolisation de substrats inhabituels en synthétisant de nouvelles enzymes adaptées à ces composés selon les conditions du milieu ^[2].

La connaissance de la biodégradabilité de l'effluent permet d'évaluer son aptitude à l'épuration par des processus biologiques. C'est ainsi qu'un indice de biodégradabilité a été défini, il correspond au rapport DCO/DBO_5 ; plus cet indice est grand, moins l'effluent sera biodégradable. Dans une eau de rejet urbain, ce rapport est de l'ordre de 2 à 2,6 ^[5].

I.1.3.2. Normes de rejets des eaux usées

Les normes de rejet à l'égout ou après traitement doivent contribuer à la protection du milieu récepteur.

Les valeurs limites maximales des paramètres de rejet, selon les normes algériennes, sont présentées dans le tableau I.1.

I.1.4. Procédés de traitement des eaux usées

Les différents procédés d'épuration des eaux usées sont basés sur des phénomènes physiques, chimiques et biologiques. En général, le choix d'un procédé dépend du type de rejet à traiter.

Conventionnellement, ils sont au nombre de quatre et sont appliqués dans l'ordre suivant :

- Pré-traitement physique ;
- Traitement primaire ;
- Traitement secondaire ;
- Traitement tertiaire.

I.1.4.1. Pré-traitement physique

Il consiste en une série d'opérations susceptibles de débarrasser les eaux brutes des matières les plus grossières d'une part, et des produits pouvant gêner le processus de traitement d'autre part. Le prétraitement physique a pour but la protection des installations de traitement en aval.

a) Dégrillage

Le Dégrillage permet de protéger les ouvrages en aval contre l'arrivée de gros objets (branchages, chiffons, flacons, etc.) susceptibles de provoquer des bouchages dans les différentes unités de traitement. On distingue ^[6] :

- le dégrillage grossier ou pré-dégrillage : espacement entre les barreaux de la grille de 30 à 100 mm ;
- le dégrillage moyen : espacement de 10 à 25 mm ;
- le dégrillage fin : espacement de 3 à 10 mm.

b) Dessablage

Le dessablage est l'une des premières opérations qui suivent le dégrillage. Il est nécessaire de séparer le sable de l'eau pour les raisons suivantes :

- le sable est une matière solide et minérale qui n'intervient pas dans le processus d'épuration ;
- c'est une matière très dure qui a un pouvoir abrasif très important ;
- c'est une matière dense qui risque de se déposer facilement. Il est donc nécessaire de l'éliminer pour éviter le bouchage des canalisations par sédimentation.

Le dessablage concerne les particules minérales dont le diamètre est supérieur à 0,2 mm. La technique classique de dessablage consiste à faire circuler l'eau dans une chambre de tranquillisation, une vitesse de 0,3 m/s permet le dépôt de la majeure partie du sable.

c) Dégraissage-déshuilage

Les huiles et les graisses empêchent le transfert de l'oxygène et bloquent l'activité biologique.

Le dégraissage consiste à faire séparer les graisses présentes dans les eaux, soit par flottation pour diminuer leur densité, soit par tranquillisation de l'effluent.

L'élimination des huiles contenues dans un effluent se déroule en deux étapes :

- pré-déshuilage : séparation des huiles grossièrement dispersées ;
- déshuilage : après coagulation, par flottation ou filtration.

I.1.4.2. Traitement primaire

Il fait appel aux propriétés physiques des matières contenues dans l'eau.

a) Décantation primaire

La séparation se fait par l'effet de la gravitation de telle sorte que les matières les plus lourdes se retrouvent au fond du décanteur. Elle peut se faire également par injection d'air dans la masse de l'eau : les bulles d'air ainsi formées s'accrochent aux particules réparties dans l'eau et les entraînent à la surface où elles sont raclées. Ce procédé dit de flottation est surtout utilisé lorsque la séparation gravitaire pose des problèmes.

b) Décantation avec réactifs chimiques ^[8]

Le principe est basé sur une réaction de coagulation-floculation.

La coagulation provoque la séparation des matières en suspension non décantables ; le coagulant est, en général, un sel de fer ou d'alumine.

La floculation a pour but de former des flocs en provoquant la coalescence des particules en les agglutinant.

I.1.4.3. Traitement secondaire ou biologique

Il s'agit d'un procédé qui, par apport de substances nutritives et d'oxygène, permet aux micro-organismes se trouvant dans la masse de l'eau de dégrader la matière organique pour la production de leur énergie vitale. Une partie de la matière polluante est utilisée comme substrat par les flocons de boues plus ou moins décantables, formés par l'agglomération des particules et des micro-organismes vivants ou morts.

On distingue deux types de procédés biologiques :

- Procédés biologiques intensifs: ces procédés sont caractérisés par un coût excessif de traitement car ils exigent des installations complexes et un personnel qualifié. C'est notamment le cas du :
 - traitement par boues activées;
 - traitement par lits bactériens ou lits de ruissellement;
 - traitement par disques biologiques.
- Procédés biologiques extensifs : ce sont des procédés d'épuration dans lesquels la concentration du réacteur biologique en micro-organismes épurateurs est faible comme dans le cas des traitements par épandage ou par lagunage.

I.1.4.4. Traitement tertiaire

Ce traitement a surtout pour but d'éliminer les éléments indésirables qui n'ont pas pu être enlevés dans les deux premiers stades de l'épuration.

La désinfection, dernière étape de la chaîne de traitement des eaux, permet de détruire ou d'éliminer les micro-organismes susceptibles de transmettre des pathologies. Cette opération peut être effectuée par :

- des moyens chimiques tels que la chloration (dioxyde de chlore ClO_2 , hypochlorite de sodium NaOCl) ou l'ozonisation (O_3) ;
- des moyens physiques tels que l'ébullition, les rayons ultra-violet, les rayons gamma.

Mais il faut signaler que les deux méthodes présentent certains inconvénients, comme les risques cancérogènes lors d'une surchloration par exemple, et en plus, les moyens physiques ne sont utilisables que pour de faibles quantités d'eaux.

I.2. Procédés de traitement biologiques de l'épuration des eaux

I.2.1. Introduction

Le métabolisme de certains groupes bactériens peut éliminer des molécules ou ions indésirables dans l'eau, comme les composés azotés, les métaux lourds ou les matières organiques. Cette propriété a été mise à profit et appliquée d'une manière beaucoup plus intensive en garantissant toutes les conditions nécessaires pour obtenir une biodégradation optimale et accélérée dans des réacteurs biologiques. Deux voies sont possibles pour réaliser ce type de processus :

- la voie aérobie, si l'oxygène de l'air est impliqué dans ces transformations ;
- la voie anaérobie, si la biodégradation se fait sans oxygène.

I.2.2. Traitement biologique

L'épuration biologique des eaux consiste à transformer des substances organiques et inorganiques par le biais des micro-organismes vivants dans les eaux et ce, grâce à leur système enzymatique. Ainsi, de nombreux corps organiques peuvent être métabolisés selon divers processus (oxydoréduction, déshydrogénation, hydrolyse, etc.). Au cours du métabolisme, la matière organique est simplifiée en des métabolites de faible masse moléculaire avec tendance à la minéralisation : c'est le phénomène de catabolisme. Les dérivés métabolites formés ou préexistants permettent alors l'anabolisme.

Les caractéristiques du milieu, spécialement sa teneur en oxygène, orientent les voies de dégradation impliquant la fourniture de nombreux métabolites. Certaines substances chimiques sont ainsi métabolisées mais d'autres ne sont que peu ou pas dégradées. Ces derniers corps en faibles quantités s'accumulent souvent dans la biomasse et constituent des inhibiteurs qui freinent le processus de biodégradation d'où l'impossibilité de recourir au traitement biologique dans le cas des effluents renfermant de pareilles substances. En outre, d'autres contraintes peuvent limiter l'utilisation de ce type de traitement telles que la température, la concentration, le pH, etc.

I.2.3. Dégradation bactérienne des matières organiques

Bien qu'elles présentent une forme de vie des plus simples que l'on connaisse, les bactéries jouent un rôle prépondérant dans la destruction des matières organiques et

donc dans l'équilibre écologique. En effet, la grande diversité de leurs réactions métaboliques leur permet de s'adapter à diverses sources de nutriments et de transformer une grande variété de matières organiques ^[9].

D'autres organismes, tels que les champignons, les algues, les protozoaires ainsi que certaines variétés aquatiques, présentent des capacités métaboliques capables d'assimiler les matières organiques mais elles demeurent négligeables devant celles des bactéries qui du fait de leurs petites tailles et, par conséquent, de la valeur élevée du rapport surface/volume, arrivent à transformer des quantités importantes de matière organique. Par ailleurs, les bactéries possèdent un potentiel génétique important de même que des mécanismes de régulation physiologiques et de transport actifs ; elles sont donc capables de subir des mutations, de plus, leur taux de croissance est élevé.

I.2.4. Classification des micro-organismes intervenant dans l'épuration biologique des eaux usées ^[1, 10]

On peut les classer en trois groupes suivant la source d'énergie qu'ils utilisent.

I.2.4.1. Les chimio-organotrophes (ou hétérotrophes)

Ils représentent la très grande majorité des micro-organismes (bactéries, levures, champignons filamenteux et protozoaires) et tirent leur énergie de réactions d'oxydoréduction dans lesquelles le donneur d'hydrogène et d'électrons est une substance organique. Le sort de l'hydrogène ou des électrons enlevés au substrat est directement lié à l'équipement enzymatique des micro-organismes qui gouverne leur comportement vis-à-vis de l'oxygène. S'il s'agit d'aérobies, les électrons sont transportés jusqu'à l'oxygène de l'air par des transporteurs respiratoires. Comme ce sont ces transporteurs qui dégagent la plus grande quantité d'énergie, les micro-organismes aérobies peuvent convertir 50 % du carbone contenu dans le substrat en carbone cellulaire, le reste étant converti en gaz carbonique.

Dans le cas de micro-organismes anaérobies qui ne supportent pas le contact de l'air, l'hydrogène se fixe sur des molécules organiques dites accepteurs d'hydrogène qui s'accumulent dans le milieu. Mais l'accepteur terminal peut également être une substance minérale comme un sulfate alors réduit en sulfure (c'est le cas des bactéries sulfato-réductrices) ou du gaz carbonique réduit en méthane (c'est le cas des méthanobactéries). Ayant un faible rendement énergétique, les micro-organismes anaérobies doivent dégrader beaucoup plus de matière organique que les aérobies pour former la même quantité de matière vivante.

I.2.4.2. Les phototrophes

Ce sont les algues et quelques bactéries (cyanobactéries) qui utilisent l'énergie lumineuse. Elles synthétisent la totalité de leurs constituants cellulaires à partir du carbone minéral comme source de carbone et d'une source d'azote minéral.

I.2.4.3. Les chimiolithotrophes (ou autotrophes)

Il s'agit des bactéries qui tirent leur énergie de l'oxydation de substances minérales. Elles sont très spécialisées et leur source d'énergie est liée directement à l'oxydation d'une substance donnée. C'est le cas de *Nitrosomonas* qui tirent leur énergie de l'oxydation des sels ammoniacaux en nitrites. Ces bactéries synthétisent également la totalité de leurs constituants cellulaires à partir du carbone minéral.

I.2.5. Les bioréacteurs

Un bioréacteur est un réacteur au sein duquel plusieurs réactions biologiques ont lieu simultanément dans un milieu liquide ^[11]. Dans le domaine du traitement des eaux usées, les bioréacteurs peuvent être classés en deux catégories :

- les bioréacteurs à biomasse en suspension ;
- les bioréacteurs à lit fixe.

I.2.5.1. Bioréacteurs à lit fixe (lit bactérien)

Dans ce type de réacteurs, les micro-organismes sont fixés sur un support inerte et forment un film de micro-organismes appelé biofilm, sur lequel ruisselle l'eau à traiter. Le biofilm, constitué par un empilage irrégulier de cellules, présente des canalicules par où les échanges de masse peuvent se produire.

I.2.5.2. Bioréacteurs à biomasse en suspension (boues activées)

Le procédé à boues activées consiste, en général, en un traitement biologique aérobie où les micro-organismes flottent librement dans un liquide aéré, sous forme de petits amas appelés bioflocs. Le mélange d'eau usée et de bioflocs est appelé liqueur mixte.

Ce type de réacteurs est toujours suivi d'un système de séparation qui a la double fonction de clarifier l'eau traitée et de récupérer les boues activées pour les recycler en amont du bioréacteur. Les systèmes de séparation sont soit de type gravitationnel (décanteurs), soit de type membranaire ^[12].

L'apport d'air dans le compartiment d'aération est destiné à satisfaire les besoins en oxygène dissous requis pour la respiration de la masse cellulaire et pour la biodégradation. Il contribue également au brassage et au maintien des boues activées en suspension.

La concentration en matières sèches dans le bassin d'aération peut, suivant les situations, évoluer entre 2 et 12 g/L. Ces matières sèches sont essentiellement des matières en suspension mesurables sous forme de MES.

On distingue principalement deux types de bioréacteurs à biomasse en suspension, selon la manière dont sont effectuées l'agitation et l'aération :

- les bioréacteurs agités (un ou plusieurs étages) ;
- les colonnes à bulles.

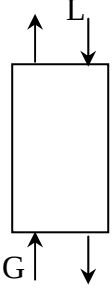
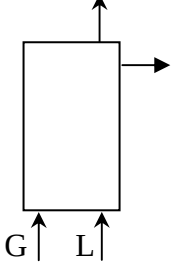
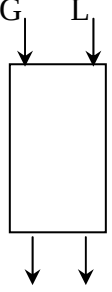
Diagramme schématique			
Sens de l'écoulement	contre courant	co-courant vers le haut	co-courant vers le bas

Figure I.1. Mode de fonctionnement des colonnes à bulles ^[13].

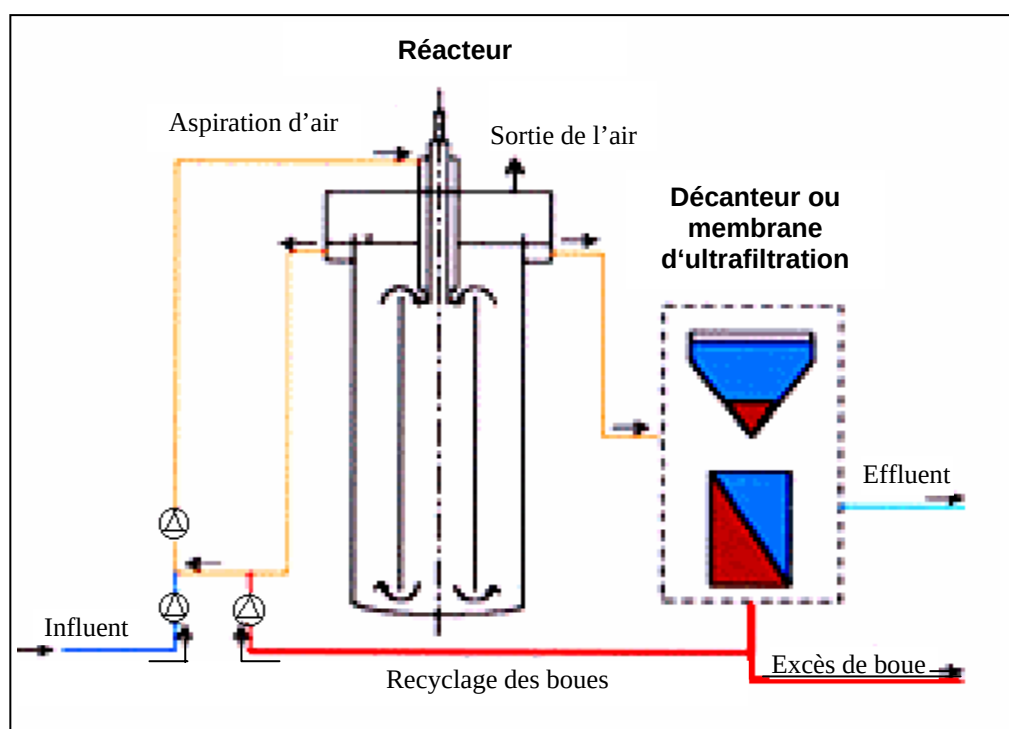


Figure I.2. Schéma du procédé HCR ^[16].

I.2.6. Les Colonnes à bulles

La colonne à bulles est un contacteur gaz-liquide dans lequel la phase gazeuse (G), discontinue sous forme de bulles, se déplace par rapport à la phase continue (liquide ou suspension homogène, L), selon le mode de fonctionnement décrit dans la figure I.1.

Les colonnes à bulles sont surtout utilisées dans l'industrie. Leur rapport hauteur/diamètre est généralement compris entre 3 et 10 ^[13]. Dans le domaine de l'épuration des eaux, les colonnes à bulles sont très prisées pour leur compacité et leur coût, comparés aux systèmes conventionnels. Elles peuvent aussi être rajoutées aux installations déjà existantes pour augmenter leur capacité de traitement, sans pour autant occuper un espace supplémentaire ^[14].

I.2.7. Cas particulier du système HCR (high performance compact reactor)

Développé par "The Institute of Thermal Process Technology" de l'université technique de Clausthal, le procédé HCR consiste en une colonne à bulles de construction particulière puisqu'elle comporte à l'intérieur un cylindre concentrique ouvert à ces deux extrémités. L'alimentation en gaz et en liquide se fait par une buse à deux fluides assurant une vitesse d'injection très élevée. Grâce au cylindre intérieur, la mixture parcourt le réacteur dans les deux sens et un écoulement en boucle est ainsi créé ^[14-15] (figure I.2).

Le système HCR présente les avantages suivants :

- réduction du volume avec un facteur de 10 à 30, comparé aux systèmes conventionnels ;
- design : façonné sous forme de tour fermée (réduction d'émissions nuisibles) ;
- courts délais de mise en route ;
- souplesse d'exploitation ;
- amélioration de la séparation des micro-organismes ;
- faibles coûts d'investissement et d'exploitation.

Sa haute performance est due essentiellement à :

- la dispersion de l'air fourni pour donner lieu à des bulles ultrafines ;
- l'intensification du transfert d'oxygène : l'air étant intimement mélangé à l'eau, le chemin de diffusion devient court, ce qui permet d'augmenter le coefficient de transfert de l'oxygène ;
- la dispersion des agglomérats de bactéries en de petits floccs, grâce à la force du jet de la buse : une plus grande surface de transfert active est obtenue ;
- la distribution uniforme des éléments intervenant dans la réaction : oxygène, polluants et bactéries.

Les premières études ont été menées par Vogelpohl et al. ^[17], sur un HCR de 150 L pour optimiser la vitesse de transfert de matière en fonction des paramètres hydrodynamiques, de la puissance absorbée et des propriétés physiques du liquide. Les résultats ont conduit à un modèle physique décrivant la dynamique des fluides dans la

Tableau I.2. Liste de quelques HCR en exercice dans le monde ^[16, 15].

Type d'industrie	Type d'eau usée	Débit journalier (m ³ /j)	DCO (DBO ₅) (mg/L)	Volume du réacteur (m ³)	Charge volumique (kg DCO/m ³ .j ⁻¹)	Rendement (% de DCO)	Pays
Alimentaire	Laiterie	28	1200 (1100)	1	33	95	Allemagne
Alimentaire	Laiterie	15	3700 (2000)	0,5	110	95	Allemagne
Alimentaire	Levure de bière	168	11000 (8000)	25 + 10	52,8	90	Allemagne
Verrerie	Process	241	11000	25	106	70	Allemagne
Urbaine	Municipale	1200	600 (300)	3 x 5	48	95	Allemagne
Imprimerie	Lavage	15	30000 (12000)	12	37,5	98	Allemagne
Papier	Process	3520	2500	5 x 30	29	70	Allemagne
Chimique	Process	8	4200 (600)	1	33	70	Norvège
Alimentaire	Olive	138	4000 (2000)	5 x 3	36,6	70	Italie
Alimentaire	Olive	138	4000 (2000)	5 x 3	61	70	Italie
Poissonnerie	Lavage	40	3000 (2000)	1	120	98	Allemagne
Décharge	Lixiviat	277	3500 (1720)	3 x 10	32	50	Allemagne
Décharge	Lixiviat	250	3500 (530)	3 x 10	29	50	Allemagne
Alimentaire	Laiterie	167	1500	5	50	90	Allemagne
Urbaine	Matières fécales	160	6000 (2500)	15	64	50	Allemagne
Papier	Process	2500	14000	2 x 250	70	70	Norvège
Papier	Process	14000	1500	2 x 300	35	70	Canada
Papier	Process	22286	3500	2 x 1100	35	70	Norvège
Papier	Process	6296	1350	300	28	70	France
Papier	Process	21000	3000	1200 + 800	31,5	85	Norvège
Urbaine	Municipale	143000	500	4 + 1000	17,8	95	Chine
Abattoir	Process	2000	1900 (1300)	2 x 50	37,5	94	Corée
Elevage	Lisiers de porc	40	(10000)	20	20	90	Corée

buse et dans le réacteur. Des données calculées avec le modèle physique proposé, sont en parfaite harmonie avec celles mesurées pour des réacteurs ayant des volumes supérieurs à 25 m³. Le même modèle a été utilisé pour le design de systèmes HCR avec des volumes dépassant les 250 m³.

Sur la figure I.3 ^[17], montrant l'influence de l'énergie spécifique appliquée ($\dot{E}/V$) sur le débit spécifique maximal de l'air aspiré par la buse ($\dot{G}_{\max}/V$), il apparaît que le débit de l'air entrant varie de façon quasi-proportionnelle avec l'augmentation de l'énergie appliquée, ce qui a une influence directe sur la vitesse de transfert de matière.

En matière d'efficacité de traitement dans le domaine des eaux usées, le HCR a été d'abord testé par Yenkie et al. ^[17], avec une eau usée synthétique, en utilisant un réacteur de 15 L. Les résultats ont montré que des effluents fortement chargés peuvent être traités avec un rendement d'épuration de l'ordre de 90% de DBO₅.

18 tests pilotes avec des eaux usées de différentes origines (alimentaire, chimique, papier, municipale, verrerie, etc.) et des réacteurs de 0,15 à 1 m³, ont démontré la faisabilité, la performance et la grande stabilité du procédé HCR.

Signalons enfin, que ce procédé a été commercialisé et plus de 20 installations avec des réacteurs de 5 à 250 m³ sont fonctionnelles dans plusieurs pays (tableau I.2).

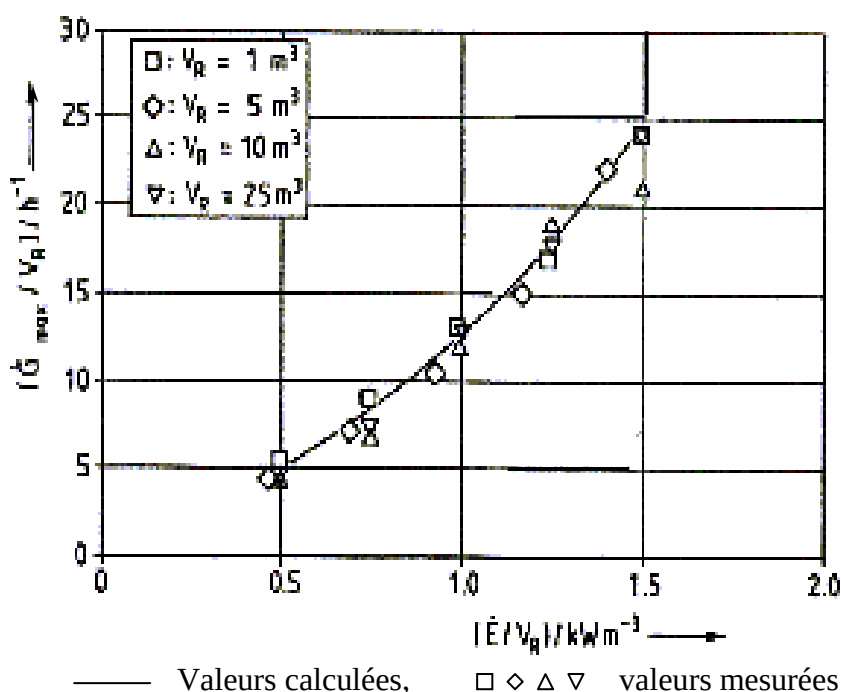


Figure I.3. Débit spécifique maximal aspiré par la buse en fonction de l'énergie spécifique appliquée ^[17].

I.2.8. Paramètres caractérisant le fonctionnement d'un réacteur biologique^[8]

I.2.8.1. Charge massique (kg DBO₅ / kg MES.j⁻¹)

$$C_m = \frac{\text{masse de DBO}_5 \text{ entrant par jour}}{\text{masse de boues activées présente dans le réacteur}}$$

I.2.8.2. Charge volumique (kg DBO₅ / m³.j⁻¹)

$$C_v = \frac{\text{masse de DBO}_5 \text{ entrant par jour}}{\text{volume du réacteur}}$$

I.2.8.3. Charge hydraulique (j⁻¹)

$$C_h = \frac{\text{volume d'eau traitée sortant par jour}}{\text{volume du réacteur}}$$

On distingue également deux temps de séjour caractérisant les bioréacteurs :

I.2.8.4. Temps de séjour hydraulique

$$\theta_h = \frac{\text{volume du réacteur}}{\text{débit de l'effluent}}$$

I.2.8.5. Temps de séjour des cellules (ou âge des boues)

$$\theta_c = \frac{\text{quantité de biomasse présente dans le réacteur}}{\text{masse journalière de boues en excès}}$$

I.2.9. Décantation des boues activées^[20-24]

La décantation a pour but de permettre le dépôt des particules en suspension dans l'eau afin de les recycler et de les renvoyer dans le réacteur biologique pour maintenir une concentration élevée des boues activées et une épuration de bonne qualité. Elle dépend de la manière dont sont formés les floccs, c'est-à-dire, la biofloculation, qui varie avec :

- l'état de turbulence ;
- la composition du milieu ;
- l'état physiologique de la culture.

La décantabilité d'une boue est mesurée principalement par l'indice de Mohlman (I_m) ou indice de volume des boues (SVI). C'est le volume en millilitres occupé par un gramme de boues après une demi-heure de décantation. On considère qu'une boue est de bonne décantabilité si elle possède un indice de Mohlman compris

entre 50 et 100 mL/g ; au-delà de cette limite, les boues sédimentent lentement. Ceci peut être observé dans trois cas :

- la défloculation qui est liée à la formation du floc. Elle se traduit par une forte augmentation du nombre de micro-organismes libres dans la phase liquide. Elle survient dans le cas de l'arrivée d'un élément toxique ou d'un brusque changement du milieu et/ou des conditions opératoires dans le bassin d'aération.
- La flottation, caractérisée par l'accumulation d'amas de boues floculées à la surface. Elle est généralement due à l'emprisonnement dans les floes de bulles de gaz.
- le bulking correspondant à un gonflement des boues qui ne se compactent pas, d'où un volume de surnageant très réduit et un indice de Mohlman élevé. On distingue :
 - le bulking zoogléale causé par un excès de rétention d'eau dans les boues ;
 - le bulking filamenteux où les boues sont formées d'organismes filamenteux qui ont des vitesses de décantation extrêmement faibles.

Pour parer à ces problèmes de mauvaise décantabilité, plusieurs solutions sont envisageables :

- ajouter des coagulants (sels de fer, polyélectrolytes, etc.) ;
- ajouter des oxydants tels que le chlore ou l'ozone pour éliminer les organismes filamenteux qui ont une grande surface spécifique massique, ce qui les rend particulièrement sensibles aux agents oxydants.

Ce type de remèdes est assez coûteux et ne peut être envisagé qu'à court terme, puisqu'il s'attaque uniquement aux symptômes et non à la cause du problème. Les remèdes à long terme sont plus efficaces puisqu'ils cherchent à identifier et à éliminer les conditions qui favorisent son apparition.

I.3. Biodégradation des hydrocarbures

I.3.1. Définition de la biodégradation

La biodégradation est définie comme étant le processus de décomposition de substances sous l'action de facteurs (ou agents) biologiques, en particulier les micro-organismes. Cependant, dans le sens strict du terme, la biodégradation est la destruction complète, ou la minéralisation, de produits complexes pour donner lieu à des constituants inorganiques simples comme le CO₂, l'eau et les composés minéraux [30].

Ce processus est important pour diverses raisons dont la principale est l'élimination de substances polluantes permettant le recyclage des atomes rentrant dans les cycles biologiques (C, H, O, N et S). Sans l'activité des micro-organismes, ces éléments peuvent être immobilisés dans des substances complexes, non biodégradables, et ne peuvent ainsi réintégrer les cycles naturels.

I.3.2. Agents de la biodégradation

La transformation des molécules organiques peut être effectuée par une variété de catalyseurs abiotiques, les plus importants étant les micro-organismes comme les bactéries et les fungi. Dans n'importe quel écosystème, un grand nombre d'espèces microbiennes peuvent être présentes et capables de dégrader une large variété de substances chimiques. Plus encore, comme résultat de leur remarquable pouvoir d'adaptation, les micro-organismes sont capables de proliférer dans les milieux les plus divers et les plus inadéquats.

En général, les micro-organismes décomposent la matière organique pour générer l'énergie et les nutriments nécessaires à leur croissance et à la multiplication de leur nombre. Ce processus dont les micro-organismes sont le siège est appelé métabolisme^[10].

Le métabolisme se subdivise en deux étapes distinctes :

- le catabolisme (ou dégradation) qui correspond à la destruction de molécules complexes dont il résulte la formation de déchets et une production plus ou moins importante d'énergie ;
- l'anabolisme (ou assimilation) qui correspond à la synthèse de matière vivante et des substances de réserve, c'est-à-dire, à l'élaboration de molécules complexes à partir d'éléments ou de molécules simples. Cette étape nécessite un apport énergétique suffisant.

Ces différentes transformations constituent des réactions biochimiques se déroulant essentiellement en milieux aqueux et catalysées par des enzymes protéiques.

Dans un écosystème naturel, on trouve une large variété de micro-organismes qui coexistent. Dans certains cas, les produits générés par les réactions de catabolisme de l'un des micro-organismes peuvent servir de substrat pour un autre. Ainsi, une substance peut être complètement biodégradée par une série d'attaques séquentielles cataboliques des différentes espèces microbiennes. D'un autre côté, leurs phénomènes de catabolismes peuvent être nuisibles dans le cas où les transformations fortuites pourraient donner lieu à des molécules encore plus toxiques que les molécules de départ ou à des molécules qui présentent une forte résistance à la biodégradation.

D'une manière générale, l'activité d'une population mixte de micro-organismes démontre mieux que l'activité d'une seule espèce, l'aptitude d'une substance à être biodégradée dans un environnement naturel.

I.3.3. Facteurs influençant la biodégradation

En plus des différentes espèces microbiennes composant le milieu, plusieurs autres facteurs exercent une influence sur la biodégradation d'un composé dont les plus importants sont :

- Les phénomènes de diffusion : peuvent limiter les interactions substrat-micro-organismes. La biodégradation des hydrocarbures dans l'eau par exemple,

dépend du degré de leur étalement qui détermine l'aire interfaciale pouvant être attaquée par les micro-organismes. Or, le degré d'étalement est considérablement réduit à basse température par suite de la diminution de la viscosité ^[24] ;

- Les nutriments : composés de sels minéraux pour fournir les sources d'azote, phosphore, soufre, calcium, magnésium, etc. ;
- Une source d'accepteur d'électrons : oxygène moléculaire, nitrates, sulfates ou CO₂ ;
- La température : elle influe sur les caractéristiques physiques de la substance à biodégrader comme il a été cité plus haut dans le cas des hydrocarbures, ainsi que sur la composition de la communauté microbienne ;
- Le pH ;
- Les phénomènes de prédation : certains micro-organismes se nourrissent d'autres micro-organismes plus petits, ainsi, leur nombre s'en trouve réduit et la vitesse de biodégradation diminue ;
- Il peut exister également dans le milieu une variété d'inhibiteurs tels que les métaux lourds, capables de freiner la croissance d'une population microbienne et son métabolisme et d'affecter la minéralisation d'un composé.

I.3.4. Mécanismes de biodégradation

Les principales réactions constituant les différentes étapes des mécanismes de biodégradation sont : les réactions d'oxydoréduction, les réactions d'hydrolyse et les réactions de synthèse ^[24].

L'hydroxylation est la réaction d'oxydation la plus courante et est fréquemment l'étape initiale dans la biodégradation de plusieurs substances. Par exemple, l'ouverture d'un noyau aromatique résultant de réactions de décarboxylation, de déamination ou de déalkylation est souvent précédée par des réactions d'hydroxylation. De plus, l'addition d'un groupe hydroxy contribue souvent à l'augmentation de la polarité et donc à la solubilité du composé dans l'eau, le rendant ainsi plus accessible à une attaque biologique.

Une autre réaction d'oxydation importante est la n-déalkylation qui, à l'instar de l'hydroxylation, est souvent la première étape dans la décomposition des polluants, en particulier les pesticides. D'autres réactions d'oxydation impliquées dans la biodégradation comportent : la décarboxylation, l'hydrolyse, l'époxydation, la sulfoxydation et l'ouverture des noyaux aromatiques et hétérocycliques.

Les réactions de réduction intervenant dans la biodégradation sont beaucoup moins connues. Cependant, il a été démontré que plusieurs substances passent par des métabolismes réductifs. Comme exemple, on peut citer la conversion d'un groupe nitro en groupe amino, la déhalogénéation réductive, la réduction des aldéhydes, la réduction des cétones en alcools secondaires, et la réduction de sulfoxydes en sulfides.

Les réactions d'hydrolyse dans lesquelles la rupture d'une molécule est effectuée avec l'addition simultanée de l'eau, initient souvent la biodégradation d'une substance. Ces réactions sont souvent fréquentes dans le métabolisme microbien de substances possédant des fonctions ester ou amide.

Les réactions de synthèse impliquent la modification des polluants par l'addition de certains groupes, pour former des produits conjugués ou en couplage entre plusieurs molécules, et donner lieu à des dimères ou à des polymères plus facilement récupérables. Les composés résultant de ce type de réactions sont souvent moins toxiques que le composé initial. Il arrive cependant dans certains cas, d'aboutir à des substances plus toxiques que la substance de départ. Par exemple, le métabolisme microbien du tétrachloroéthylène, sous des conditions d'anaérobiose, conduit au chlorure de vinyle, qui constitue un composé non seulement extrêmement toxique mais aussi très récalcitrant.

I.3.5. Biodégradation et récalcitrance

Grâce aux réactions métaboliques de base, les micro-organismes sont capables de dégrader un grand nombre de composés chimiques synthétiques. Cependant, dans certains cas, la capacité de dégradation microbienne peut être problématique. En effet, il existe également des substances qui persistent dans l'environnement et résistent à toute attaque microbienne. On distingue :

- les substances d'origine naturelle telles que certaines matières organiques constituant l'humus, et résistantes à la décomposition microbienne sous certaines conditions ; le carbone radioactif indiquant l'âge des fossiles en est la preuve ;
- Les substances synthétiques comme certains pesticides tel que le DDT.

D'une façon générale, les substances synthétiques ayant une structure similaire à celle d'une substance naturelle sont beaucoup plus biodégradables que ces dernières. D'un autre côté, la présence de deux substances synthétiques ayant des structures différentes favorise les phénomènes de récalcitrances.

Quoi qu'il en soit, les mécanismes de récalcitrance restent toujours mal connus ; certaines fonctions sont connues pour leur effet prédisposant la substance à persister dans l'environnement. Par exemple, la présence d'un halogène ou d'un groupe nitro sulfonate ou méthyle contribue à la diminution de la biodégradabilité. La présence de deux substituants, ou plus, rend la substance encore plus réfractaire à la décomposition microbienne. Cependant, il est souvent difficile de prédire avec certitude l'aptitude d'une substance à être biodégradée.

I.3.6. Biodégradation des hydrocarbures

Une population microbienne très variée peut métaboliser les hydrocarbures d'origine pétrolière. Leur métabolisation par les micro-organismes conduit principalement à la formation du CO_2 et H_2O .

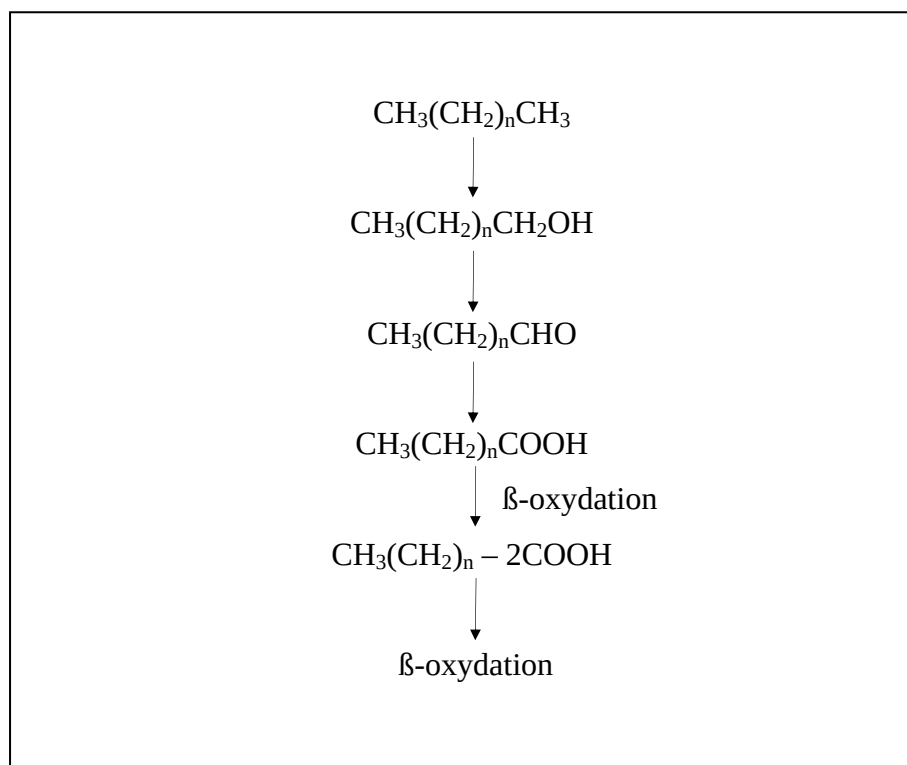


Figure I.4. Chemin du métabolisme microbien utilisant un n-alcane ^[24].

Les processus de dégradation diffèrent d'une classe d'hydrocarbures à une autre et sont influencés par plusieurs paramètres. Le contrôle de ces derniers, comprenant les facteurs physico-chimiques du milieu et le type de micro-organismes, permet de créer les conditions pour une biodégradation optimale dont on peut tirer profit soit :

- en tant que solution pour l'élimination de la pollution ;
- à titre préventif pour lutter contre la corrosion des réservoirs et la détérioration des fuels.

I.3.7. Micro-organismes dégradant les hydrocarbures

Une variété de bactéries et de fungi, appelés micro-organismes hydrocarbonoclastiques, sont capables de dégrader les hydrocarbures d'origine pétrolière. Plus de 100 espèces représentant 30 genres microbiens et 14 genres de fungi, sont capables d'utiliser les hydrocarbures dans leurs métabolismes ; les plus fréquemment rencontrés dans l'environnement aquatique sont : *Pseudomonas*, *Achromobacter*, *Arthrobacter*, *Micrococcus*, coagulants, *Vibrio*, *Acinetobacter*, etc. [26].

I.3.8. Métabolisme microbien des hydrocarbures

Pour que les micro-organismes dégradent entièrement le pétrole ou l'un de ses dérivés, plusieurs composés appartenant à différentes classes d'hydrocarbures doivent être métabolisés. Le métabolisme de chaque classe d'hydrocarbures se déroule par des chemins distincts.

I.3.8.1. Métabolisme des hydrocarbures aliphatiques

Les n-alcanes sont rapidement assimilés par une variété de bactéries et de fungi. Leur métabolisme commence par une attaque en bout de chaîne, généralement un alcool primaire est formé, suivi d'un aldéhyde puis par un acide carboxylique (figure I.4).

La biodégradation des acides carboxyliques se déroule par la β -oxydation pour donner lieu à des acides gras et à des coenzymes avec une éventuelle libération de CO_2 . Les radicaux méthyle augmentent généralement la résistance des hydrocarbures à l'attaque microbienne.

I.3.8.2. Métabolisme des hydrocarbures cycliques saturés (cyclanes)

Ils sont particulièrement résistants à la biodégradation. Les plus complexes, tels que les composés tripentacycliques, sont parmi les plus récalcitrants dans l'environnement.

La métabolisation des cycloalcanes non substitués conduit à la formation d'alcools et de cétones. Une fois la molécule oxydée, la biodégradation se poursuit par la rupture du noyau.

La biodégradation des cyclanes substitués semble être plus rapide que celle des cyclanes non substitués.

I.3.8.3. Métabolisme des hydrocarbures aromatiques

La biodégradation des hydrocarbures aromatiques implique la formation des cis, cis-diols qui sont à leur tour convertis en catéchols. Il s'ensuit la rupture du noyau benzénique et la formation de diacides tel que l'acide cis,cis-muconique (figure I.5) [28].

Les PAHs (polynuclear aromatic hydrocarbons) sont relativement résistants à l'attaque enzymatique, la vitesse de biodégradation du naphthalène par exemple est 1000 fois plus importante que celle du benzopyrène.

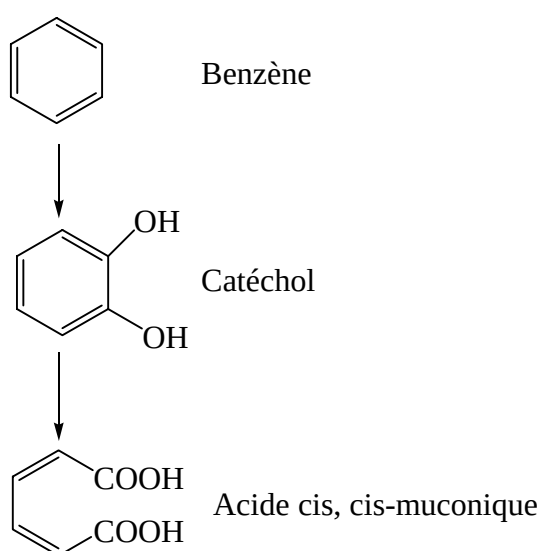


Figure I.5. Chemin d'un métabolisme microbien utilisant un hydrocarbure aromatique [29].

Chapitre II

MATÉRIEL ET MÉTHODES

II.1. Dispositif expérimental

II.1.1. Réacteur compact haute performance (HCR) (High-performance Compact Reactor)

Le HCR est un réacteur biologique à boues activées utilisé dans le traitement des eaux usées. D'un volume réactionnel de 15 L, il consiste en une colonne à bulles verticale en plexiglas avec recirculation de fluide (figure II.1). Cette colonne est composée de deux cylindres coaxiaux, fixés l'un à l'autre au moyen de trois ailettes situées au bas du réacteur (figure II.2). Le cylindre intérieur, ouvert à ses deux extrémités, sert de cylindre directeur ; il permet grâce à une circulation méthodique des fluides, la réalisation d'une meilleure homogénéité.

Le gaz et le liquide sont injectés par le biais d'une buse à deux fluides située à la tête du réacteur (figure II.3 et II.4). Elle comporte un orifice latéral par où l'air ambiant est aspiré par effet d'entraînement suite au passage du fluide en son centre à un débit élevé. Le jet gaz-liquide obtenu génère une zone de forte turbulence à l'entrée du cylindre intérieur où les floccs de boues sont cisailés pour donner lieu à de fines particules et le courant d'air aspiré de l'extérieur est dispersé en de fines bulles (dispersion primaire). De cette manière, les surfaces d'échanges gaz-liquide et liquide-solide sont augmentées. Une amélioration substantielle du transfert de masse est obtenue.

Le mélange triphasique passe dans le cylindre intérieur, il arrive jusqu'au fond du réacteur et remonte à travers l'espace annulaire. Une partie de ce mélange quitte le réacteur par la sortie du trop plein et l'autre partie est aspirée pour être recyclée par une conduite rejoignant le courant de l'alimentation du réacteur.

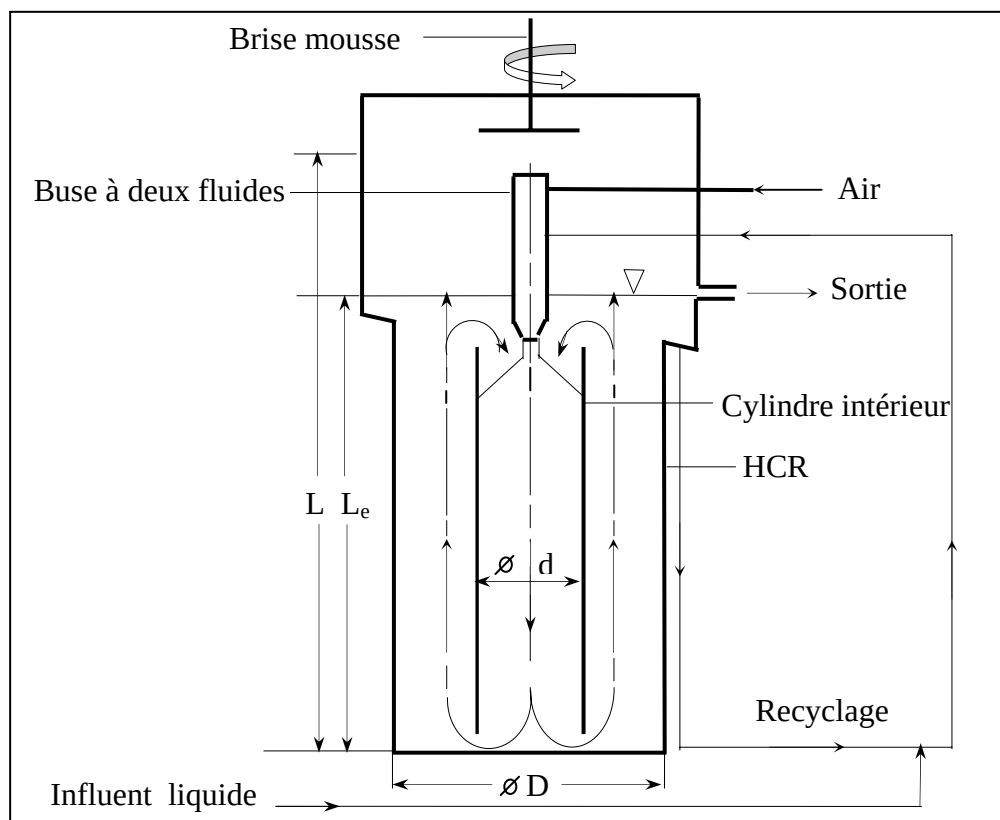


Figure II.1. Schéma du réacteur compact haute performance.

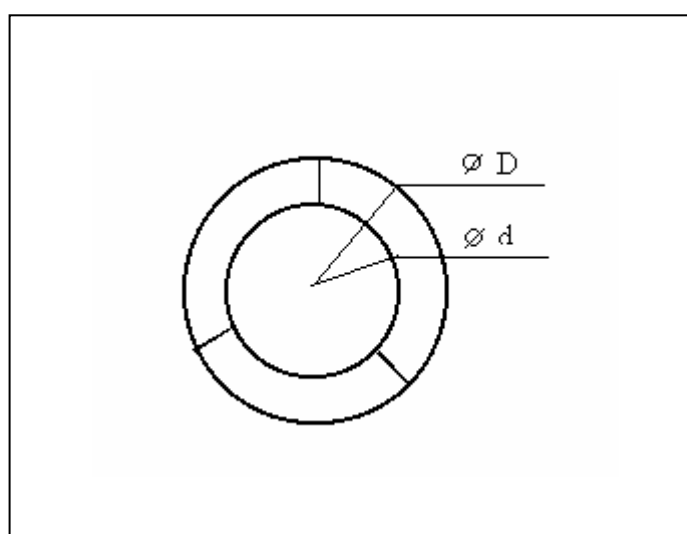


Figure II.2. Coupe horizontale du réacteur à mi-hauteur.

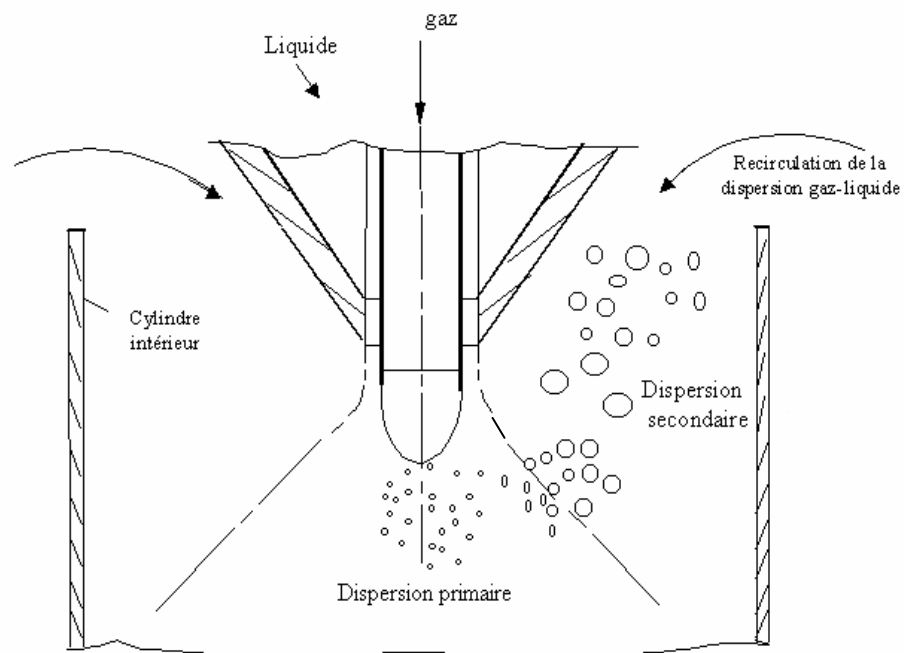


Figure II.3. Schéma de la buse.

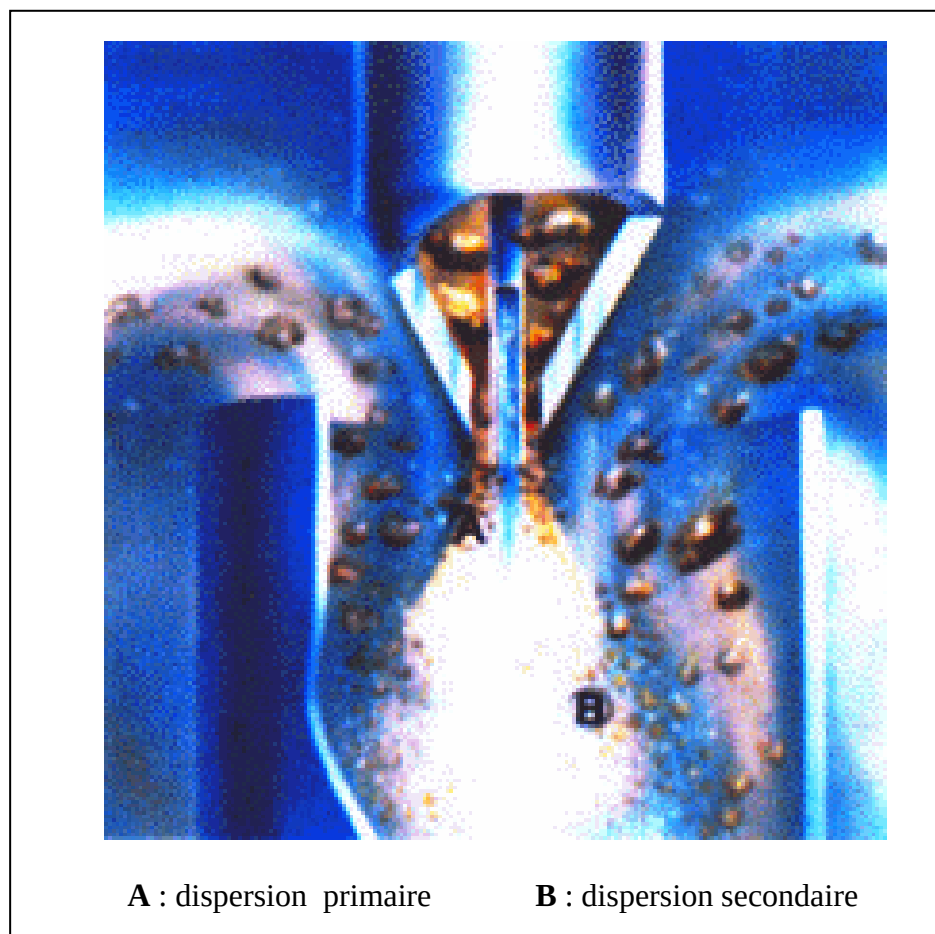


Figure II.4. Image infrarouge de la buse en état de fonctionnement ^[16].

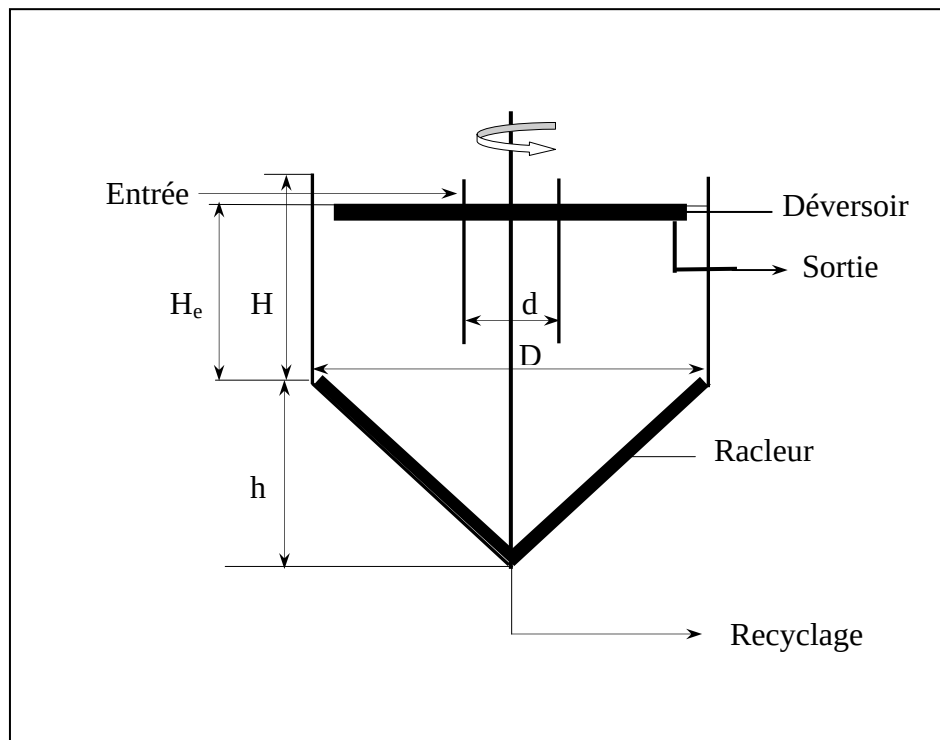


Figure II.5. Schéma du décanteur.

II.1.2. Décanteur

De forme cylindro-conique (figure II.5), le décanteur comporte une section d'entrée au centre, délimitée par un cylindre d'un petit diamètre permettant une transition calme et régulière des grandes vitesses d'écoulement dans le réacteur vers les faibles vitesses requises dans la zone de décantation. Ainsi, la liqueur mixte est dirigée jusqu'à une certaine profondeur du décanteur ce qui permet d'éviter les phénomènes de turbulence et les courts circuits. L'effluent quitte le décanteur en débordant dans un déversoir circulaire disposé horizontalement et équipé d'une rigole d'écoulement. Dans sa partie conique, le décanteur est muni d'un racleur permettant de débarrasser les parois des matières décantées qui se sont accrochées sur leur surface.

Les dimensions du réacteur et du décanteur sont données au tableau II.1.

Tableau II.1. Dimensions du HCR et du décanteur.

Réacteur	
Hauteur	$L = 1,100 \text{ m}$
Hauteur efficace	$L_e = 0,980 \text{ m}$
Diamètre intérieur	$D = 0,140 \text{ m}$
Volume	$V = 0,015 \text{ m}^3$
Décanteur	
Hauteur de la partie cylindrique	$H = 31 \text{ cm}$
Hauteur efficace dans la partie cylindrique	$H_e = 27 \text{ cm}$
Hauteur de la partie conique	$h = 27 \text{ cm}$
Diamètre intérieur	$D = 60 \text{ cm}$
Diamètre de la section d'entrée	$d = 14 \text{ cm}$
Volume total	$V_c = 101,8 \text{ L}$

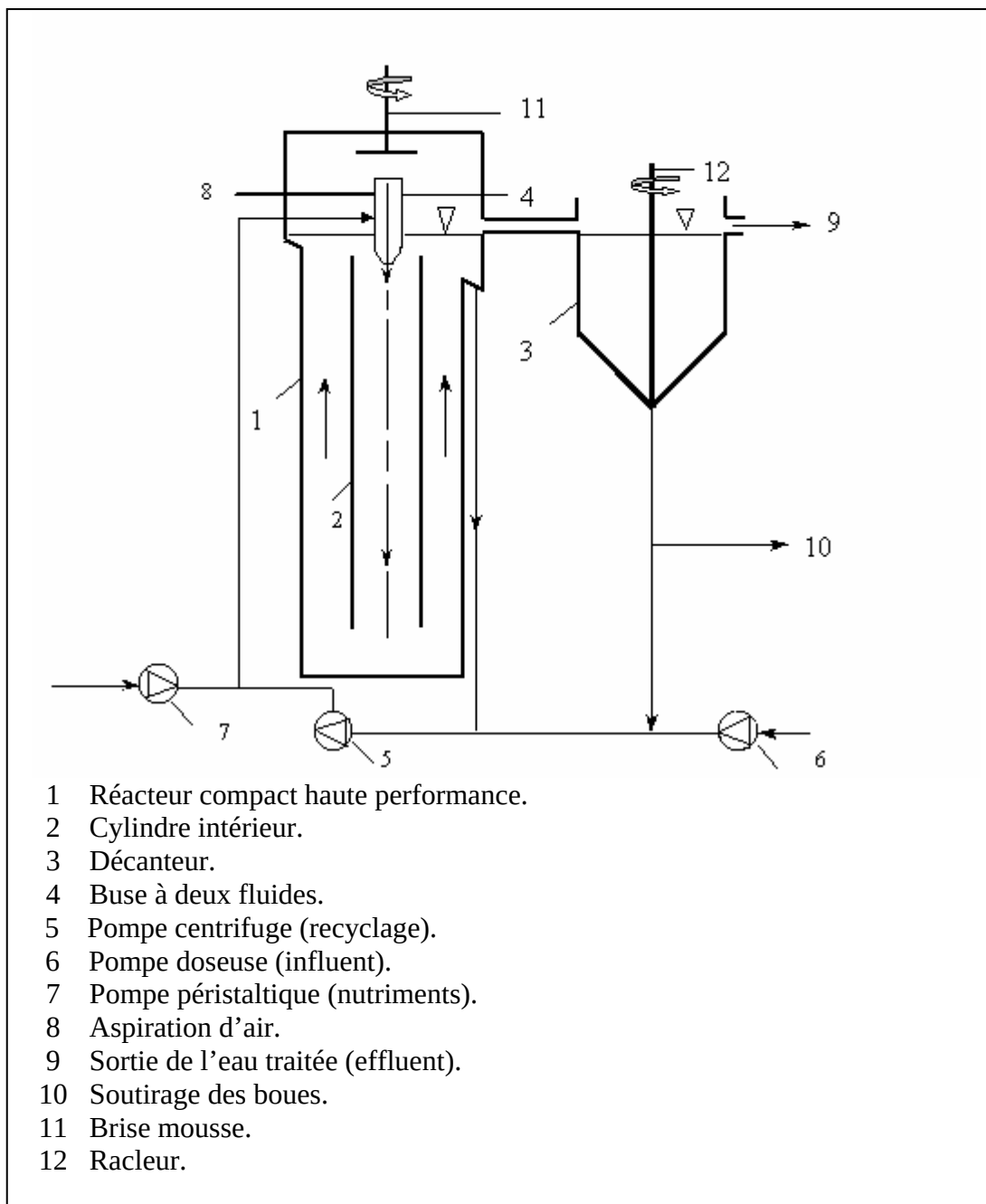


Figure II.6. Agencement du dispositif expérimental.

II.1.3. Agencement du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental dans lequel le HCR est utilisé en tant que plexiglas pour le traitement des eaux usées est composé (figure II.6) :

- du HCR ;
- de la buse à deux fluides ;
- du décanteur ;
- d'une pompe doseuse, de marque Windaus, par laquelle est réglé le débit d'alimentation du réacteur en eau usée ;
- d'une pompe centrifuge à haut débit, de marque Hilge ;
- d'un brise mousse placé au sommet du réacteur ;
- d'un bac d'alimentation d'une capacité de 500 L contenant l'eau à traiter ;
- d'une bonbonne contenant la solution de nutriments ;
- d'une pompe péristaltique, de marque Windaus, pour alimenter le réacteur avec la solution de nutriments.

La circulation du mélange triphasique au sein du réacteur est assurée par la pompe centrifuge qui permet également le recyclage de la boue provenant du fond du décanteur et le recyclage d'une partie du contenu du réacteur pour être réintroduite dans le système par l'intermédiaire de la buse à deux fluides.

L'endroit de l'impact de la buse est caractérisé par une telle turbulence qu'il se forme souvent des flocs de mousse perturbant le bon fonctionnement du système. A cet effet, un brise-mousse a été prévu juste en dessus.

Une partie de la suspension "eau-boues activées" déborde dans le décanteur où la séparation a lieu. L'eau traitée est rejetée hors du décanteur et la boue est recyclée à une vitesse constante en assurant des purges de la boue en excès.

II.2. Matériaux

II.2.1. Substrat

Dans l'impossibilité d'utiliser un effluent industriel réel contaminé par des hydrocarbures, vu l'éloignement du laboratoire d'un site à même de fournir un pareil rejet, nous avons eu recours à un effluent synthétique d'eau contaminée par du gas-oil. Le mélange est réalisé sans interruption dans un bac de 500 L muni d'un dispositif d'injection d'air comprimé par le fond afin d'empêcher la séparation des phases de l'émulsion ainsi obtenue. De cette manière, nous arrivons à obtenir un effluent ayant une DBO₅ pouvant atteindre 2000 mg/L.

Le gas-oil est un produit issu de la distillation du pétrole brut. Il est récupéré entre 150 et 350°C. Composé de molécules allant de C₁₄ à C₂₅, il ne contient pratiquement pas de matières volatiles, ce qui a été déterminant pour son choix dans notre étude.

II.2.2. Boues activées

Les boues qui ont servi à l'inoculation ont été prélevées de la station municipale de traitement des eaux usées de Boumerdés. Leur concentration en MES est généralement de 10 à 12 g/L. Elles sont introduites dans le décanteur et passent dans le HCR une fois l'installation mise en service. Leur acclimatation au substrat s'est faite en alimentant le système par des charges augmentant progressivement à partir de 0,08 kg DBO₅ / kg MES.j⁻¹.

II.2.3. Nutriments

Afin d'équilibrer l'effluent en azote, en phosphore et en sels minéraux, nous avons prévu une solution renfermant ces éléments essentiels dans un rapport DBO₅/N/P égal à 100/5/1 ^[32]. Cette solution dont la composition est donnée dans le tableau II.2, est stockée à part, et alimente le réacteur à l'aide d'une pompe péristaltique.

Tableau II.2. Composition de la solution de nutriments pour une concentration de 100 mg/L de DBO₅.

Elément	Concentration (mg/L)
- NH ₄ Cl	0,091
- K ₂ HPO ₄	0,05
- KH ₂ PO ₄	0,012
- MgSO ₄	0,01
- FeCl ₃	0,0053
- MnSO ₄	0,003
- CaCl ₂	0,01

II.3. Méthodes d'analyse

II.3.1. Demande biochimique en oxygène (DBO₅)

La DBO est la quantité d'oxygène exprimée en mg/L et consommée dans les conditions d'essai, c'est-à-dire, après incubation durant un temps donné, à 20°C et dans l'obscurité, pour assurer l'oxydation des matières organiques présentes dans l'eau par voie biologique. On détermine conventionnellement la DBO₅ qui correspond à la quantité d'oxygène consommée après 5 jours d'incubation ^[2].

Pour la détermination de la DBO₅, il existe deux méthodes :

- la méthode par dilution qui a pour principe d'établir une dilution de l'eau riche en matières organiques par une eau apportant les sels minéraux nécessaires au métabolisme des micro-organismes et l'oxygène dissous dont on mesure la quantité résiduelle, dans des conditions opératoires bien déterminées ^[2] ;

- la méthode instrumentale qui est dérivée des méthodes respirométriques permettant de suivre automatiquement l'évolution de la demande biochimique en oxygène au cours de l'oxydation des matières organiques contenues dans l'eau.

Dans cette étude, nous avons opté pour la méthode instrumentale dans laquelle nous avons utilisé le système "OxiTop" de marque WTW. Il s'agit de simples appareils de mesure constitués d'un flacon en verre brun dans lequel est versé l'échantillon à analyser. Le goulot du flacon comporte un godet dans lequel on dépose deux pastilles de soude. La soude absorbe le CO₂ dégagé au cours de l'incubation. La différence de pression est enregistrée et est convertie en DBO₅ par un capteur électronique de pression à affichage digital, disposé sur le bouchon du flacon.

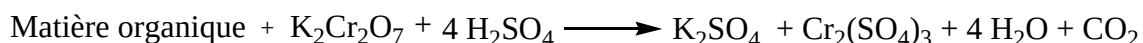
L'échantillon doit êtreensemencé et enrichi en nutriments au préalable. On lui rajoute également de l'allylthio-urée afin d'inhiber les réactions de nitrifications qui risquent d'engendrer des valeurs erronées de DBO₅.

Cette méthode présente, outre l'avantage d'être simple et rapide, celui d'enregistrer une valeur de DBO toutes les 24 heures, jusqu'au cinquième jour. Le mode opératoire est donné en annexe I.

II.3.2. Demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO correspond à une consommation d'oxygène lors de l'oxydation des matières oxydables contenues dans l'eau à analyser, dans des conditions d'oxydation en milieu acide, à chaud et en présence d'un catalyseur. La DCO représente les matières organiques biodégradables et non biodégradables.

L'analyse est effectuée sur un échantillon filtré sur du papier filtre par la méthode WTW. Il suffit d'introduire 2 mL d'échantillon dans une éprouvette de réactifs, fournie par le concepteur de la méthode, et de les porter à ébullition à 148°C. L'oxydation se fait par du dichromate de potassium en milieu sulfurique, en présence de sulfate d'argent et de sulfate de mercure, suivant la réaction :



La réduction du dichromate est mesurée par photométrie (photomètre MPM 2010, WTW) et les valeurs de DCO correspondantes sont affichées sur l'appareil.

Le mode opératoire est donné en annexe I.

II.3.3. Concentration des ions ammonium et des ions nitrate (NH₄⁺ et NO₃⁻)

Nous avons procédé par la méthode ionométrique qui se base sur la mesure de l'activité ionique dans l'eau suivant des conditions expérimentales bien définies de concentration ionique et de pH.

Nous avons utilisé un ionomètre de marque Crison et des électrodes spécifiques de marque Mettler Toledo, d'une précision de $\pm 2 \%$.

Le mode opératoire est donné en annexe I.

II.3.4. Turbidité

La turbidité permet de connaître le degré de pollution physique des eaux. Elle donne une première indication sur les teneurs en matières colloïdales d'origine organique ou minérale. La mesure de la turbidité est fondée sur la propriété que présente toute solution d'absorber une partie de l'intensité d'un faisceau lumineux qui la traverse en ligne droite.

Dans cette étude, nous avons utilisé un turbidimètre de marque Windaus, de type Hach 2100.

II.3.5. Matières en suspension (MES)

Les MES représentent toutes les particules colloïdales en suspension dans l'eau dont la taille permet leur rétention sur un filtre de porosité donnée. Leur mesure permet d'évaluer la biomasse présente dans l'eau.

Le papier utilisé est d'une porosité de 360 nm, et la masse de matière retenue est déterminée par pesée différentielle. Le filtre est séché à l'étuve (105°C) pendant 1 heure avant son utilisation, puis pesé (M_0). Après filtration d'un volume d'eau donné (V), le filtre est remis à l'étuve (105°C) pendant 2 heures, puis pesé à nouveau (M_1). Avant chaque pesée, les filtres sont laissés refroidir dans un dessiccateur. Nous effectuons trois mesures pour chaque échantillon.

La teneur des matières en suspension, exprimée en mg/L, est donnée par l'expression :

$$MES = \frac{M_1 - M_0}{V}$$

Il existe un autre procédé de mesure indirecte des MES en utilisant la turbidimétrie ^[10, 31]. En effet, la quantité de lumière qui passe au travers d'une solution est directement liée à sa teneur en MES qui absorbent une partie de la lumière émise. Cette méthode présente l'avantage d'être simple et rapide et c'est ce qui nous a amenés à l'employer à plusieurs reprises au cours de ce travail surtout dans les cas où il a fallu faire des purges de boues activées. Pour cela, nous avons établi une courbe d'étalonnage donnant la variation de la turbidité en fonction de la concentration en MES. Cette courbe est donnée en annexe II.

II.3.6. Matières volatiles en suspension (MVS)

Les MVS représentent les matières organiques en suspension dans l'eau. Pour les mesurer, on détermine d'abord la concentration des MES de la même manière citée précédemment en utilisant pour la filtration du papier sans cendres. Les échantillons sont par la suite calcinés à 550°C pendant 2 heures dans des creusets en céramique dont les masses sèches ont été déterminées au préalable. Après calcination et refroidissement dans un dessiccateur, les creusets sont pesés à nouveau. Les MVS sont donnés par :

$$MVS = MES - \frac{M_3 - M_2}{V}$$

Où : M_2 est la masse sèche du creuset vide ;

M_3 est la masse du creuset après calcination de l'échantillon.

II.3.7. Indice de Mohlman (I_m)

L'indice de Mohlman d'une boue activée est le volume occupé par un gramme de boue sèche après une demi-heure de décantation.

Il est déterminé en laissant au repos, dans une éprouvette graduée, 1 L de boue dont on connaît la concentration en MES. Le volume V occupé par la boue est noté après une demi-heure de décantation.

L'indice de Mohlman est représenté par le rapport : $I_m = \frac{V}{X}$ [mL/g]

X : concentration en MES.

II.3.8. Concentration en oxygène dissous

Elle est mesurée au moyen d'un oxymètre de marque WTW, type "oxi 338" ; muni d'une électrode de type "stirrox G" comportant un agitateur afin d'homogénéiser l'échantillon lors de la mesure, qui se fait dans un flacon de Karlsruhe, de forme cylindro-conique, et son goulot sied parfaitement à l'électrode de sorte, qu'au moment de la mesure, il n'y ait aucun transfert d'oxygène de l'air ambiant vers l'échantillon.

II.3.9. pH

Il est mesuré à l'aide d'un pH-mètre de marque WTW, muni d'une électrode spécifique de type "WTW 535".

Chapitre III

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

III.1. Introduction

Bien que la biodégradation des hydrocarbures soit un fait incontestable et bien établi ^[27, 33, 34], nous avons tenté d'évaluer la biodégradabilité du gas-oil par les boues activées que nous avons choisies pour servir d'inoculum dans le bioréacteur. Pour ce faire, avant de démarrer les tests sur le HCR, nous avons commencé notre étude par un travail préliminaire consistant en l'étude de la biodégradation du gas-oil en batch au bain-marie.

Les tests sur le HCR ont été conduits en trois étapes :

- des tests en discontinu qui nous ont permis d'adapter au système HCR, les boues déjà cultivées au préalable dans des béchers ;
- un test en continu durant 7 mois avec des charges voisines et relativement faibles ;
- un test en continu durant 3 mois au cours duquel la charge a été augmentée progressivement afin de connaître les limites du système.

III.2. Etude de la biodégradation du gas-oil en batch

Des solutions eau potable-gas-oil sont préparées en mélangeant des volumes connus de gas-oil et d'eau potable. Après mélange, sous agitation magnétique et décantation, la phase décantée est recueillie puisensemencée avec 10 mL d'une liqueur mixte cultivée au laboratoire en utilisant le gas-oil comme substrat principal. Le mélange est enrichi par la suite avec des nutriments comme décrit en II.2.3.

Le pH du mélange est ajusté à $7 \pm 0,05$.

La préparation, d'un volume de 2L, est placée dans un bain-marie sous agitation magnétique. Des échantillons sont prélevés pour l'analyse à intervalles de temps réguliers.

Nous avons procédé de la même manière pour trois solutions ayant la même concentration en gas-oil (20%), en choisissant trois températures différentes.

Un test témoin a été effectué à 25°C en procédant de la même manière mais sans rajouter de biomasse.

Les résultats de ces tests sont représentés sur les figures III.1 à III.3. Nous enregistrons une importante chute des valeurs de la DBO₅ après 24 h (figure III.1). Une meilleure vitesse de biodégradation est obtenue à 25°C et on peut en dire autant pour la vitesse de croissance de la biomasse (figure III.2). La concentration de la biomasse dans le test témoin est restée inférieure à 30 mg/L. Les rendements d'élimination de la DBO₅ ainsi que les taux de croissance de la biomasse sont représentés en histogrammes dans la figure III.3.

Le rendement d'épuration est calculé comme suit :

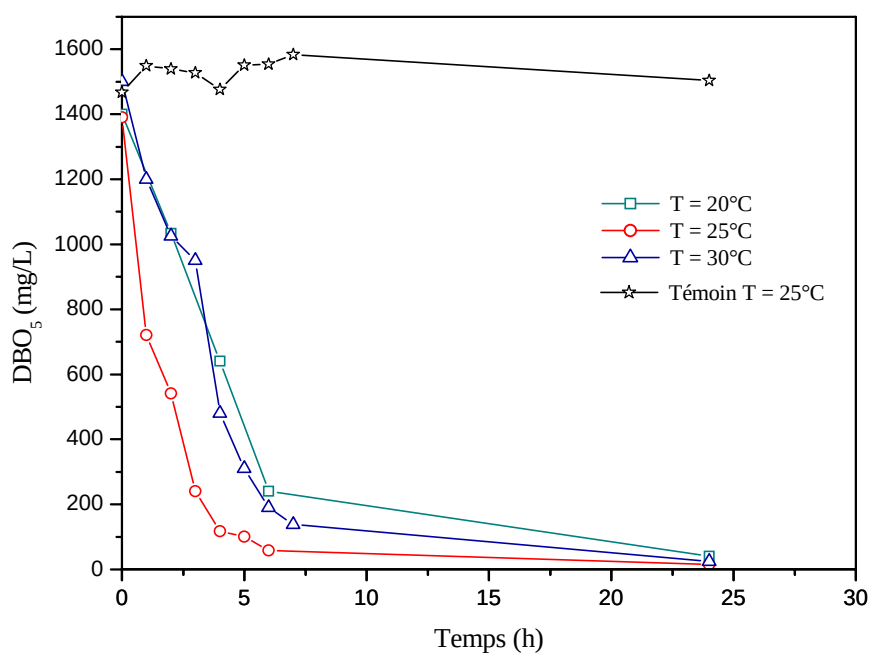


Figure III.1. Evolution de la DBO_5 au cours du temps et en fonction de la température.

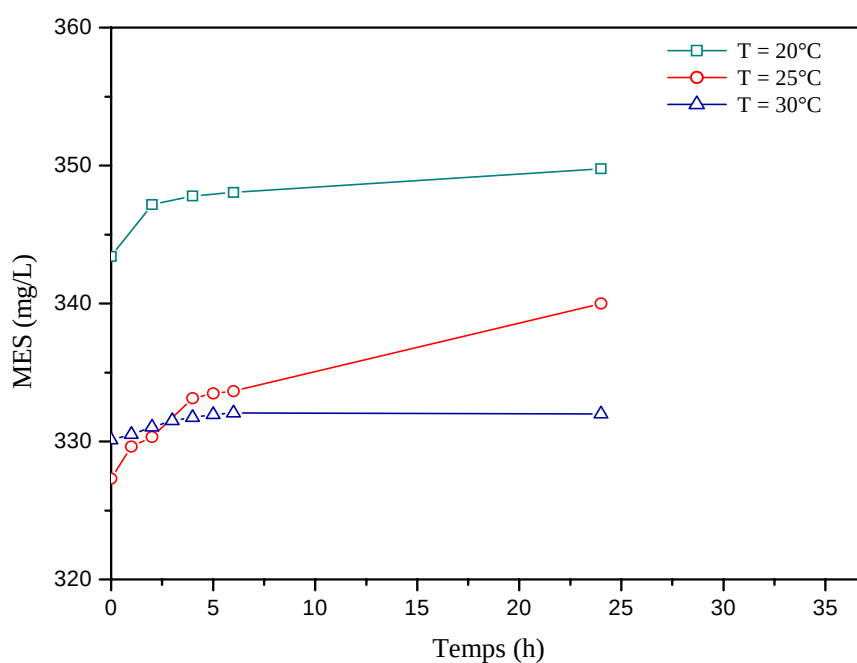


Figure III.2. Variation de la concentration des MES au cours du temps et en fonction de la température.

$$R = \frac{S_0 - S_t}{S_0} 100$$

S_0 et S_t étant respectivement la concentration en DBO_5 au temps $t = 0$ et au temps t .

Le taux de croissance de la biomasse est donné par :

$$T = \frac{X_t - X_0}{X_0} 100$$

X_0 et X_t correspondent respectivement à la concentration des MES au temps $t = 0$ et au temps t .

Dans tous les cas, les rendements sont supérieurs à 97%. Les taux de croissance des MES n'excèdent pas 4%, avec un maximum de 3,73% à 25°C.

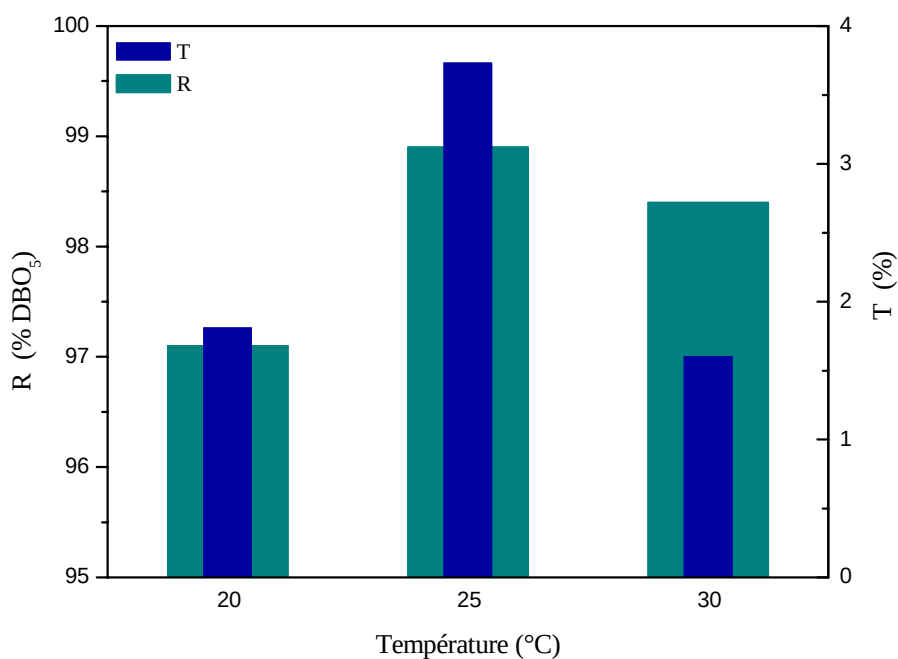


Figure III.3. Rendement d'élimination de la DBO_5 et taux de croissance des MES en fonction de la température après 24 h

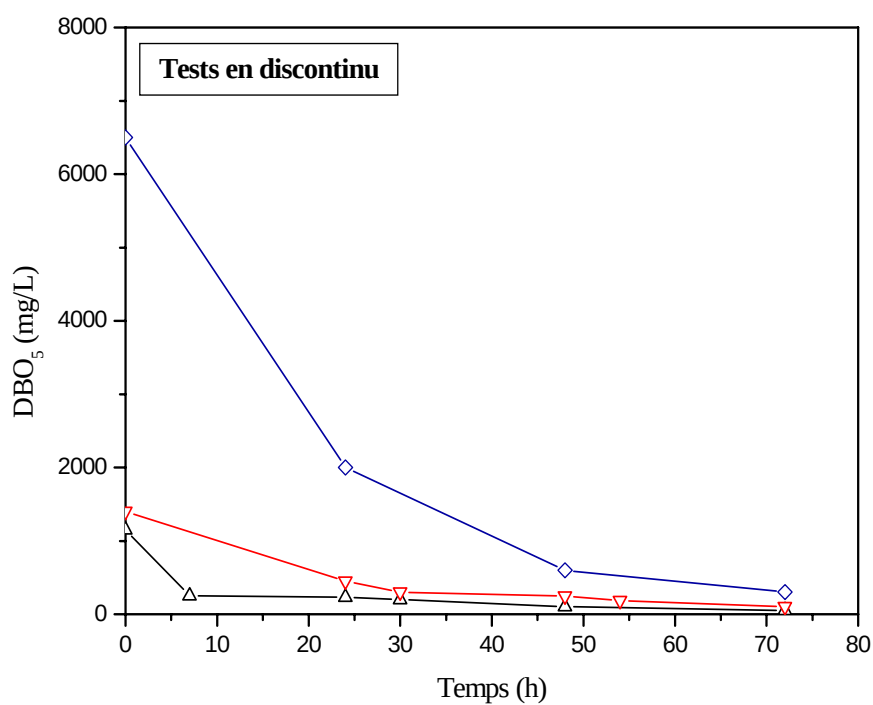


Figure III.4. Variation de la DBO_5 au cours du temps.

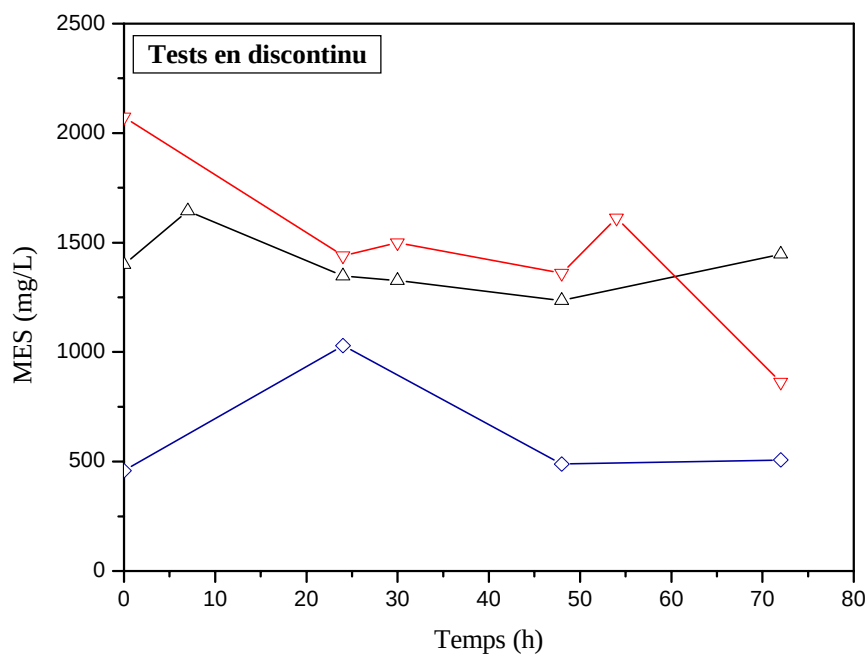


Figure III.5. Variation de la concentration des MES au cours du temps.

III.3. Caractérisation expérimentale du fonctionnement du HCR

III.3.1. Fonctionnement en discontinu

Avant de passer aux tests en continu sur le HCR qui constituent l'objet essentiel de cette étude, une étape intermédiaire en discontinu a été nécessaire afin d'acclimater les boues activées déjà cultivées au laboratoire en batch, à l'hydrodynamique du nouveau système dans lequel elles seront transférées.

Le réacteur et le décanteur sont remplis avec une eau mélangée au gas-oil après avoir pris soin de la laisser décanter. Une quantité suffisante de nutriments est rajoutée. L'opération est renouvelée plusieurs fois en éliminant régulièrement un volume précis de la surface du décanteur et en alimentant le réacteur avec un même volume de charge polluante. Les charges sont augmentées progressivement et une quantité de nutriments en rapport est rajoutée à chaque fois.

Les figures III.4 et III.5 montrent l'évolution de la DBO₅ et des MES pour trois différents cycles d'alimentation. Nous constatons qu'un abattement de DBO₅ supérieur à 67% est atteint après 24 h seulement. Des abattements supérieurs à 92% sont atteints après 3 jours. Les rendements sont pratiquement les mêmes pour des concentrations initiales en DBO₅ aussi différentes que 1200 et 6500 mg/L ; ceci étant une preuve de l'efficacité du transfert de matière dans le HCR.

Contrairement aux essais menés au bain-marie, où la suspension est accessible au mélange et à l'homogénéisation avant chaque prélèvement, il est difficile de se rendre compte de la quantité exacte des MES dans le réacteur. En effet, les boues activées ont tendance à se coller aux parois du réacteur et du cylindre intérieur au fur et à mesure de la disparition du substrat et ce, dans le but de minimiser leurs pertes d'énergie.

La figure III.6 illustre la capacité d'oxygénation du réacteur. Des valeurs supérieures à 6,5 mg/L d'oxygène dissous sont obtenues. Cette concentration est pratiquement nulle dans le décanteur du fait de l'activité respiratoire des bactéries et de l'inexistence d'une source de renouvellement d'oxygène dans cette partie de l'installation.

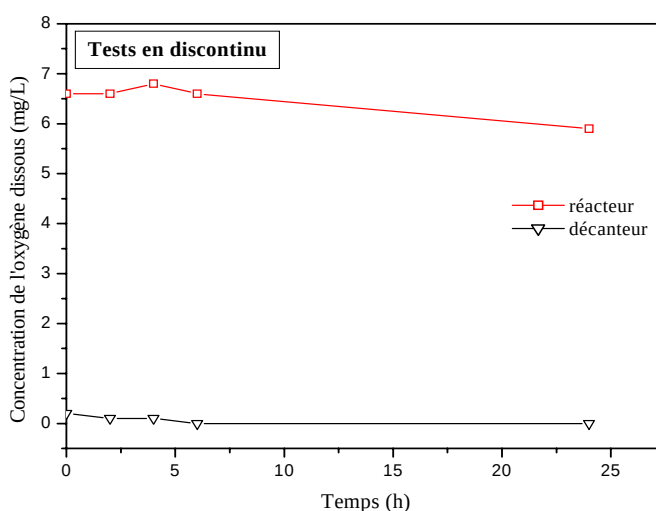


Figure III.6. Concentration de l'oxygène dissous dans le réacteur et à la surface du décanteur.

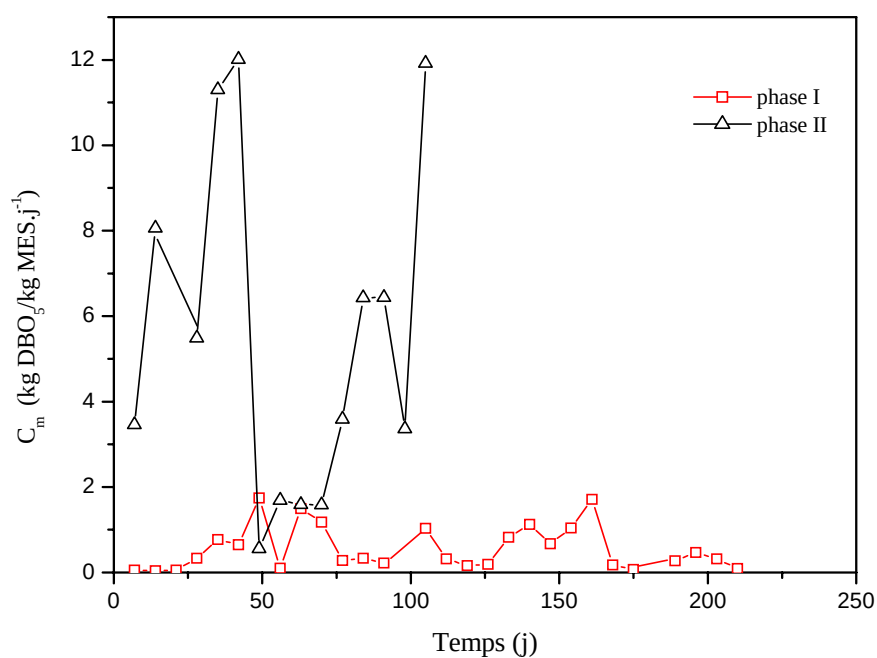


Figure III.7. Variation des charges massiques appliquées durant les deux phases d'alimentation.

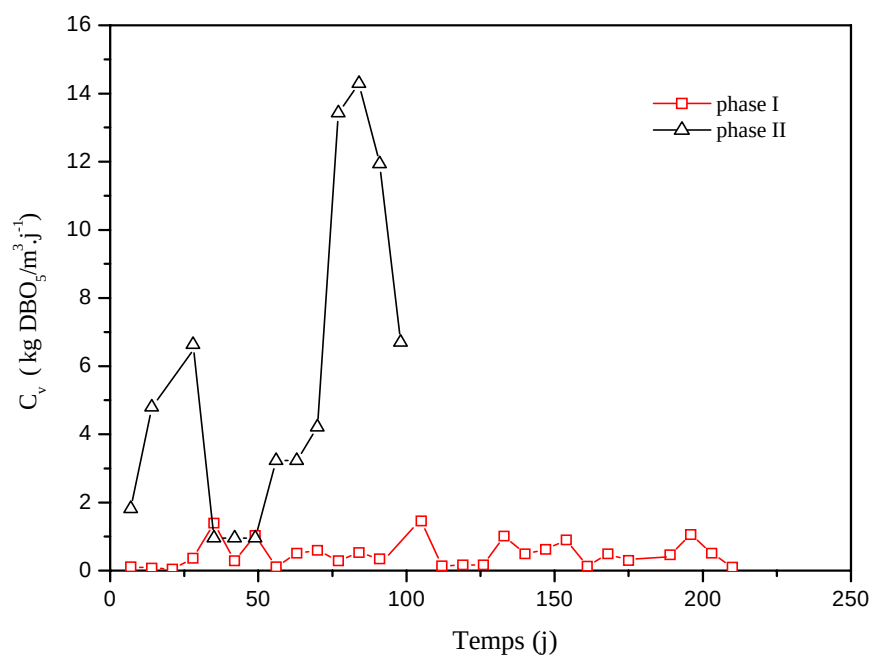


Figure III.8. Variation des charges volumiques appliquées durant les deux phases d'alimentation.

III.3.2. Fonctionnement en continu

L'alimentation en discontinu de l'installation a été poursuivie jusqu'à ce qu'une concentration de 2 g/L de MES ait été atteinte. Arrivée à ce stade, une alimentation en continu a été mise en place comme décrite en II.1.3. Le débit de recyclage a été maintenu à un tiers du débit d'alimentation.

Les tests se sont déroulés en deux phases :

- dans la première phase, qui a duré plus de 210 jours, des charges de DBO_5 relativement faibles et peu variables ont été appliquées ; elles varient entre 0,05 et 1,74 kg $\text{DBO}_5/\text{kg MES.j}^{-1}$;
- dans la seconde phase, le système a été soumis à des charges plus importantes, variant entre 0,56 et 12 kg $\text{DBO}_5/\text{kg MES.j}^{-1}$.

Les variations des charges au cours du temps sont portées sur les figures III.7 et III.8.

Dans ce qui suit, nous allons présenter les variations des paramètres de pollution carbonée mesurés à savoir : la DBO_5 , la DCO, les MES et les MVS. La qualité des boues a été contrôlée par la mesure de l'indice de Mohlman (I_m). Les variations de quelques sels minéraux (NO_3^- et NH_4^+) seront également données. Les concentrations de l'oxygène dissous ainsi que les valeurs de la température et du pH ont été relevées tout au long des expérimentations. Enfin, les rendements d'épuration de chaque paramètre ont été calculés afin d'évaluer l'efficacité du HCR.

La fréquence de la prise d'échantillons et de leur analyse a été effectuée comme suit :

- DBO_5 , DCO, NO_3^- et NH_4^+ : 3 fois par semaine, en amont de l'installation ; une à plusieurs fois par jour, en aval, selon l'importance du temps de séjour hydraulique.
- MES, MVS, I_m : une fois par jour.
- pH, température et oxygène dissous : en moyenne, chaque 2 h durant la journée de travail.

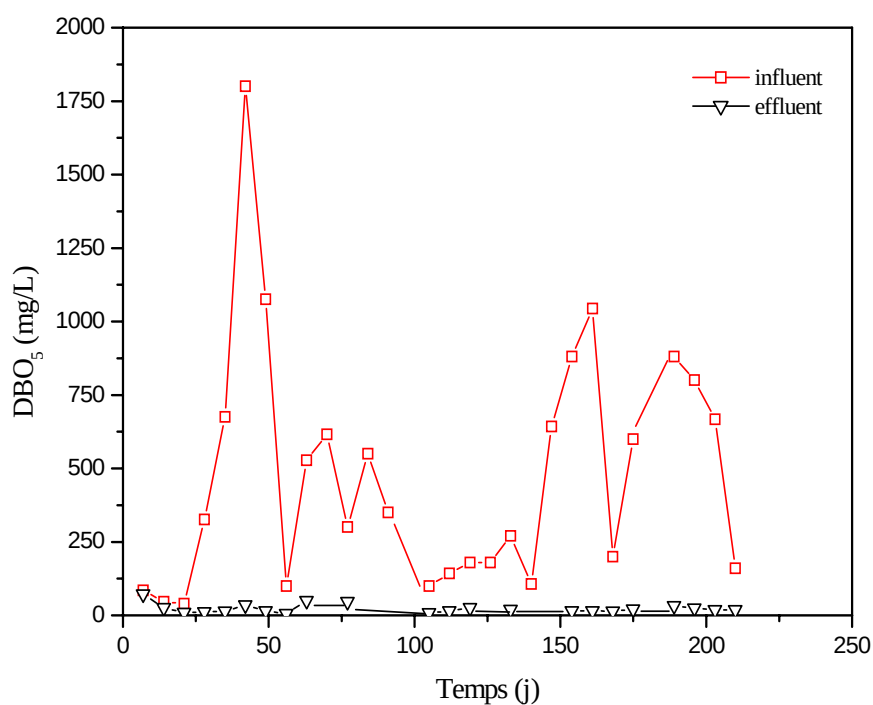


Figure III.9. Variation de la DBO_5 dans la phase I.

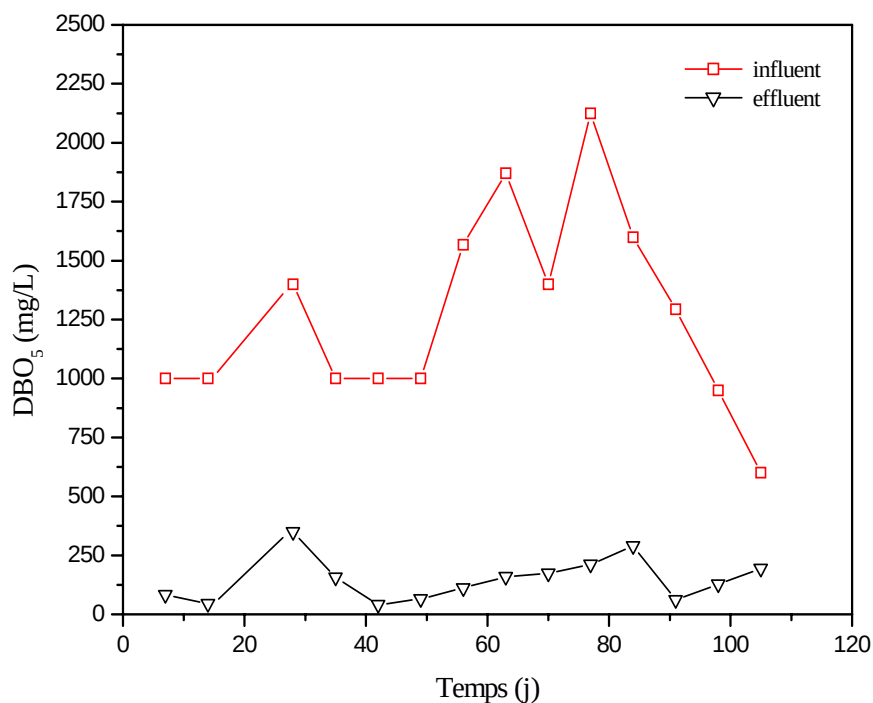


Figure III.10. Variation de la DBO_5 durant la phase II.

III.3.2.1. Variation des paramètres de la pollution carbonée

Les variations de la DBO_5 et de la DCO sont représentées dans les figures III.9 à III.11. Comme nous pouvons le constater, l'influent est caractérisé par d'importantes fluctuations car il est pratiquement impossible de maîtriser sa concentration; l'agitation par l'air comprimé était le seul moyen de mélange utilisé ; ainsi, la concentration du mélange est fortement liée au niveau du gas-oil dans le bac d'alimentation : lorsqu'il est au plus bas et qu'il est plus proche du point d'aspiration de la pompe doseuse qui alimente l'installation, une plus grande quantité de gas-oil passe dans le réacteur, ce qui se traduit par de fortes valeurs de DBO_5 et de DCO. Pour avoir un échantillonnage judicieux, les prélèvements ont été effectués par alternance entre les deux niveaux extrêmes du liquide dans le bac d'alimentation. Les valeurs de DBO_5 s'échelonnent entre 100 et 2125 mg/L et entre 990 et 3320, mg/L pour la DCO. Les pics enregistrés correspondent à des apports de gas-oil « frais », c'est-à-dire, qui n'a pas été mélangé à l'eau auparavant et qui améliore momentanément la concentration de la charge polluante.

La concentration de l'effluent durant la phase I est pratiquement stable malgré les fluctuations enregistrées à l'alimentation, elle est en moyenne de 22 mg/L de DBO_5 . Dans la seconde phase, une certaine dépendance apparaît entre les valeurs de DBO_5 et de DCO en amont et en aval de l'installation. La DBO_5 de l'effluent, par exemple, passe de 41 à 289 mg/L, lorsque celle de l'influent passe de 1000 à 1600 mg/L.

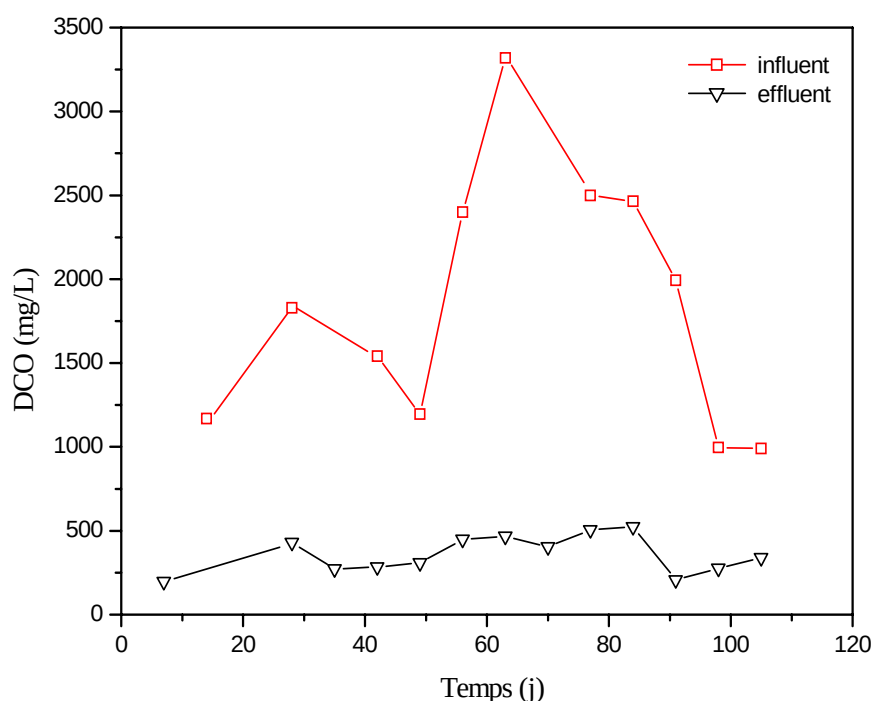


Figure III.11. Variation de la DCO durant la phase II.

III.3.2.2. Variation de la concentration des ions nitrate et des ions ammonium

D'après la figure III.12, il existe une certaine dépendance entre la concentration des nitrates dans l'influent et l'effluent. Cette dépendance peut s'expliquer par des temps de séjour appliqués relativement faibles durant la seconde phase. La concentration des nitrates passe d'une moyenne de 177,3 mg/L dans l'influent, à une moyenne de 39,6 mg/L dans l'effluent.

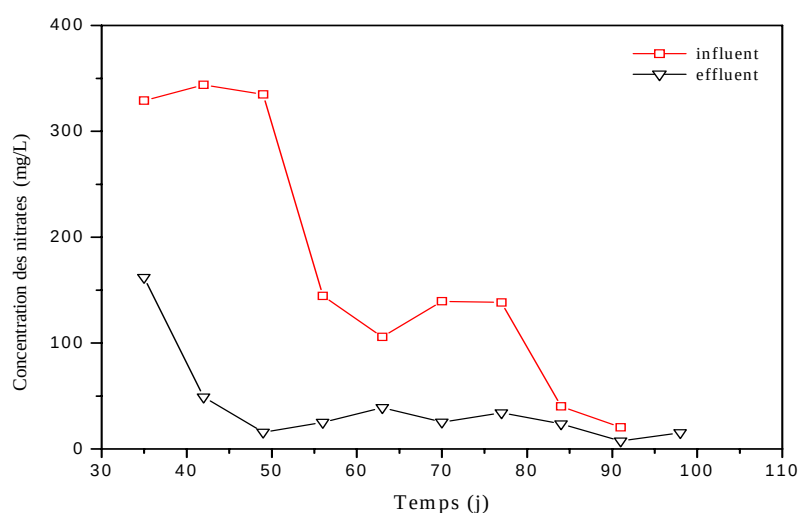


Figure III.12. Variation de la concentration des ions nitrate durant la phase II.

La concentration des ions ammonium dans l'influent, comme montré dans la figure III.13, est faible, elle est d'une moyenne de 3,8 mg/L, ce qui justifie la nécessité d'un apport supplémentaire pour pourvoir aux besoins en azote des boues activées. On relève un léger excès d'ammonium ajouté, mais les concentrations de rejet restent faibles et ne dépassent guère les 40 mg/L.

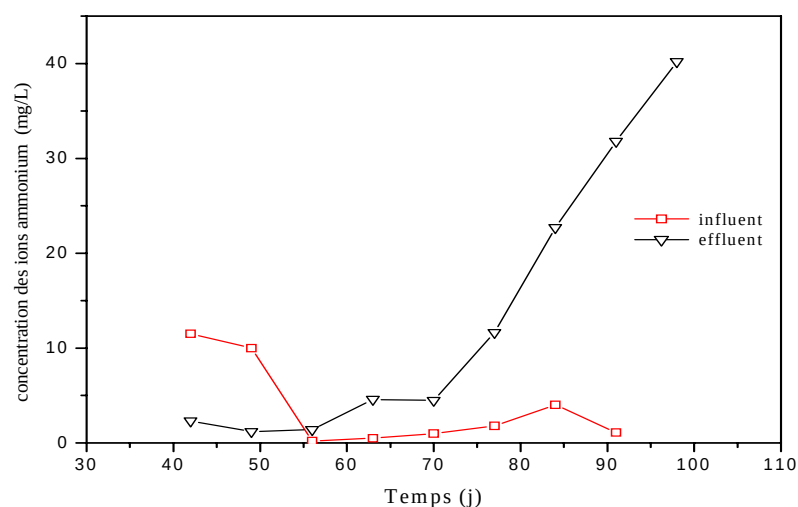


Figure III.13. Variation de la concentration des ions ammoniums durant la phase II.

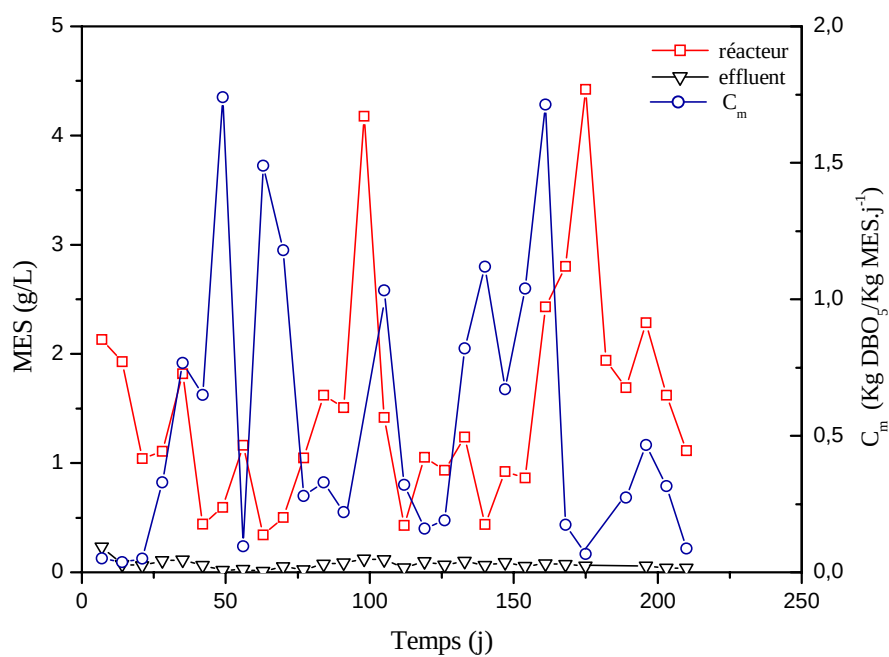


Figure III.14. Concentration des MES dans le réacteur et dans l'effluent durant la phase I.

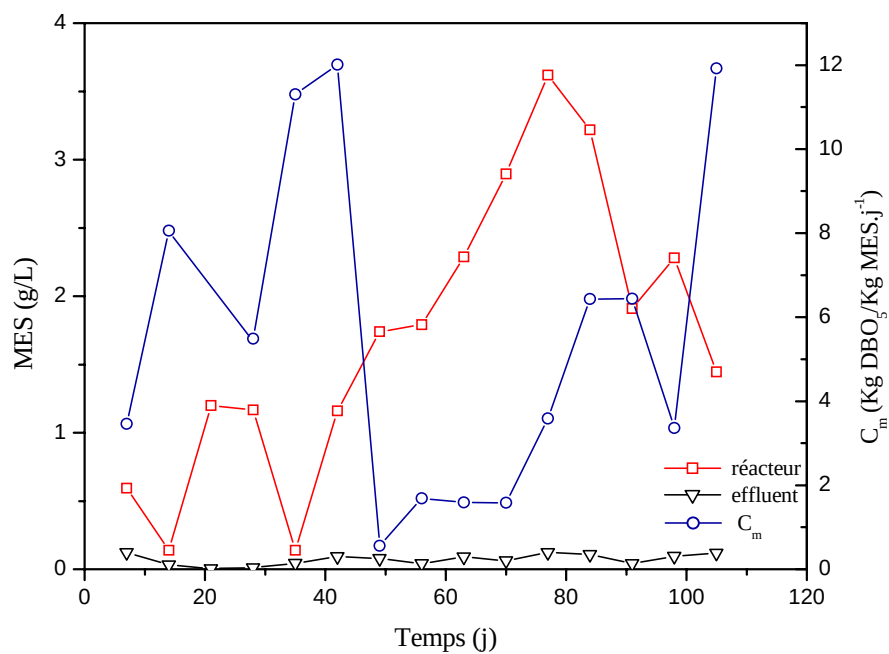


Figure III.15. Concentration des MES dans le réacteur et dans l'effluent du décanteur durant la phase II.

III.3.2.3. Variation de la concentration de la biomasse

Les variations de la concentration des MES dans le réacteur et à la sortie du décanteur sont données dans les figures III.14 et III.15. Dans les deux phases du test, nous remarquons une grande instabilité de la concentration des MES dans le réacteur ; nous enregistrons une moyenne de 1,5 g/L durant la première phase et 1,71 g/L au cours de la seconde phase. Des maxima de 4,4 et 3,2 g/L et des minima de 0,44 et 0,14 g/L, correspondant respectivement à la phase I et à la phase II, ont été atteints. Ces fluctuations peuvent être expliquées par les variations de la charge organique admise dans le réacteur, comme indiqué dans les mêmes figures; une partie de la masse biologique peut subir une autolyse lorsque la concentration du substrat chute dans le réacteur. Dans le cas où la concentration du substrat est suffisante, la vitesse de croissance des micro-organismes devient supérieure à leur vitesse d'autolyse et on note une croissance de la masse biologique. Signalons que, mises à part les MES qui sont drainées par le trop plein du décanteur, aucune purge n'a été effectuée durant la première phase du test. La concentration des MES dans l'effluent reste stable durant toute la période du test avec une valeur moyenne de 0,072 g/L, ce qui constitue une preuve de l'efficacité du décanteur secondaire et de la qualité des boues activées formées.

Le rapport MVS/MES, représenté sur la figure III.16, fluctue autour d'une valeur moyenne de 73% durant les 40 premiers jours et se stabilise par la suite autour d'une valeur de 89,8%. Ce rapport est plus élevé que les rapports de 70 à 75% obtenus généralement dans les stations classiques de traitement des effluents domestiques ^[35, 36].

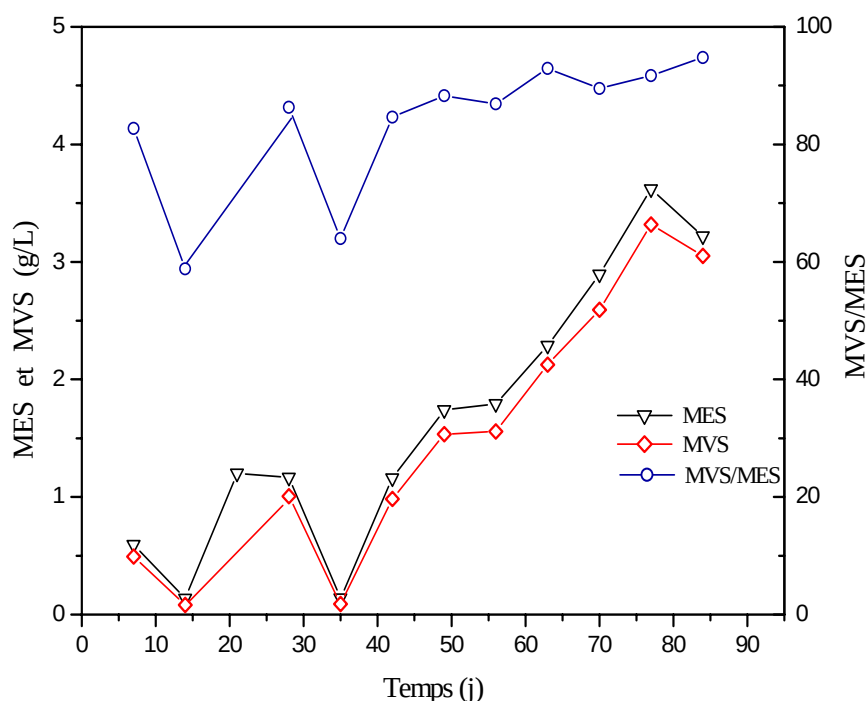


Figure III.16. Variation des MVS durant la phase II.

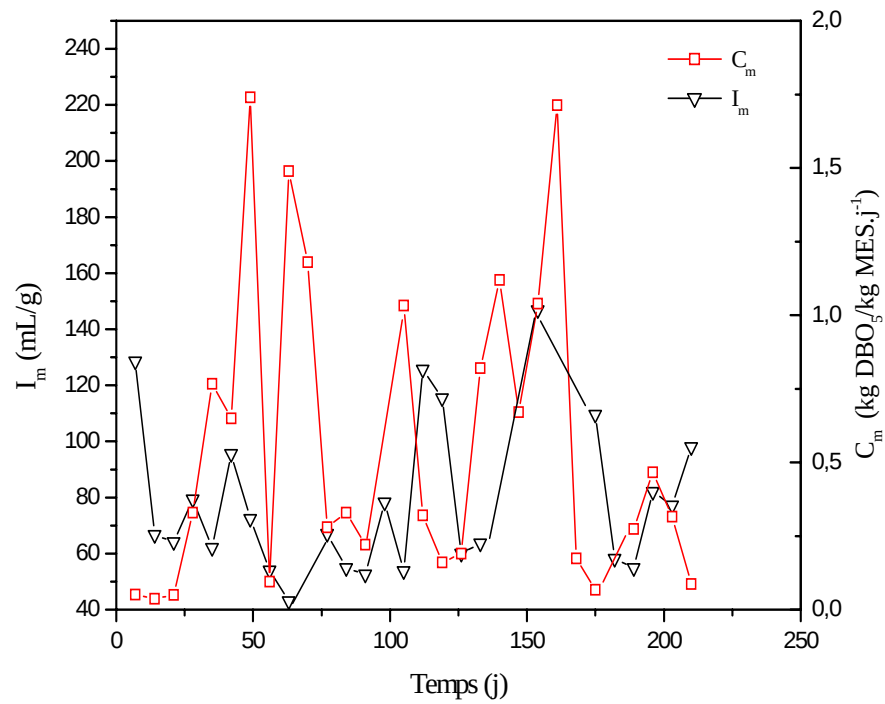


Figure III.17. Variation de l'indice de Mohlman durant la phase I.

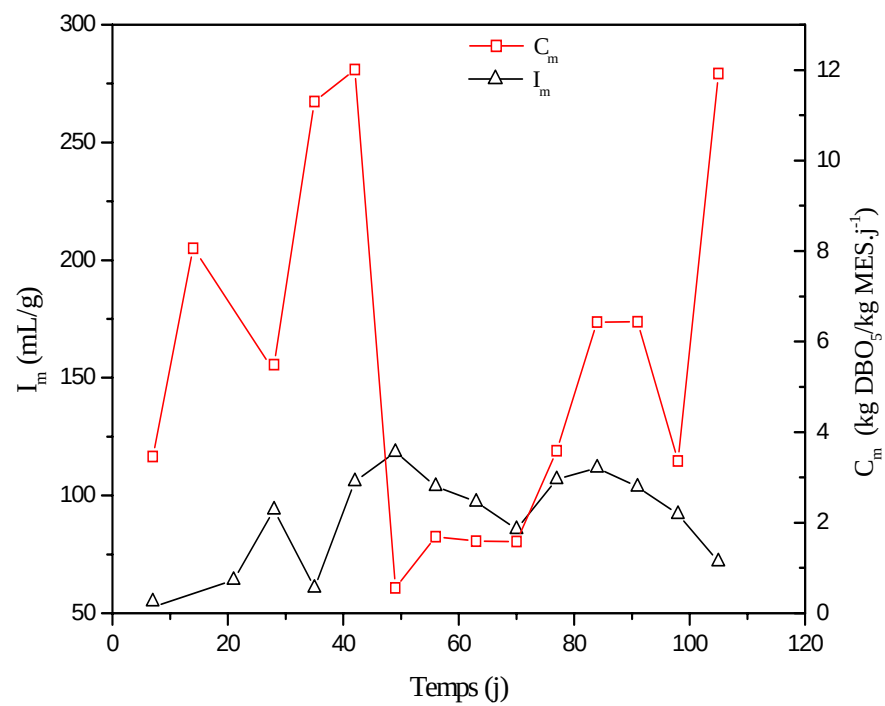


Figure III.18. Variation de l'indice de Mohlman durant la phase II.

III.3.2.4. Décantabilité des boues

En plus de la mesure des MES à la sortie du décanteur secondaire, les caractéristiques de décantabilité des boues activées ont été évaluées également par la mesure de l'indice de Mohlman dont les variations sont données dans les figures III.17 et III.18. Dans la première phase de traitement, les valeurs fluctuent entre 43,1 et 146,8 mL/g autour d'une valeur moyenne de 78,5 mL/g. Dans la seconde phase, elles varient entre 60,8 et 118,4 mL/g, soit une valeur moyenne de 90,8 mL/g. Ces valeurs moyennes sont comprises dans la plage de 50 à 100 mL/g, caractéristique d'une boue ayant d'excellentes propriétés de décantabilité. Les variations de la charge massique ne semblent pas affecter la décantabilité des boues, lorsque la charge passe de 0,56 à 11,92 kg DBO₅/kg MES.j⁻¹, l'indice de Mohlman varie peu et reste toujours compris dans une plage restreinte (71,9 à 111,8 mL/g).

III.3.2.5. Observation des boues

Durant les expérimentations, les boues activées ont été régulièrement observées au microscope optique. Elles se présentent sous forme de petits amas floconneux au milieu desquels se meuvent plusieurs sortes de protozoaires : flagellés, ciliés et amibes. Ces derniers jouent un rôle important dans la clarté finale de l'effluent. A défaut de photographies, des représentations schématiques de ces micro-organismes sont données dans la figure III.19.

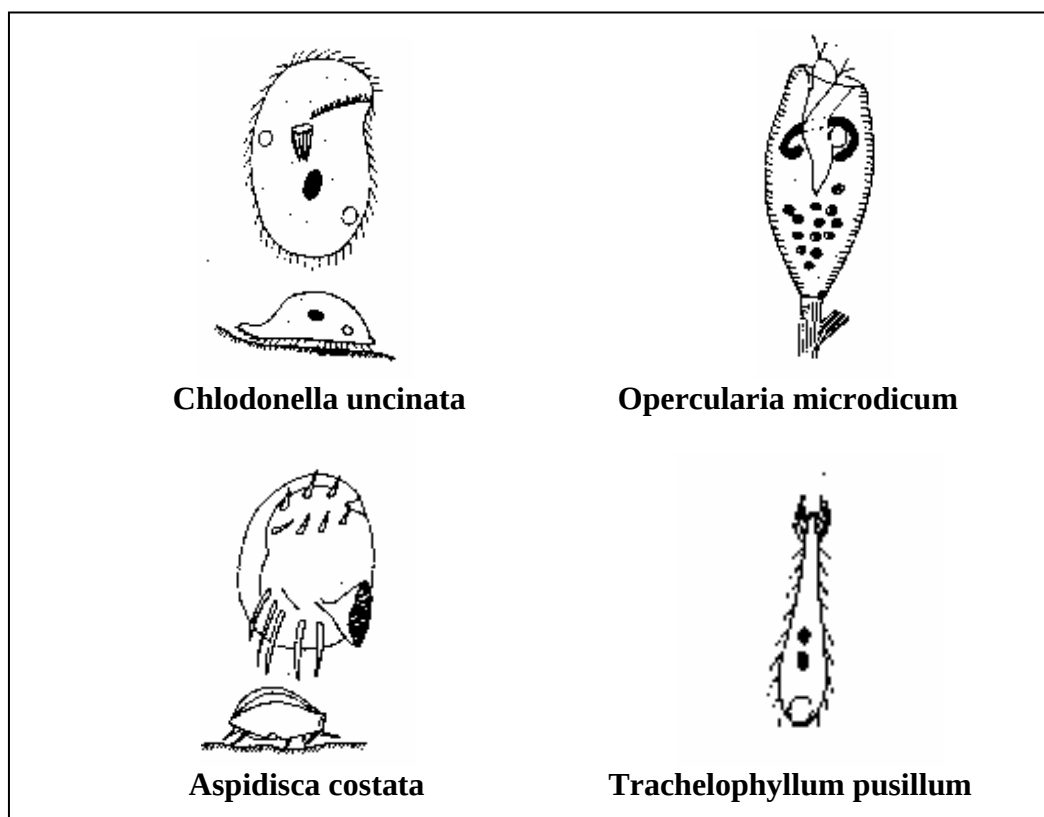


Figure III.19. Représentations schématiques des protozoaires observés dans les boues activées ^[29].

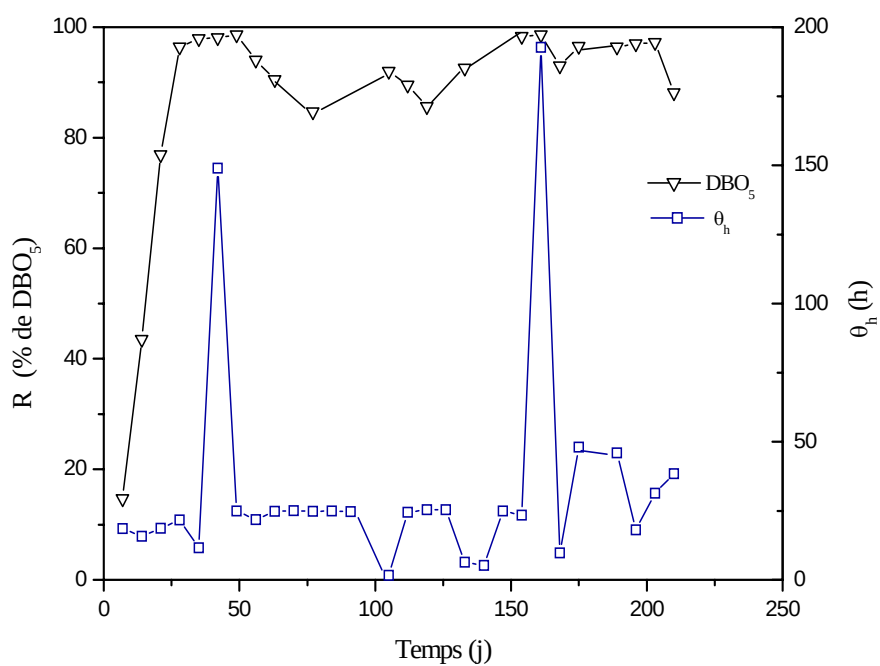


Figure III.20. Rendements d'élimination de la DBO_5 durant la phase I.

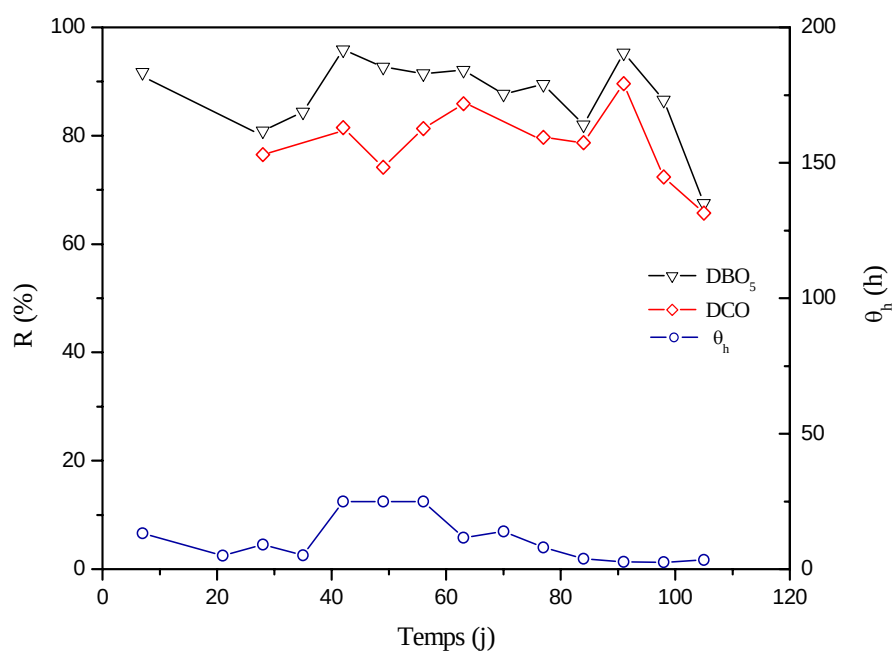


Figure III.21. Rendements d'élimination de la DBO_5 et de la DCO durant la phase II.

III.3.2.6. Evolution des rendements d'élimination de la pollution

Les rendements d'élimination de la pollution sont regroupés dans les figures III.20 à III.24.

Le taux d'élimination de la DBO varie entre 84,7 et 98,6% avec une moyenne de 93,9% durant la première phase et 87,5% dans la deuxième phase. Les valeurs faibles enregistrées au début de la phase I correspondent à la période d'adaptation des micro-organismes au nouveau mode de fonctionnement de l'installation. Dans la seconde phase, les variations de rendement sont plus importantes, et se situent entre 67,5 et 97,3%. Comme on peut le voir sur la figure III.21, le rendement, dans cette phase de charges élevées, est fortement lié aux temps de séjour hydrauliques qui sont plus longs durant la première phase, 33,1 h en moyenne, et plus court dans la seconde phase, 10,3 h.

Les rendements d'abattement de la DCO évoluent de la même manière que ceux de la DBO, mais à des niveaux plus bas. Une moyenne de 78,6% est obtenue.

Les valeurs relativement élevées de la DCO obtenues à la sortie du décanteur secondaire peuvent s'expliquer par le phénomène de relargage des produits du métabolisme bactérien, qui sont des composés réfractaires et que l'on retrouve dans la DCO [37-39]. Cet aspect de la biodégradation est confirmé par le coefficient de biodégradabilité K_b , dont les variations sont données dans la figure III.22, et qui est défini par :

$$K_b = \frac{DCO}{DBO_5}$$

Ce coefficient passe de 1,39 dans l'influent à 2,91 dans l'effluent. Rappelons que le traitement biologique n'est applicable que pour des effluents ayant des coefficients de biodégradabilité inférieurs à 2,5, ce qui correspond à notre cas.

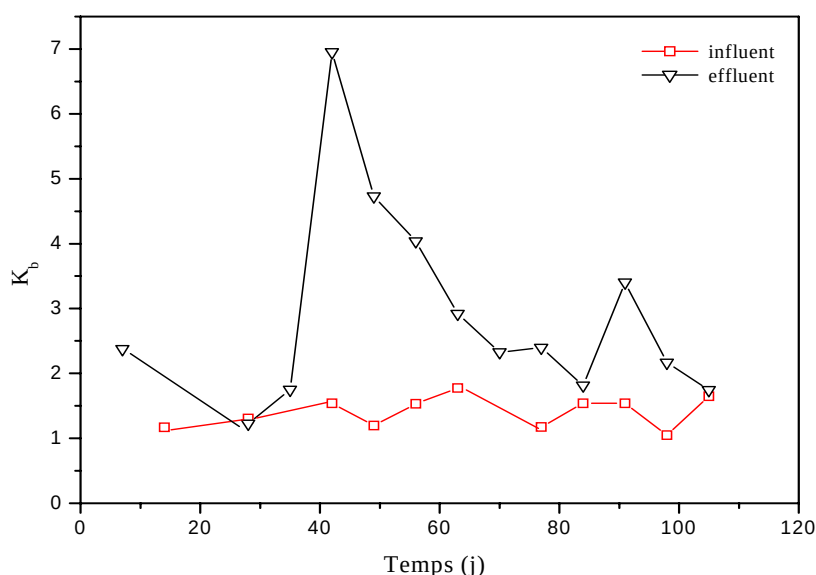


Figure III.22. Variation du coefficient de biodégradabilité avant et après traitement.

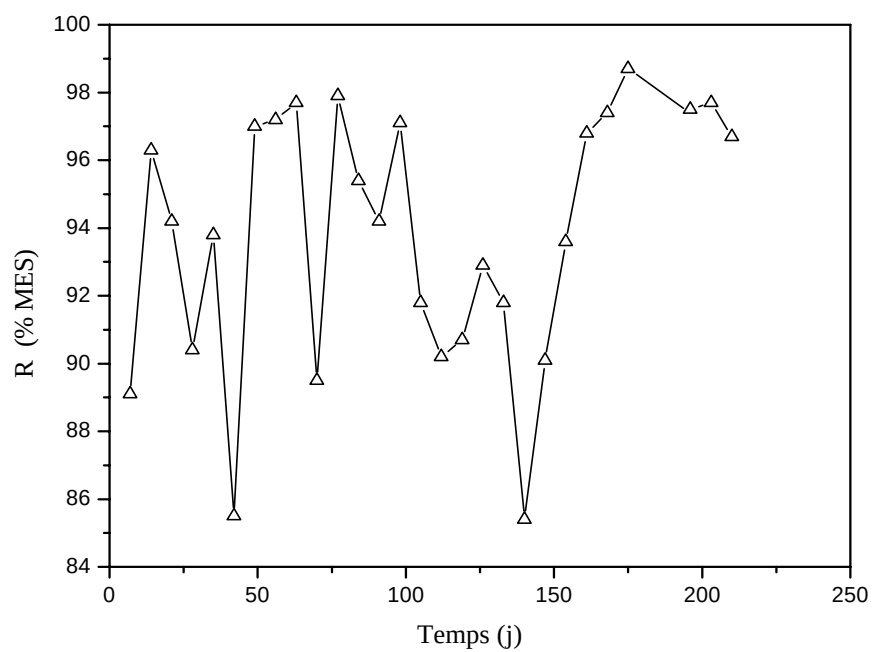


Figure III.23. Rendements d'élimination des MES dans la phase I.

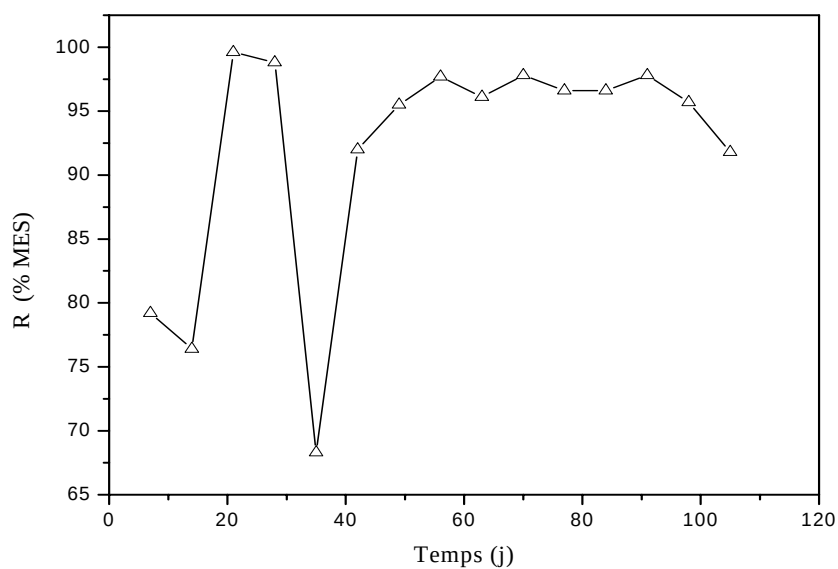


Figure III.24. Rendements d'élimination des MES dans la phase II.

Les rendements d'élimination des nitrates varient entre 41,3 et 95,3%, avec une valeur moyenne de 71,1% (figure III.25). Comme pour la charge organique, l'élimination des nitrates dépend également des temps de séjour hydrauliques.

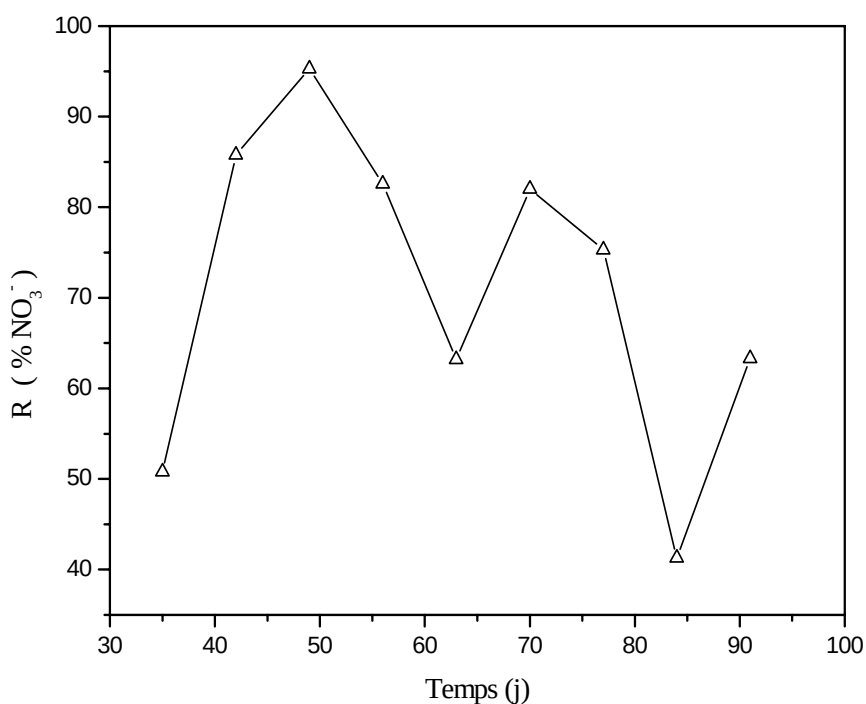


Figure III.25. Rendements d'élimination des nitrates.

Les bons rendements d'élimination des MES attestent de la bonne qualité des boues activées obtenues et de l'efficacité du décanteur secondaire (figures III.23 et III.24). Ils varient entre 85,4 et 98,7% dans la phase I, et dans une gamme plus large dans la phase II (68,3 à 99,6%). Toutefois, les rendements moyens dans les deux phases sont pratiquement égaux : 93,8% dans la phase I et 92% dans la phase II.

III.3.2.7. Variation de l'oxygène dissous, du pH et de la température

La concentration de l'oxygène dissous dans le réacteur dépend de plusieurs facteurs, à savoir : la concentration des MES, la vitesse de consommation de l'oxygène par les micro-organismes et le débit de l'air entrant dans le réacteur. Elle est d'une valeur moyenne de 4,05 mg/L durant la première phase, et de 2,16 mg/L dans la seconde phase, ce qui est supérieur aux valeurs minimales requises ^[15, 40, 41].

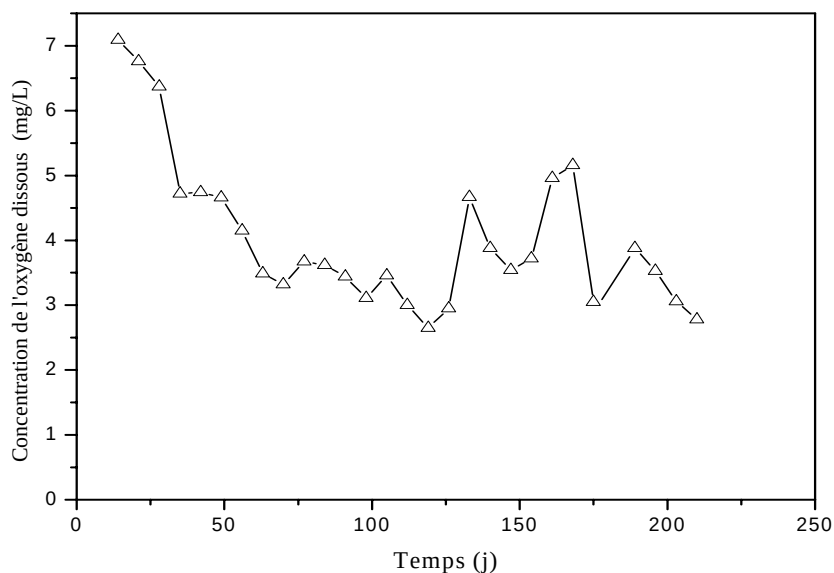


Figure III.26. Variation de la concentration de l'oxygène dissous dans la phase I.

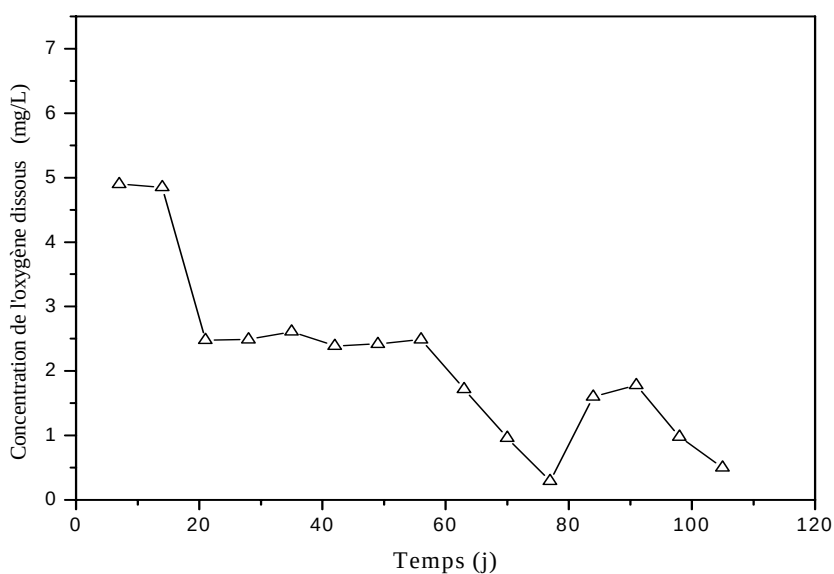


Figure III.27. Variation de la concentration de l'oxygène dissous dans la phase II.

Les valeurs du pH de l'effluent sont comprises entre celles mesurées dans l'influent et celles mesurées dans le réacteur. En moyenne, nous enregistrons un pH de 7, variant entre 6,58 et 7,79. Ces résultats sont obtenus sans aucun ajustement de pH.

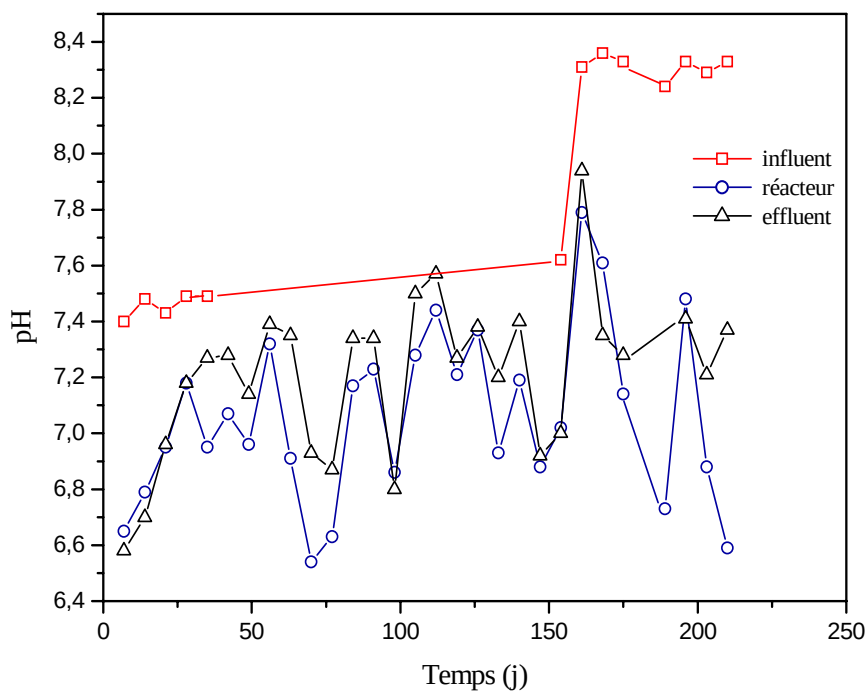


Figure III.28. Variations du pH dans la phase I.

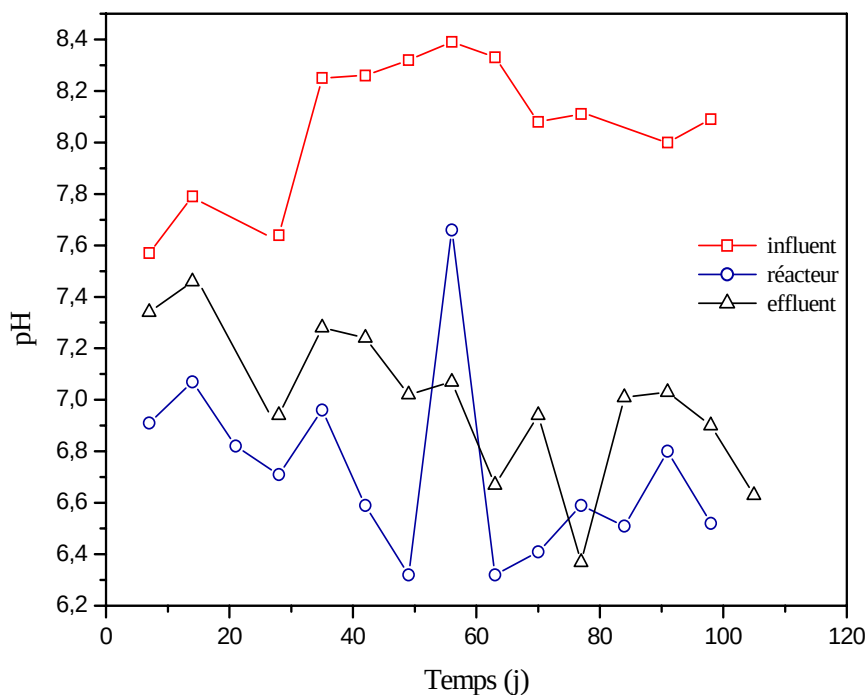


Figure III.29. Variation du pH dans la phase II.

Enfin, nous notons une augmentation de la température du fluide dans le réacteur par suite de son passage par le corps de la pompe centrifuge qui possède des capacités de chauffage. La température moyenne qui règne dans le réacteur est de 27°C, contre 20,4°C en amont et 21,2°C en aval.

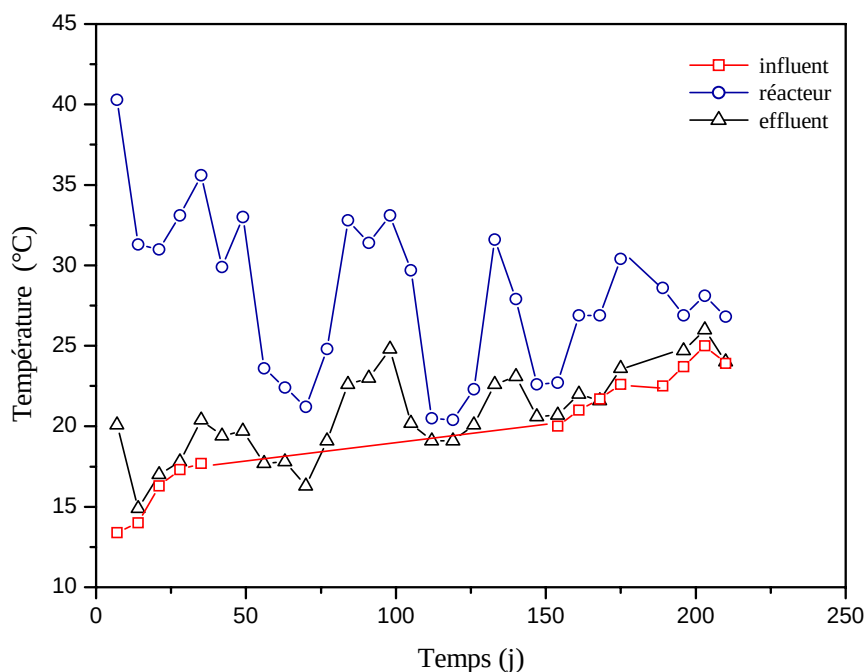


Figure III.30. Variation de la température dans la phase I.

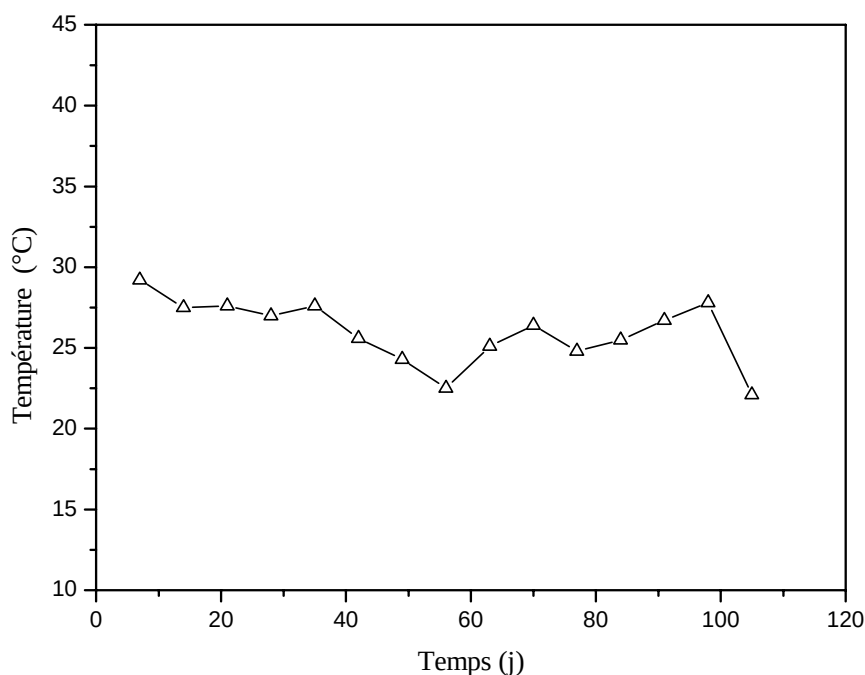


Figure III.31. Variation de la température dans la phase II.

III.4. Conclusion

D'après les tests en batch effectués au bain-marie, la charge de gas-oil se révèle parfaitement biodégradable par les boues activées prélevées de la station de traitement des eaux usées urbaines, après leur adaptation au laboratoire. Des rendements d'épuration supérieurs à 97% de DBO_5 ont été réalisés et le rendement optimal de 98,9% a été obtenu à une température de 25°C.

L'utilisation du HCR pour le traitement en discontinu d'une charge de même type a permis d'atteindre des rendements supérieurs à 92% de DBO_5 et une concentration de 2 g/L en MES.

Une fois cette concentration des MES atteinte, le HCR est alimenté en continu. Ce mode de fonctionnement a permis d'obtenir des rendements allant de 67,5 à 98,6% de DBO_5 , pour des charges massiques variant de 0,037 à 12,01 kg $\text{DBO}_5/\text{kg MES.j}^{-1}$ et des temps de séjour hydrauliques allant de 2 à 48 h.. La concentration de l'eau usée synthétique traitée variait entre 100 et 2125 mg/L de DBO_5 pour une moyenne de 1200 mg/L. Le temps de séjour hydraulique a un rôle déterminant dans tous les rendements d'élimination, un rendement moyen de 93,9% a été obtenu pour un temps de séjour hydraulique de 33,1 h, contre 87,5% pour un temps de séjour hydraulique de 10,3 h. Par exemple, le rendement le plus faible (67,5%) a été enregistré pour un temps de séjour hydraulique de 0,83 h et à charge égale, le rendement a atteint 95,9% pour un temps de séjour de 25 h.

Les rendements d'abattement de la DCO et des nitrates évoluent de la même manière que ceux de la DBO_5 , mais à des niveaux plus bas : 78,6% en moyenne pour la DCO et 71,1% pour les nitrates. Ceci peut s'expliquer par les phénomènes de relargage qui donnent lieu à des produits réfractaires qu'on ne retrouve pas dans la DBO_5 , mais qui sont décelés par la DCO.

Les capacités de clarification du décanteur ainsi que la qualité des boues activées formées se traduisent par les rendements d'élimination des MES qui sont supérieurs à 92% en moyenne, ainsi que par les indices de Mohlman obtenus : compris entre 50 et 100 mL/g pour la majorité.

Les valeurs du pH de l'effluent sont très proches de la neutralité, elles se situent entre 6,58 et 7,79, même si dans l'influent elles ont parfois atteint un maximum de 8,39.

Le fluide voit sa température augmenter du fait de son passage dans le corps de pompe qui possède des capacités de chauffage ; la température passe en moyenne de 20,4°C dans le bac d'alimentation, à 27°C dans le réacteur, ce qui constitue une température très proche de la température idéale pour la biodégradation du gas-oil (25°C).

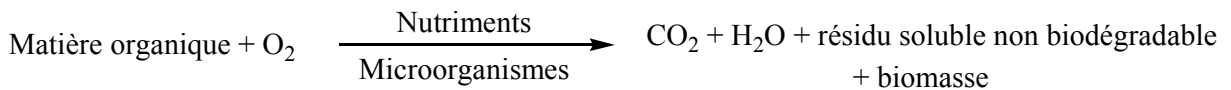
Chapitre IV

MODÉLISATION CINÉTIQUE

IV.1. Cinétique de l'élimination de la pollution carbonée

IV.1.1. Croissance bactérienne

Les études cinétiques de la biodégradation ont montré, qu'à chaque instant, la vitesse de réaction est directement proportionnelle à la concentration des matières organiques constituant le substrat nutritif.



La croissance d'une population bactérienne dans un réacteur discontinu se déroule, selon la disponibilité ou non du substrat S, en plusieurs phases caractéristiques (figure IV.1) :

- a- Phase de latence : elle correspond à la période initiale d'ensemencement et d'acclimatation des micro-organismes.
- b- Phase de croissance exponentielle : dans cette phase, l'accroissement de la masse bactérienne est proportionnel à la concentration de celle-ci.

$$\frac{dX}{dt} = K X \quad (1)$$

- c- Phase de croissance ralentie : la diminution de la concentration S du substrat nutritif, peut constituer le facteur limitant.

$$\frac{dX}{dt} = K' S X \quad (2)$$

- d- Phase de déclin : appelée également phase endogène. Elle survient après l'épuisement du substrat. Les micro-organismes vieillissent, ils subissent une auto-oxydation et se consomment.

$$\frac{dX}{dt} = -b X \quad (3)$$

Tableau IV.1. Modèles cinétiques de la croissance bactérienne ^[11, 42].

Facteurs limitants	Equations
Concentration du substrat	- Monod (1942) $\mu(S) = \mu_{\max} \frac{S}{K_s + S}$ - Tessier (1942) $\mu(S) = \mu_{\max} \left[1 - \exp \left(-\frac{S}{K_s} \right) \right]$ - Haldane (Andrews, 1968) $\mu(S) = \frac{\mu S}{K_m + S + S^2 K}$ - Powell (1967) $\mu(S) = \frac{\mu_{\max}}{2K_s} \left[K_s + S \sqrt{K_s + S^2 + 4K_s S} \right]$ avec $K_s > 0$ - Ming et al. (1988) $\mu(S) = \mu_{\max} \frac{S^2}{K_1 + S^2}$
Concentration de la biomasse	Verhulst (1938) $\mu(X) = \mu_{\max} \left(1 - \frac{X}{X_m} \right)$ avec X_m: constante
Concentration du métabolite	Hinshelwood (1946) $\mu(P) = \mu_{\max} - K_1(P - K_2)$ avec K_1 et K_2 constantes P : concentration en métabolite
Concentration du substrat et de l'oxygène dissous	Olsson (1976) $\mu(S, C) = \mu_{\max} \frac{S}{K_m + S} \frac{C}{K_c + C}$ avec K_c : constante de saturation
pH	Andreyeva et Biryukov (1973) $\mu(\text{pH}) = \alpha \text{pH}^2 + \beta \text{pH} + \gamma$ avec α, β, γ : constantes
Température	Hashimoto (1982) $\mu(T) = \alpha(T) - \beta$ avec α, β : constantes

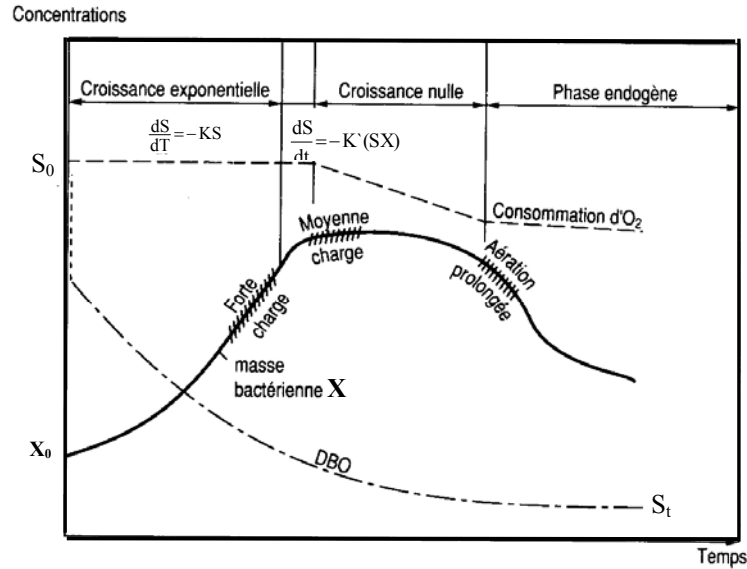


Figure IV.1. Croissance d'une biomasse bactérienne aérobie ^[10].

IV.1.2. Modèles cinétiques de l'élimination des composés organiques

Les mécanismes de l'élimination des composés organiques sont complexes. Wuhrmann, Tishler et Eckenfelder ^[1], ont montré que dans le cas d'un substrat unique, l'élimination suit une loi cinétique d'ordre zéro, et ce même pour de faibles concentrations en substrat. L'élimination du substrat en fonction du temps suit une loi linéaire.

Dans le cas d'un substrat complexe, Tishler et Eckenfelder ont montré que l'élimination suit une loi cinétique d'ordre 1 ou d'ordre 2 :

$$\frac{S}{S_0} = e^{-K_1 X t} \quad (4)$$

$$\frac{S}{S_0} = \frac{1}{1 + K_2 X t} \quad (5)$$

D'autres auteurs ont développé des modèles mathématiques pour décrire la croissance d'une biomasse en suspension en tenant compte des différents éléments constituant le milieu en plus de la concentration en substrat et en biomasse, tel que la concentration en acides aminés, l'azote, l'oxygène dissous, les produits de relargage (ou métabolites inhibiteurs), le pH, la température, l'intensité de la lumière, etc. (tableau IV.1).

Toutefois, le modèle le plus largement utilisé est incontestablement celui de Monod (1942) ^[11, 17, 42].

$$\frac{1}{X} \frac{dX}{dt} = \frac{r_x}{X} = \mu = \mu_{\max} \frac{S}{K_s + S} \quad (6)$$

Où : X : concentration de la biomasse (g/L).
 r_x : vitesse de croissance de la biomasse (g/L. h⁻¹).
 μ : vitesse spécifique de croissance de la biomasse (h⁻¹).
 $\mu_{\max}$: vitesse spécifique maximale de croissance de la biomasse (h⁻¹).
S : concentration du substrat exprimée en terme de DBO, DCO ou COT.
 K_s : constante de demi-saturation ou constante de Monod (mg/L).

Ce modèle, basé sur la loi de Michaelis-Menten^[26], a été appliqué au départ au cas d'une culture pure sur un substrat unique, pour décrire la vitesse spécifique d'utilisation du substrat :

$$\frac{1}{X} \frac{dS}{dt} = \frac{r_s}{X} = r_{sx} = r_{sx, \max} \frac{S}{K_s + S} \quad (7)$$

r_{sx} : vitesse spécifique d'utilisation du substrat (h⁻¹).
 $r_{sx, \max}$: vitesse spécifique maximale d'utilisation du substrat (h⁻¹).

Plus tard, il a été généralisé par Monod au cas des boues activées^[1, 11, 13, 44], pour décrire la vitesse spécifique de croissance de la biomasse en se basant sur le fait que cette dernière est toujours proportionnelle à la vitesse spécifique d'utilisation du substrat^[42]. Et bien que n'ayant aucune justification physique spécifique, ce modèle a été utilisé par plusieurs auteurs puisqu'il s'accorde souvent avec les données expérimentales. Cependant, il demeure non valable dans le cas de présence de substances inhibitrices dont les concentrations sont trop élevées^[11, 46].

IV.2. Cinétique des boues activées à mélange complet^[17, 30, 42]

Dans les installations de traitement des eaux usées, présentement concernées, les micro-organismes évoluent généralement en phase de croissance ralentie ou de déclin^[13]. Dans ce cas, la vitesse de croissance de la masse cellulaire est proportionnelle à la concentration de la biomasse dans le réacteur. La cinétique de croissance des boues activées a été représentée par plusieurs approches dont la plus complète possible est celle de McCarty^[29]:

$$\frac{r_x}{X} = Y r_{sx} - b \quad (8)$$

Où :
Y : rendement de conversion du substrat en biomasse (Kg MES / Kg DBO₅).
 r_{sx} : vitesse spécifique d'utilisation du substrat (h⁻¹).
b : coefficient d'extinction endogène (h⁻¹).

Ce modèle consiste à tenir compte de l'équation de Monod en ne formulant aucune hypothèse simplificatrice sur l'ordre de la réaction. Il tient compte également

des purges de boues et des pertes de biomasse par respiration endogène et autres processus tels que :

- la mort et la lyse des cellules ;
- l'excrétion de polymères et de substances inhibitrices de la croissance bactérienne ;
- la prédation.

IV.3. Equations du bilan de matière

La figure IV.2 est une représentation schématique du HCR. On établira sur ce circuit un bilan massique basé sur les hypothèses suivantes :

- le réacteur est considéré comme un réacteur continu parfaitement agité (RCPA), avec recyclage de boues. Cette hypothèse s'appuie sur le fait que la courbe de distribution des temps de séjour obtenue pour un HCR de 15 L par Genenger et al. ^[17], est très similaire à celle d'une cuve agitée. A partir de là, on peut considérer que la concentration du substrat et de la biomasse est la même dans tout le réacteur ;
- L'influent ne contient pas de micro-organismes ;
- La réaction biologique n'a lieu que dans le réacteur, et le décanteur est considéré comme un réservoir servant à récupérer les boues afin qu'elles soient renvoyées dans le réacteur. Ainsi, le volume considéré dans le calcul de l'âge des boues est celui du réacteur.

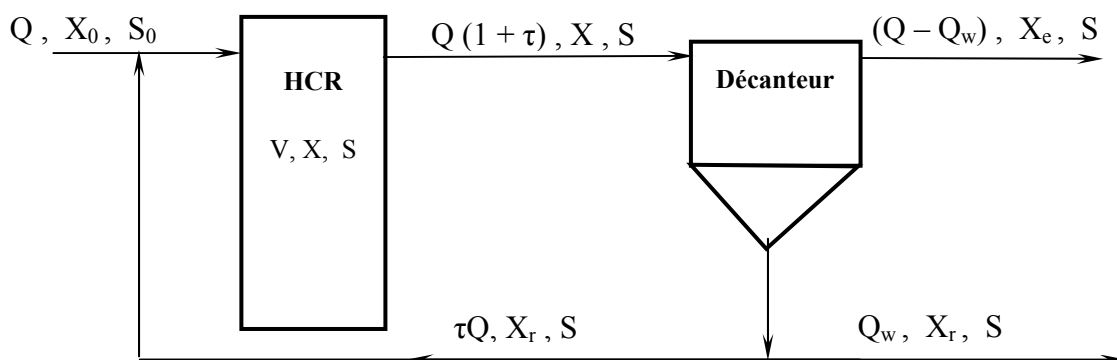


Figure IV.2. Représentation schématique du pilote.

Le bilan de matière sur la biomasse présente dans le réacteur peut être écrit comme suit :

$$\left(\begin{array}{c} \text{vitesse de variation} \\ \text{de la quantité de} \\ \text{biomasse présente} \\ \text{dans le réacteur} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{c} \text{vitesse de} \\ \text{croissance de la} \\ \text{biomasse dans} \\ \text{le réacteur} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{vitesse d'entrée} \\ \text{de la biomasse} \\ \text{dans le réacteur} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{vitesse de} \\ \text{sortie de} \\ \text{la biomasse} \\ \text{du réacteur} \end{array} \right)$$

c'est-à-dire :

$$\left(\frac{dX}{dt} \right) V = r_x V + Q X_0 - [Q_w X_r + (Q - Q_w) X_e] \quad (9)$$

En régime permanent, la concentration de la biomasse dans le réacteur reste constante, l'équation (9) devient :

$$r_x V = Q_w X_r + (Q - Q_w) X_e \quad (10)$$

Le temps de séjour hydraulique moyen dans le réacteur est donné par :

$$\theta_h = \frac{V}{Q} \quad (11)$$

On définit également le temps de séjour moyen des cellules (ou âge des boues) θ_c comme étant le temps au bout duquel la totalité de la biomasse se trouvant dans le système est entièrement renouvelée :

$$\theta_c = \frac{\text{biomasse présente dans le réacteur}}{\text{masse journalière de biomasse qui quitte le système}}$$

$$\theta_c = \frac{XV}{Q_w X_r + (Q - Q_w) X_e} \quad (12)$$

En remplaçant (12) dans (10), on obtient :

$$\theta_c = \frac{X}{r_x} = \frac{1}{\mu} \quad (13)$$

et en remplaçant également (13) dans (8), on aboutit à :

$$\frac{1}{\theta_c} = \mu = y r_{sx} - b \quad (14)$$

Tableau IV.2. Valeurs expérimentales obtenues pour la détermination des paramètres cinétiques.

Essai	C_m (Kg DBO ₅ / Kg MES.j ⁻¹)	C_v (Kg DBO ₅ / m ³ .j ⁻¹)	S_0 (mg/L)	S (mg/L)	X (g/L)	θ_c (j)	μ (j ⁻¹)	r_{sx} (h ⁻¹)	t_d (j)	R (% de DBO ₅)
1	0,57	0,96	988	58	1,683	10,75	0,093	0,022	7,45	94,1
2	1,53	2,65	1680	123	2,07	4,84	0,223	0,06	3,11	92,7
3	1,5	4,28	1400	180	3,1	23,81	0,042	0,05	16,5	87,1
4	3,66	13,43	2125	212	3,62	3,6	0,278	0,139	2,49	90
5	3,99	11,9	1330	267	2,99	2,13	0,469	0,136	1,48	79,9
6	3,9	7,49	800	194	1,922	1,78	0,561	0,123	1,24	75,8
7	2,64	4,28	377	83	1,62	2,76	0,362	0,086	1,91	78
8	4,44	10,5	734	76	2,271	2,72	0,368	0,165	1,88	89,6
9	9,12	16	800	175	1,752	1,98	0,506	0,297	1,37	78,1
10	11,92	17,28	600	195	1,446	0,92	1,087	0,336	0,64	67,5

De la même manière que précédemment, on peut établir un bilan de matière sur le substrat :

$$\left(\begin{array}{c} \text{vitesse de variation} \\ \text{de la quantité de} \\ \text{substrat présente} \\ \text{dans le réacteur} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{c} \text{vitesse d'entrée} \\ \text{du substrat} \\ \text{dans le réacteur} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{vitesse de} \\ \text{consommation} \\ \text{du substrat} \\ \text{dans le réacteur} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{vitesse de} \\ \text{sortie de} \\ \text{du substrat} \\ \text{du réacteur} \end{array} \right)$$

C'est-à-dire :

$$\left(\frac{dS}{dt} \right) V = QS_0 - r_s V - [Q_w S + (Q - Q_w) S] \quad (15)$$

En régime permanent, l'équation (15) devient:

$$r_s V = QS_0 - QS \quad (16)$$

En remplaçant (11) dans (16), on obtient :

$$r_s = \frac{S_0 - S}{\theta_h} \quad (17)$$

IV.4. Estimation des paramètres du modèle

L'application du modèle nécessite la connaissance des paramètres cinétiques : $\mu_{\max}$, K_s , $r_{sx, \max}$, Y et b . Ils sont obtenus deux par deux ($\mu_{\max}$ et K_s , $r_{sx, \max}$ et K_s , Y et b) grâce à des ajustements linéaires.

IV.4.1. Mode opératoire pour la détermination des paramètres cinétiques

Afin de déterminer les paramètres cinétiques du modèle choisi, nous avons effectué plusieurs tests expérimentaux en régime permanent. Pour ce faire, nous avons appliqué plusieurs charges massiques avec des temps de séjours des boues différents. Les résultats expérimentaux obtenus sont donnés au tableau IV.2.

IV.4.2. Détermination de K_s , $\mu_{\max}$, $r_{sx, \max}$, Y et b

En remplaçant l'équation (13) dans l'équation de Monod (6), nous obtenons :

$$\frac{1}{\theta_c} = \mu_{\max} \frac{S}{K_s + S} \quad (18)$$

L'inverse de l'équation (18) conduit à :

$$\theta_c = \frac{K_s}{\mu_{\max}} \frac{1}{S} + \frac{1}{\mu_{\max}} \quad (19)$$

La représentation graphique de cette équation nous permet d'obtenir les deux paramètres K_s et $\mu_{\max}$ (figure IV.4).

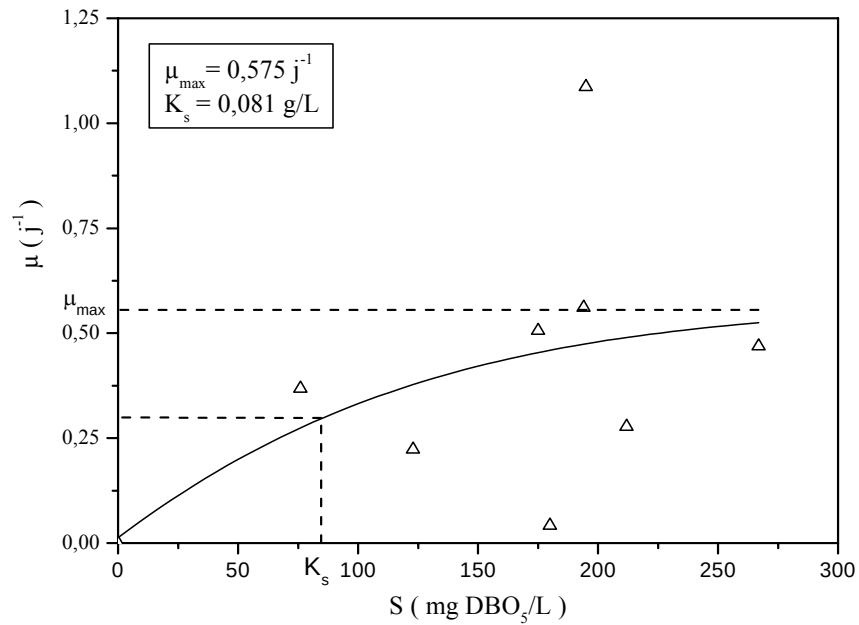


Figure IV.3. Vitesse spécifique de croissance de la biomasse en fonction de la concentration du substrat dans l'effluent.

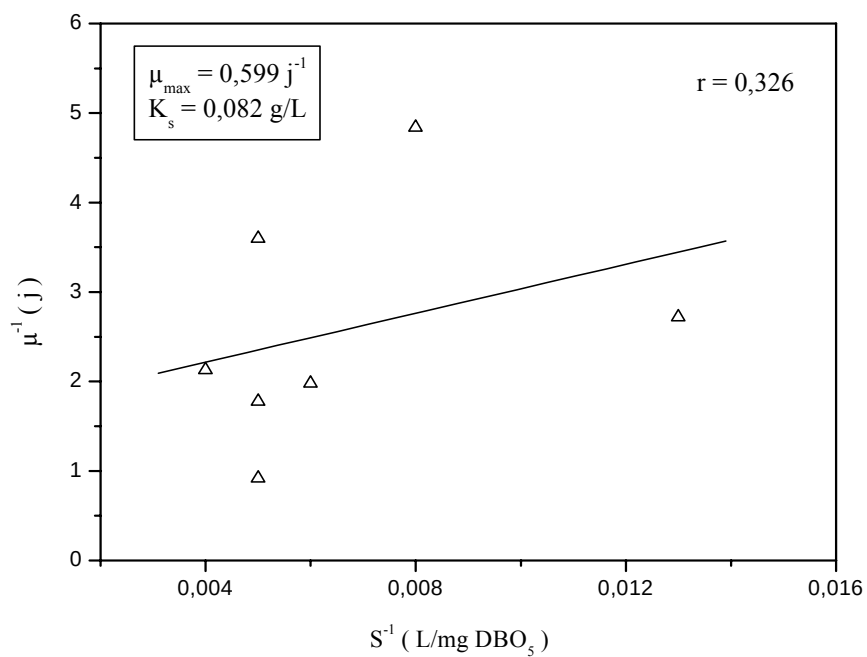


Figure IV.4. Détermination des paramètres cinétiques $\mu_{\max}$ et K_s .

De même, la valeur de $r_{sx, \max}$ s'obtient en traçant l'équation inverse de l'équation (7) (figure IV.6) :

$$\frac{1}{r_{sx}} = \frac{K_s}{r_{sx, \max}} \frac{1}{S} + \frac{1}{r_{sx, \max}} \quad (20)$$

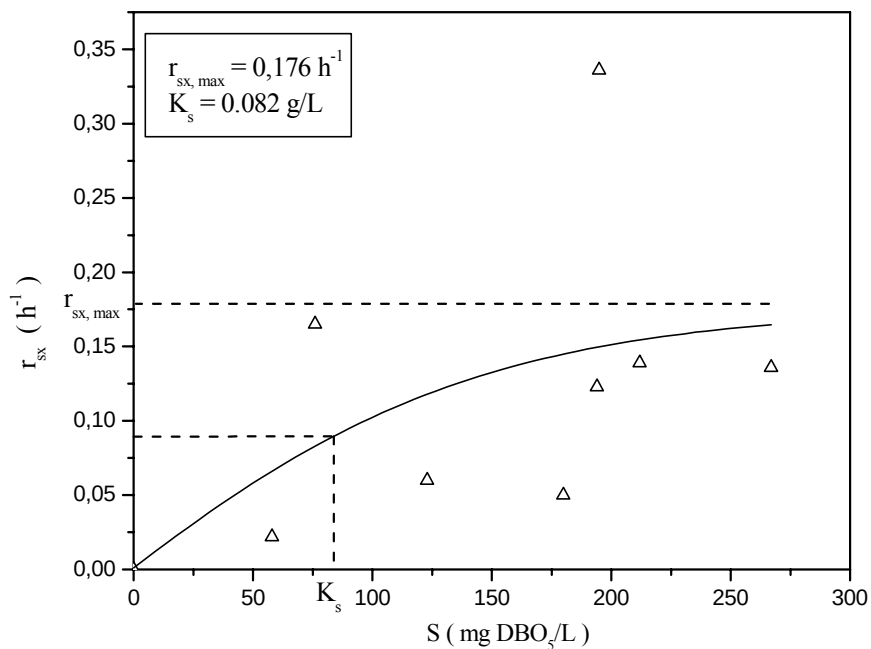


Figure IV.5. Vitesse spécifique d'utilisation du substrat en fonction de la concentration du substrat dans l'effluent.

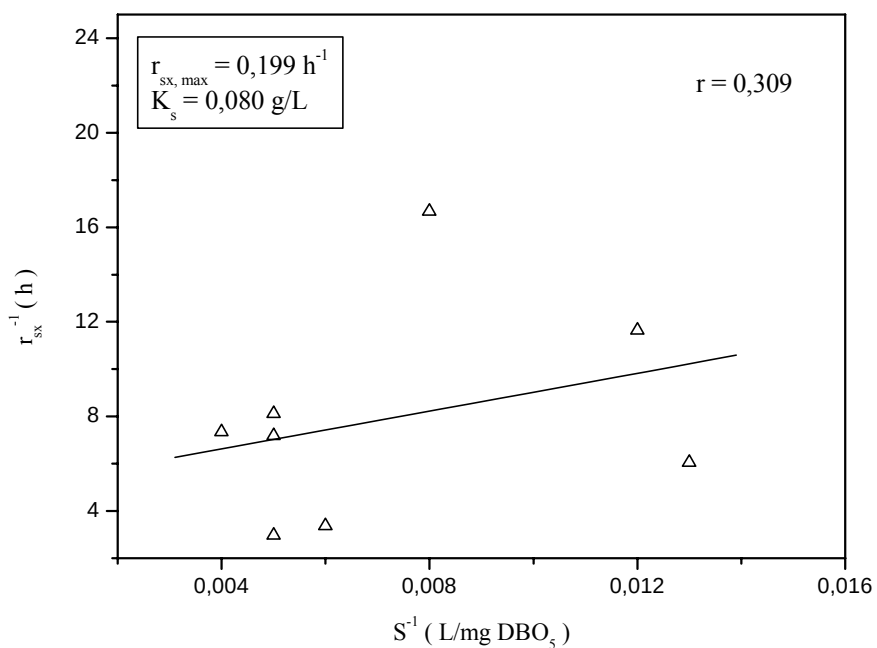


Figure IV.6. Détermination des paramètres cinétiques $r_{sx, \max}$ et K_s .

Y et b représentent respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite représentant l'équation (14) (figure IV.7).

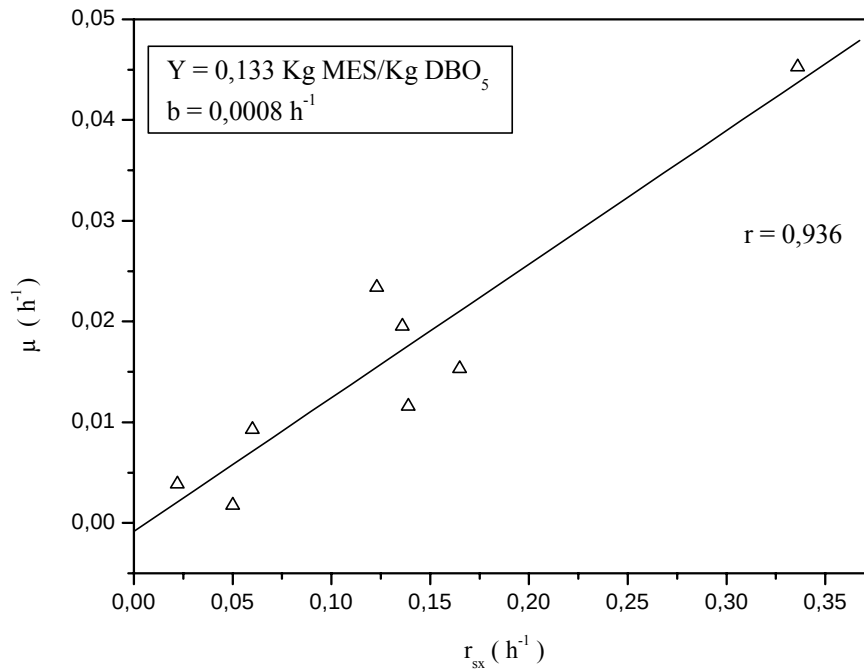


Figure IV.7. Détermination des coefficients cinétiques Y et b .

IV.4.3. Détermination du temps de doublement de la biomasse

Appelé également temps de génération, le temps de doublement de la biomasse est, par définition ^[10, 42], le temps nécessaire au doublement de la population bactérienne durant sa phase exponentielle de croissance.

La vitesse spécifique de croissance de la biomasse est donnée par :

$$\mu = \frac{1}{X} \frac{dX}{dt} \quad (21)$$

Si nous intégrons cette équation entre $t = 0$ et t , nous pouvons avoir :

$$\int_{t_0}^t \mu dt = \int_{X_0}^X \frac{dX}{X} \quad (22)$$

$$\ln X = \ln X_0 + \mu(t - t_0) \quad (23)$$

Dans le cas du doublement de la masse cellulaire, la valeur de X passe de X_0 à $2X_0$, ce qui correspond au temps de doublement de la biomasse t_d :

$$t_d = \frac{\ln 2}{\mu} \quad (24)$$

La figure IV.8 montre que le temps de doublement de la biomasse t_d , décroît d'une manière exponentielle avec l'augmentation de la charge massique jusqu'à atteindre une valeur constante de 1,42 j, au-delà de 4 Kg DBO₅/Kg MES.j⁻¹ de charge massique. Nous constatons également que le rendement d'épuration est inversement proportionnel à la charge massique. Nous en déduisons qu'une quantité plus importante de substrat est assimilée par les boues activées lorsque les charges massiques sont faibles, contrairement aux cas des charges massiques élevées où la plus grande part du substrat est convertie pour donner lieu à la formation d'un surplus de biomasse.

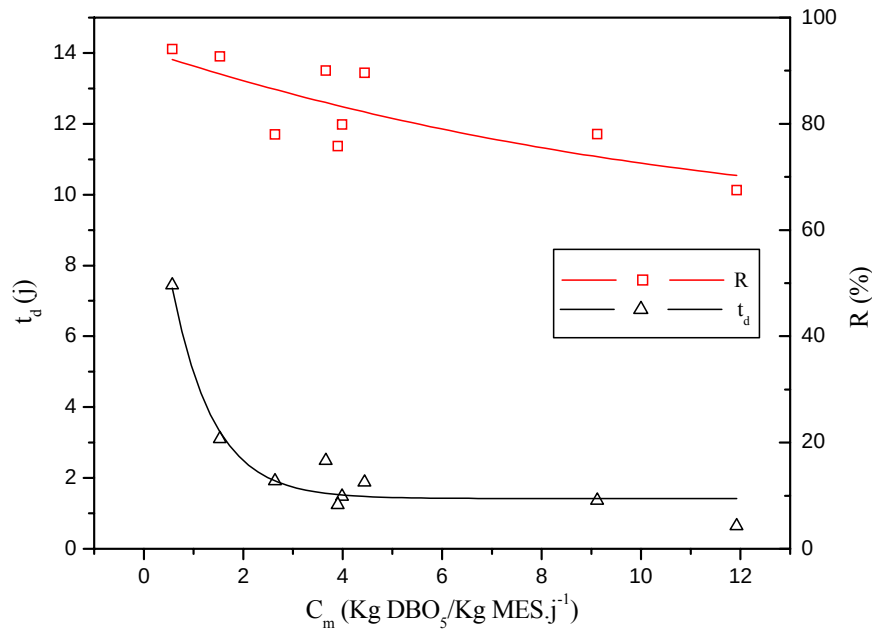


Figure IV.8. Temps de doublement de la biomasse en fonction de la charge massique.

IV.4.4. Détermination du temps de séjour minimal des boues

A chaque type d'eau usée renfermant une population bactérienne spécifique dans des conditions précises, correspond un ensemble de paramètres cinétiques constants ($\mu_{\max}$, K_s , $r_{sx, \max}$, Y et b). Par conséquent, la concentration S de l'effluent est une fonction directe de l'âge des boues θ_c qui doit être choisi de façon à assurer une bonne efficacité de traitement. La valeur critique de θ_c , connue sous le nom de temps de séjour minimal des cellules θ_c^m , est le temps pour lequel la vitesse de sortie des cellules du système est plus importante que leur vitesse de régénération. Dans ce cas, on enregistre une baisse progressive de la concentration de la biomasse dans le réacteur d'où une diminution de l'efficacité de traitement. Ainsi, la valeur de θ_c utilisée dans le design d'un process doit être basée sur la valeur de θ_c^m [17, 42].

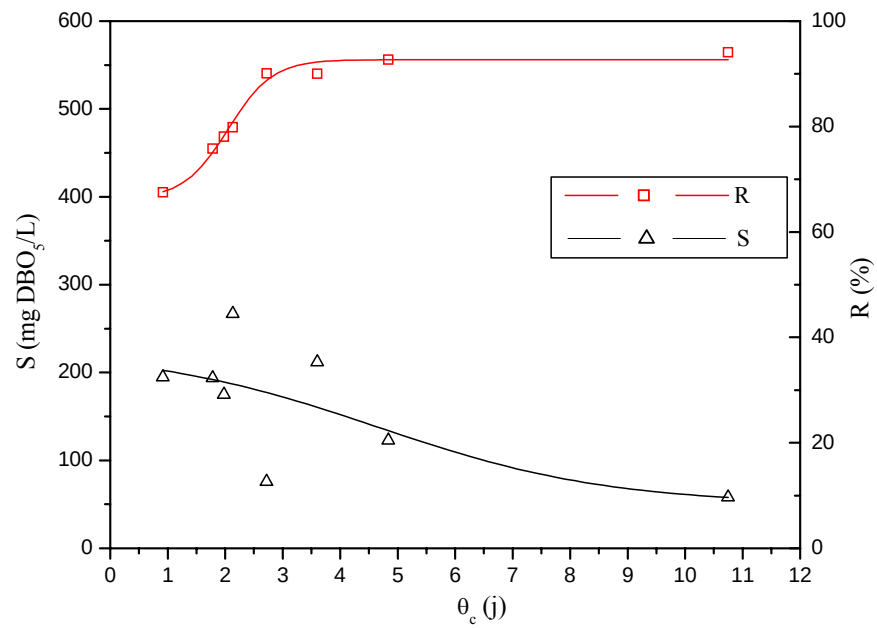


Figure IV.9. Evolution de l'efficacité de traitement et de la concentration du substrat dans l'effluent en fonction de l'âge des boues.

Pour $\theta_c = \theta_c^m$, $S = S_0$ et en remplaçant dans l'équation (14) on aboutit à :

$$\frac{1}{\theta_c^m} = Y_{r_{sx, \max}} \frac{S_0}{K_s + S_0} - b \quad (25)$$

En général $S_0 \gg K_s$, et nous obtenons ainsi l'expression de θ_c^m :

$$\theta_c^m = \frac{1}{Y_{r_{sx \max}} - b} \quad (26)$$

$$\theta_c^m = 1,62 \text{ j}$$

Il est donc évident que le design et l'exploitation d'un système de traitement biologique ne doivent en aucun cas être basés sur des valeurs voisines de θ_c^m . En règle générale, le rapport θ_c / θ_c^m , connu sous le nom de facteur de sécurité, est fixé à des valeurs assez élevées pour assurer un traitement adéquat. Les résultats obtenus confirment cette règle puisque comme on peut le constater sur la figure IV.9, les rendements d'épuration les plus bas ont été réalisés à des valeurs de θ_c proches de θ_c^m ; le rendement le plus bas, 67,5%, a été obtenu pour l'unique valeur de θ_c inférieur à θ_c^m appliquée durant ces tests (0,92 j).

La figure IV.9 montre que l'efficacité de traitement est proportionnelle à l'âge des boues ; les rendements les plus élevés sont obtenus pour les âges les plus longs et comme le démontre la figure IV.8, la production des boues est plus faible dans ce cas.

En plus de l'âge des boues, la charge massique constitue également un autre paramètre important de design et de contrôle dans les procédés à boues activées. Cependant, l'âge des boues étant inversement proportionnel à la charge massique et à la vitesse spécifique de croissance des micro-organismes, il est plus approprié de contrôler le fonctionnement d'un procédé en se basant sur les valeurs de θ_c surtout que l'état physiologique des boues dépend pour une grande part de la vitesse spécifique de croissance des micro-organismes. Il suffit d'effectuer chaque jour un taux constant de purge de biomasse et la charge massique reste automatiquement constante dans le cas où S_0 varie peu. Cette méthode est plus simple à contrôler en pratique, elle garantit une qualité d'effluent stable et ne nécessite aucune analyse.

Le tableau IV.3 donne quelques valeurs de paramètres de design des procédés à boues activées et les valeurs correspondantes pour le système HCR obtenues dans les travaux de Yenkie et al. ^[17], ainsi que les valeurs obtenues dans la présente étude. Il apparaît que les valeurs les plus élevées de r_{sx} sont obtenues avec le système HCR ce qui peut s'expliquer par l'efficacité du transfert de matière.

Tableau IV.3. Paramètres de design des procédés à boues activées ^[17].

Description du procédé	Conventionnel	Aération prolongée	Aération Etagée	Contact stabilisation	Aération à court terme	HCR	HCR*
C_v (Kg DBO ₅ /Kg MES.j ⁻¹)	0,56	0,32	0,80	1,12	1,6 – 6,4	5 - 100	0,96 – 17,3
C_m (Kg DBO ₅ /m ³ .j ⁻¹)	0,2 – 0,5	0,05 – 0,2	0,2 – 0,5	0,2 – 0,5	--	0,95 – 10,4	0,57 – 12
X (g/L)	1,5 – 3	3 – 6	2 – 3,5	4 – 10	--	5,9 – 11,4	1,4 – 3,6
R (%)	85 – 95	75 – 95	85 – 95	80 – 90	60 – 85	75 – 95	75 - 94
r_{sx} (j ⁻¹)	0,2 – 0,5	0,05 – 0,2	0,2 – 0,5	0,2 – 0,6	0,5 – 3,5	0,75 – 8,2	0,53 – 8,1
Q_r/Q_w	0,25 – 0,5	0,75 – 1,5	0,25 – 0,75	--	--	0,71	0,33
θ_h (h)	4 – 8	18 – 36	3 – 5	3 – 6	--	0,55	0,8 – 13
θ_c^m (j)	5 – 15	14 - ∞	5 – 15	4 – 15	0,8 - 4	0,3 – 2,5	1,62
θ_c^m / θ_h	30 – 45	18 - ∞	40 – 72	32 – 60	--	14 – 108	3 - 48
Facteur de sécurité	20 – 70	> 70	20 – 70	20 – 75	4 – 20	1,1 – 8,5	1,1 – 6,6

* : résultats de la présente étude.

Tableau IV.4. Paramètres cinétiques pour divers types d'eaux usées.

Nature de la pollution	$\mu_{\max}$ (h ⁻¹)	$r_{sx \max}$ (h ⁻¹)	K_s (g/L)	b (h ⁻¹)	Y	θ_c^m (h)	Nature de S	Référence
Domestique	—	0,233	0,022	0,0029	0,67	6,50	DCO	1
Domestique	0,55	--	0,12	0,0025	0,50	—	DBO ₅	1
Huile de Soja	0,5	—	0,355	0,006	0,74	—	DBO ₅	1
Lait écrémé	—	0,213	0,1	0,0018	0,48	10,08	DBO ₅	1
Glucose	—	0,126	0,355	0,0036	0,42	20,4	Concentration massique	1
Municipale	—	0,25 – 0,33	0,025 - 0,1	0,002 - 0,0042	0,35 – 0,45	6,85 – 11,7	DCO	1
Sang de boeuf	—	—	—	0,0004	0,326	—	—	8
Lisiers de porc	—	—	—	0,0017	0,37	—	—	8
Brasserie	0,024	—	0,0011	0,026	0,56	—	—	8
Cokerie	0,0006	—	—	0,0017	0,105	—	—	8
Glucose (HCR)	0,125	0,33	0,08	0,0028	0,44	7,02	DBO ₅	1
Gas-oil (HCR)	0,025	0,199	0,0081	0,0008	0,133	38,9	DBO ₅	La présente étude

Un rendement d'épuration supérieur à 75% a été obtenu dans notre étude avec un facteur de sécurité légèrement supérieur à 1. Ce rendement passe à 94% lorsque le facteur de sécurité est de 6,6. Ces faibles valeurs du facteur de sécurité sont une preuve de stabilité du procédé.

Notons également que le procédé HCR peut fonctionner avec d'importantes charges organiques, comparé aux autres procédés. Les charges volumiques peuvent atteindre $100 \text{ Kg DBO}_5/\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$ [17] et $17 \text{ Kg DBO}_5/\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$ dans notre cas.

IV.5. Discussion sur les paramètres cinétiques

Le modèle choisi ainsi que les résultats expérimentaux donnés dans le tableau IV.2 ont permis d'aboutir aux constantes cinétiques suivantes :

$\mu_{\max} = 0,025 \text{ h}^{-1}$	$K_s = 0,081 \text{ g/L}$
$r_{\text{sx}, \max} = 0,199 \text{ h}^{-1}$	$b = 0,0008 \text{ h}^{-1}$
$Y = 0,133 \text{ Kg MES/Kg DBO}_5$	

Comme indiqué sur les figures IV.3 et IV.5 correspondant aux représentations graphiques des équations cinétiques (6) et (7), les paramètres $\mu_{\max}$, K_s et $r_{\text{sx}, \max}$ peuvent être estimés mais sans grande précision puisque les valeurs de $\mu_{\max}$ et $r_{\text{sx}, \max}$ correspondent à l'ordonnée de l'asymptote de la courbe de tendance hyperbolique. Il est donc préférable de tenir compte des résultats obtenus à partir des représentations graphiques (figures IV.4 et IV.6) des équations réarrangées sous leur forme linéaire (équations (19) et (20)).

Les valeurs des paramètres cinétiques obtenues dans cette étude ainsi que d'autres valeurs obtenues dans différents travaux sous d'autres conditions, sont résumées dans le tableau IV.4. Comme on peut le constater, les paramètres cinétiques varient non seulement en fonction de la nature de la pollution mais aussi selon la manière dont est quantifié le substrat S (DCO, DBO_5 , concentration massique, etc.). Les valeurs que nous avons obtenues sont intermédiaires entre celles obtenues pour les rejets de brasserie et les rejets de cokerie. Comparativement aux travaux de Yenkie et al. [17] relatifs à la biodégradation du glucose dans un réacteur similaire, nous constatons que tous les paramètres cinétiques obtenus sont plus faibles. Cette différence serait sans doute liée à la nature du substrat utilisé. Le glucose est un substrat entièrement biodégradable à l'opposé des hydrocarbures dont la biodégradation donne lieu à des produits microbiens solubles inhibiteurs de la croissance bactérienne.

IV.6 Vérification de l'adéquation du modèle

La résolution de l'équation décrivant la vitesse spécifique d'utilisation du substrat, nous permet d'aboutir à une équation donnant la variation de la concentration du substrat dans l'effluent en fonction du temps.

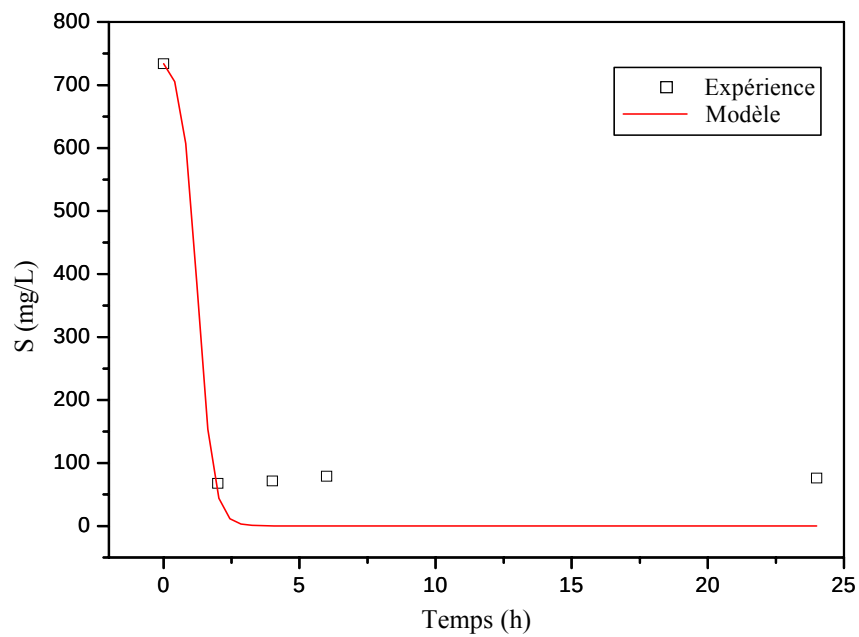


Figure IV.10. Variation de la DBO_5 dans l'effluent pour $C_m = 4,44 \text{ kg DBO/kg MES.j}^{-1}$.

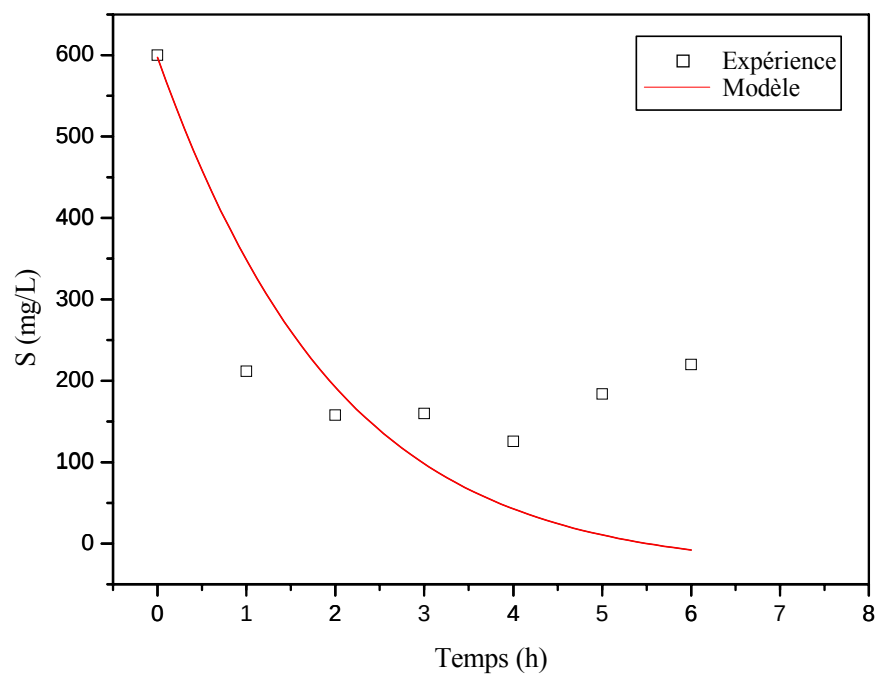


Figure IV.11. Variation de la DBO_5 dans l'effluent pour $C_m = 11,92 \text{ kg DBO/kg MES.j}^{-1}$.

$$r_{sx} = r_{sx, \max} \frac{S}{K_s + S} \quad (27)$$

La résolution de cette équation donne lieu à une équation non linéaire dont la solution donnée par le logiciel de résolution des équations différentielles “Maple” est :

$$S = K_s \text{Lambert W} \left[\frac{e^{\left(-\frac{r_{sx, \max} X t}{K_s} - \frac{r_{sx, \max} X C}{K_s} \right)}}{K_s} \right] \quad (28)$$

C : constante d'intégration.

En remplaçant les constantes cinétiques K_s et $r_{sx, \max}$ par leurs valeurs, on aboutit à :

$$S = 0.081 \text{Lambert W} (12.2 e^{(-2.46Xt - 2.46XC)}) \quad (29)$$

La valeur de X étant connue, et en appliquant la condition aux limites $S = S_0$ pour $t = 0$, nous obtenons la fonction donnant la variation de S en fonction du temps que nous pouvons tracer et comparer aux valeurs obtenues expérimentalement.

Nous constatons sur les figures IV.10 et IV.11, que le modèle n'est pas toujours en accord avec les résultats expérimentaux, même s'il y a une certaine similitude dans leurs formes générales. L'erreur relative entre les valeurs théoriques fournies par le modèle et les résultats expérimentaux varie entre 0 et 10 % pour des temps inférieurs à 2 h, au-delà, le modèle s'éloigne de plus en plus et l'erreur augmente jusqu'à 100 %. Cet écart serait lié à la valeur de la concentration de la biomasse dans le réacteur (X) que nous avons essayé de maintenir pendant les essais à une valeur constante par des purges ponctuelles mais qui est variable en réalité. En outre, l'hypothèse simplificatrice que nous avons adoptée au départ, et qui stipule qu'aucune réaction de biodégradation n'a lieu dans le décanteur, aurait également contribué à cet écart.

Une vérification que nous avons effectuée sur les résultats obtenus par Yenkie et al. ^[17], utilisant le même modèle, a conduit aux mêmes écarts, sauf pour le régime transitoire que nous n'avons pu vérifier puisque nous ne disposons malheureusement pas de données.

IV.7. Conclusion

Les paramètres cinétiques obtenus dans cette étude par le modèle de Monod sont similaires aux résultats de Yenkie et al., et confirment donc l'efficacité du procédé HCR. En effet, la vitesse spécifique d'utilisation du substrat est plus élevée comparée à celles obtenues avec des procédés plus conventionnels.

La qualité de l'effluent est fortement liée au temps de séjour des cellules ; au-delà du temps de séjour minimal des cellules, nous enregistrons une chute importante de la concentration du substrat dans l'effluent.

Le procédé HCR peut fonctionner d'une façon efficace avec d'importantes charges organiques et des temps de séjour hydrauliques très courts.

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'utilisation du système HCR dans le traitement d'une charge synthétique d'hydrocarbures, a démontré qu'il permet de traiter d'une manière efficace, un effluent fortement chargé contrairement aux procédés classiques à boues activées.

En effet, les performances du traitement biologique sont souvent limitées lorsqu'il s'agit de traiter des effluents d'hydrocarbures. Les problèmes liés aux phénomènes de transfert et à la décantabilité des boues activées sont généralement les facteurs limitants de ce type de traitement. Le système HCR a l'avantage de dépasser ces limitations même avec ce type de pollution.

Comme nous l'avons vu dans la première partie de ce travail, ce procédé permet d'atteindre un niveau de dépollution élevé, une efficacité de traitement supérieure à 90% a été obtenue. Il permet également la production de boues activées ayant des caractéristiques de décantabilité presque constantes ; les indices de Mohlman mesurés variant entre 43 et 148 mL/g, sont compris pour la plupart entre 50 et 100 mL/g. Les charges traitées peuvent atteindre 12 Kg DBO₅/Kg MES.j⁻¹ de charge massique et 17 Kg DBO₅/m³.j⁻¹ de charge volumique; ces valeurs sont beaucoup plus élevées que celles appliquées dans des procédés plus conventionnels, ce qui permet de réaliser des gains d'énergie.

Dans la seconde partie de cette étude, nous avons caractérisé la cinétique de biodégradation du polluant par les boues activées en utilisant le modèle de Monod. Les paramètres cinétiques obtenus constituent un bon outil de design et d'extrapolation à une plus grande échelle.

Le procédé HCR présente donc plusieurs avantages : d'un côté, sa compacité permettant un gain d'espace; d'un autre côté, sa performance dans le traitement de charges élevées, avec une faible production de boues. Pour conclure, nous proposons de tester ce procédé sur un site industriel avec un effluent réel afin de vérifier son efficacité vis-à-vis d'une charge polluée plus variée et plus importante.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

1. **DECKWER, W. F.** Bubble column reactors. Ed. John Wiley and Sons, 1992.
2. **VOGELPOHL, A.**, 1996. New processs for the removal of carbon and ammonia from wastewater. Journal of energy, heat and mass transfer. Vol. 18.
3. **BRUXELMANE, M.**, 1996. Des principes à l'analyse critique des systèmes d'aération-mélange dans le domaine des épurations des eaux. n° nov/déc.
4. **HOVE, D**, 1996. Les systèmes d'aération pour l'épuration des eaux usées. Tribune de l'eau, n° nov/déc.
5. **CHUDоба, J.**, 1985. Inhibitory effect of refractory organic compounds produced by activated sludge micro-organisms on microbial activity and flocculation. Water Research, Vol 19, No 2.
6. **BARKER, D. J.**, 1999. A review of soluble microbial products in wastewater treatment systems. Water Research, Vol 33, No 14.
7. **TARDAT-HENRY, M.** Chimie des eaux. Ed. Le Griffon d'Argile.inc,
8. **BOUMANSOUR, B. E.**, 1996. Facteurs d'accroissement d'oxygène en présence de biomasse. Tribune de l'eau, n° 5-6.
9. **WIDHAHAGEN, H., A. VOGELPOHL**, 1992. Pilot test of biological treatment of brewery effluent using the HCR system at Gilde Brewery in Hanover. Brauwelt International
10. **EDELIN, F.** L'épuration biologique des eaux résiduaires. Théorie et technologie. Ed. Lavoisier, 1988
11. **BASTIN, G., D. DOCHAIN.** On line estimation and adaptive control of bioroeactors. Elsevier 1990.
12. **YENKIE, M. K. N.**, 1992.. Biokinetics of wastewater treatment in the high performance compact reactor. Chem. Eng. J, 49
13. **RAMALHO, R. S.** Introduction to wastewater treatement process. Academic Press Inc, 1983
14. **ALAHMAD, M.**, 1999. The application of flowsheeting technology in wastewater treatment and water reuse. IDA world congress on desalination and water reuse.
15. **CHARMOT, M.L.** Etude et mise au point d'un procédé à boues activées alimenté séquentiellemnt. Thèse de doctorat. Institut polytechnique de Lorraine. 1996

ANNEXES

Annexe I : Méthodes d'analyses

A. Mesure de la demande biochimique en oxygène (DBO₅)

Méthode : Méthode instrumentale WTW.

Matériel

- flacons OxiTop de la marque WTW ;
- support pour les flacons comportant un système pour l'agitation magnétique ;
- barreaux aimantés.

Réactifs

- pastilles de soude ;
- solution d'allyl thio-urée à 2 g/L ;
- solution concentrée de nutriments.

Mode opératoire

- laver soigneusement les flacons avec du mélange sulfochromique ;
- les rincer abondamment à l'eau distillée et les mettre à sécher dans l'étuve à 105°C
- introduire le volume exact de l'échantillon à analyser dans le flacon selon les plages de mesure indiquées dans le tableau ci-dessous ;
- ajouter 1 mL de la solution d'allyl thio-urée par litre d'échantillon ;
- pour les échantillons prélevés en amont de l'installation, ajouter une goutte de boues activées et une goutte de la solution concentrée de nutriments ;
- introduire un barreau aimanté propre dans le flacon ;
- déposer deux pastilles de soude dans le godet en plastique prévu à cet effet et le placer sur le goulot du flacon ;
- bien visser le bouchon sur le flacon ;
- remettre le compteur à zéro ;
- mettre le flacon dans l'incubateur à $20 \pm 1^\circ\text{C}$;
- s'assurer que l'agitation a bien lieu ;
- laisser incuber pendant 5 jours ;

lecture

Après 5 jours, lire les résultats affichés sur le bouchon.

La DBO₅ en mg/L, correspond à la valeur du cinquième jour, multipliée par le facteur F donné dans le tableau suivant :

Plage de mesure	Volume d'échantillon (mL)	Facteur F
0 - 40	432	1
0 - 80	365	2
0 - 200	250	5
0 - 400	164	10
0 - 800	97	20
0 - 2000	43,5	50
0 - 4000	22,7	100

B. Mesure de la demande chimique en oxygène (DCO)

Méthode : Méthode instrumentale WTW.

Matériel

- réacteur ;
- photomètre ;

Réactifs

- eau distillée ;
- éprouvettes de réactifs pour des mesures de 0 à 160 mg/L de DCO ;
- éprouvettes de réactifs pour des mesures de 0 à 1500 mg/L de DCO ;

Mode opératoire

- mettre en marche le réacteur à DCO ;
- filtrer l'échantillon ;
- prélever 2 mL et les introduire dans l'éprouvette adéquate ;
- mélanger le contenu de l'éprouvette scellée et la placer dans le réacteur ;
- régler la minuterie sur 120 min. ;
- à la fin de la réaction, sortir l'éprouvette du réacteur et la laisser refroidir dans l'obscurité ;
- bien agiter l'éprouvette après 10 min. et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante ;

lecture

- mettre en marche le photomètre et le régler sur le programme de mesure de la DCO ;
- régler la longueur d'onde à la valeur correspondant à la plage de mesure choisie ;
- introduire une éprouvette contenant de l'eau distillée pour la mesure du blanc.
- introduire l'éprouvette contenant l'échantillon à analyser. La valeur de la DCO est affichée directement en mg/L ;
- en cas de dépassement de l'échelle, refaire l'analyse en changeant la plage de mesure ou en diluant l'échantillon ;

C. Mesure de la concentration de l'azote ammoniacal et des nitrates (NO_3^- et NH_4^+)

Méthode : Méthode ionométrique.

Matériel

- électrodes spécifiques à l'ammonium et aux nitrates de marque Mettler Toledo avec une précision de $\pm 2\%$;
domaine de mesure :
 - o de 18×10^{-6} à 18 g/L pour l'électrode spécifique à l'ammonium.
 - o de 62×10^{-5} à 62 g/L pour l'électrode spécifique aux nitrates.
- électrode de référence avec système de référence à Ag/AgCl ;
- ionomètre de marque CRISON, modèle MICRO pH 2002 ;
- bain-marie équipé d'une plaque magnétique pour l'agitation.

Solutions nécessaires

- eau distillée ;
- solution de sulfate d'aluminium ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) à 600 g/L, utilisée pour ajuster la force ionique ;
- solution standard d'ammoniums à 0,1 g/L ;
- solution standard de nitrates à 0,1 g/L ;
- solutions étalons d'ammonium et de nitrates.

Etablissement de la courbe d'étalonnage

Déterminer le potentiel correspondant à chacune des solutions constituant les deux séries de solutions étalons. Le potentiel est mesuré en plongeant l'électrode spécifique et l'électrode de référence dans la solution placée dans un bain-marie sous agitation magnétique. A 20°C, noter la valeur du potentiel à l'équilibre en mV.

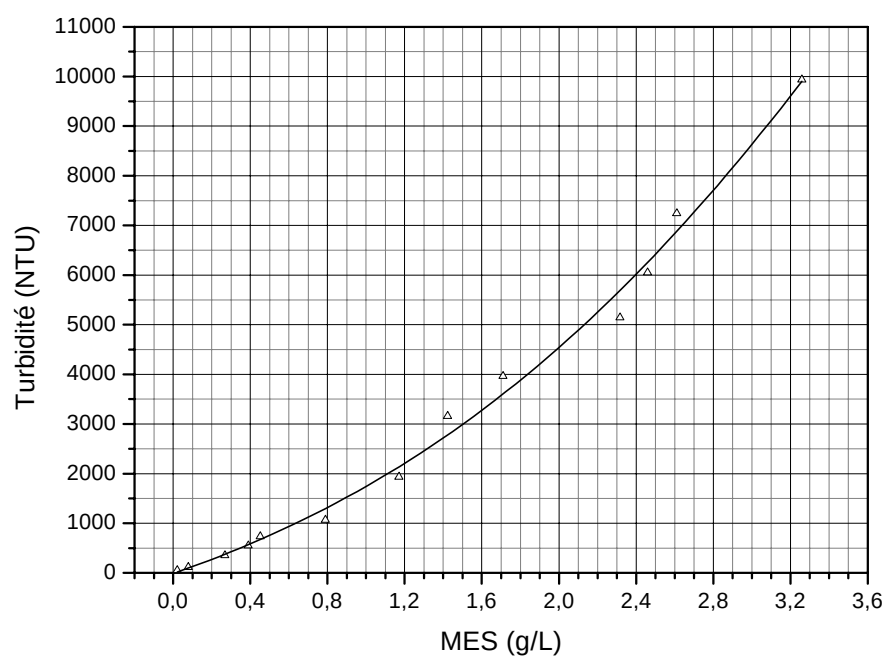
Avant la mesure, 2 mL/L de la solution de sulfate d'aluminium sont rajoutés à chaque solution étalon

Tracer les deux courbes d'étalonnage donnant la concentration en fonction du potentiel.

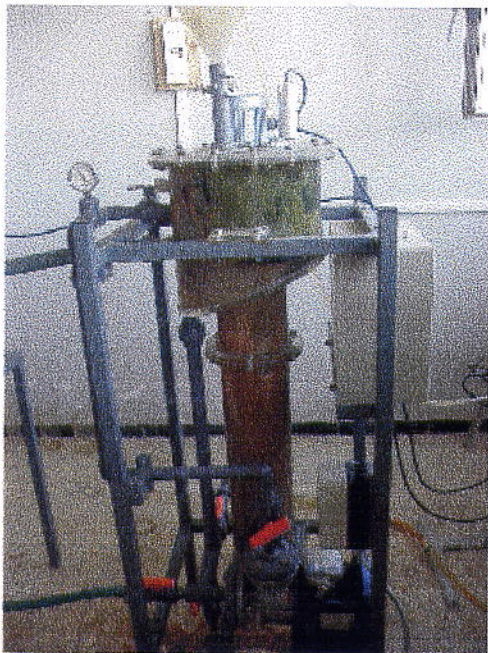
Mesure

Procéder de la même manière que pour les solutions étalons. Les concentrations en mg/L sont déterminées sur les courbes d'étalonnage

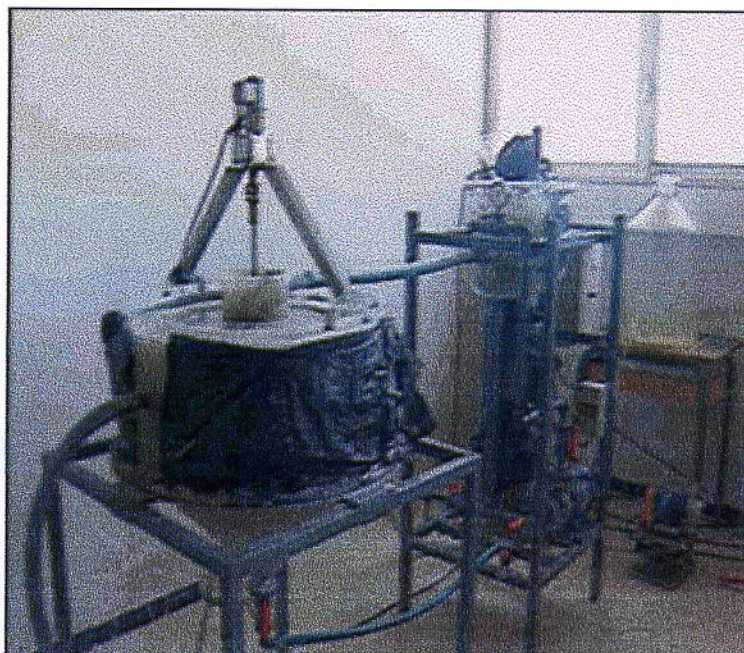
Annexe II : Courbe de variation de la turbidité en fonction des MES



Annexe III : Photos du HCR



HCR, pilote de laboratoire de 15 L



Installation pilote complète



HCR de 250 m³ [16]