الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE وزارة التعليم العالى والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03

FACULTE DE GENIE DES PROCEDES

DEPARTEMENT DE GENIE D'ENVIRONNEMENT

THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat Es-Science

En Génie des Procèdes

Option : Génie Environnement

Etude et Modélisation des Dysfonctionnements dans

les Systèmes D'épuration Biologique

Par

MADAME ZAMOUCHE RANIA

EPOUSE ZERDAZI

Prof

Prof

Prof

Prof

Prof

MCA

MCA

Devant la commission d'examen :

M^r A-H MENIAI M^r M.BENCHEIKH LE HOCINE M^r S.NACEF M^{me} G.NEZZAL M^r T.BOUCHAMI M^{me} S.ARRIS M^{me} N.OUTILI U. Constantine 3 U. Constantine 3 U. Sétif 1 U. Alger U. Annaba U. Constantine 3 U. Constantine 3 Président Directeur Examinateur Examinateur Examinateur Examinateur Invité

2016-2017



الحمد لله و الصلاة و السلام على رسول الله

بأصدق المشاعر و ابأشد الكلمات الطيبة النابغة من قلبي اقدم شكري وامتناني لمن كانوا سببا في استمرار و استكمال مسيرة حياتي , امن وقفوا معي بأشد الظروف و من حفزوني على المثابرة الاستمرار و عدم اليأس.

اليك يا ابي اهدي ثمرة نجاحي , لو كنت بيننا لكنت حاملا لسيجارة في يد و لعلبة شكولاطة في اليد الاخرى , تنتظر انتهائي لتضمني بين ذراعيك و تسمعني اعطر التهائي , لكن هيهات هيهات.

كنت يا ابي نبع العطاء مكافحا لأجلنا , مناضلا لإسعادنا , زرعت البذور و ها أنت تجني الثمار سأكون ماحييت صدقة جارية تدعوا لك ولكن الحمد لله قد حبانى الله بالكثير من الأحبة.

اليك يا أمي الحبيبة , اليك يا هبة الرحمان يا من جهدت و ضحيت لأجلي ومازلت, تحملت الألم حتى اشفى و كتمت الأحزان حتى أ سعد و رقت عظامك حتى أ قوى و كنت و مازلت شمعة تنيرين دربي و درب اخوتي وأخواتي.

اليك يا حبيبة قلبي و أغلى ما في وجودي أهدي نجاحي.

اليك يا شريك حياتي نصفي الأخر لكن في جسد أخر يا من منحني الثقة و الارادة , ما أ ذكر مرحلة في انجا ز مذكرتي إلا و كنت فيها العائن و الرفيق , سامحني ان اقتطعت من وقتك أو قصرت في واجباتي نحوك بكل الحب أهديك نجاحي.

اليك يا أستاذي , اليك كل التبجيل و التوقير يا من صنعت مجدي يا من صقلت علمي و معرفتي يا من كنت المنهل و المرشد . كل كلمات الشكر و العرفان لم توفيك حقك, شكرا يا أستاذي.

عجزت الكلمات ان تعبر عن حبي و امتناني لإخوة و أخوات قد بادلوني الحب و التقدير مدى حياتي , الى أخي الأكبر الذي كان و مزال قدوتي , الى الآخرين اللذين ما اعتبرتهم يوما إلا ابنائي و بناتي . اليكم يا هدية الخالق في الوجود أهدي نجاحي.

صديقاتي الرائعات رسالة شكرا و امتنان أطيرها لكم لوقوفكم بجانبي, فلو غبتم عن ناظري يوما فأنتم في القلب دوما وأخص بالذكر صديقتي شهرزاد التي لا أذكر موقف إلا كانت بجانبي وكانت خير عون و سند و ناصح.

> الى من كان لها الفضل في الكثير من المعارف التي اكتسبتها صديقتي وداد. الى جميع أساتذتي وعلى رأسهم عميد الكلية الأستاذ منيعي عبدالسلام. الى جميع طلبتي , لقد كان لي الشرف ان كنت مشرفتكم وأستاذتكم. الى عائلة زوجي دون استثناء.

لو أوتيت كل البلاغة وأفنيت بحر النطق في النضم و النثر لما عبرت عن سعادتي لوجودكم في حياتي, ما ذقت حلاوة الدنيا إلا بوجودكم , بناتي أجمل هدية حبا ني الله بها , اليكن يا حبيباتي أهدي نجاحي و أدعو الله أن تكونن ثمرة صالحة في هته الدنيا.

اليكم جميعا أهدي نجاحي

على نعم ماكنتُ قط لها أهلا

إلهي لك الحمد الذي أنت أهله

متى ازددت تقصيراً تزدني تفضلا كأني بالتقصير أستوجبُ الفضلا

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de l'Ingénierie des Procédés de L'Environnement, Faculté de Génie des Procédés, Université Salah Boubnider, Constantine3. C'est est le fruit de plusieurs années de recherche, en effet je n'aurai jamais pu le réaliser sans le soutien, l'appui et la contribution de plusieurs personnes, qui m'ont prodigué maints conseils, aides et encouragements.

En premier lieu, je tiens à exprimer mes chaleureux remerciements à mon directeur de thèse Monsieur BENCHEIKH LEHOCINE MOSSAAB, Professeur à l'université de Constantine 3, pour sa disponibilité, sa patience lorsque j'étais très occupée et emportée par la vie, ses encouragements lorsqu'il le fallait et son appui permanent tout au long de la réalisation de ce travail. Il m'a fait profiter de son expérience, de sa rigueur et de ses qualités scientifiques. Ses conseils avisés et infinis, m'ont était très utiles, à tenir aux moments difficiles, à approfondir mes connaissances, à apprécier et aimer le domaine de recherche de traitement biologique des eaux et surtout à gagner confiance en soi. Ce fut un très grand plaisir de travailler sous sa direction, qu'il trouve ici l'expression de ma plus profonde gratitude et de mon appréciation pour sa grande valeur scientifique et ses qualités humaines.

J'adresse également mes remerciements à Monsieur MENIAI ABDESALEM HACENE, Professeur à l'université de Constantine 3, de m'avoir fait l'honneur en acceptant d'être président de jury de soutenance, je le remercie infiniment pour son implication dans cette thèse et pour ses remarques pertinentes, qui m'ont été à plusieurs reprises d'un grand secours, sans sa collaboration ce travail n'aurait pu aboutir, merci également pour les encouragements, le soutien moral, et la confiance renouvelée qu'il m'a toujours accordé durant tout mon parcours professionnel.

J'exprime mes plus vifs remerciements à :

- *M^{me} G. NEZZAL*, Professeur à l'université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, USTHB, Alger
- M^r S. NACEF, Professeur à l'université de Ferhat Abbas, Sétif
- *M^r T. BOUCHAMI*, Professeur à l'université de Badji Mokhtar, Annaba
- *M^{me} S.ARRIS*, Maitre de Conférences à l'université de Salah Boubnider, Constantine

M^{me} N.OUTILI, Maitre de Conférences à l'université de Salah Boubnider, Constantine

Qui ont accepté de siéger au jury de soutenance et de consacrer leur temps à l'examen de cette thèse.

J'ai une pensée pleine de reconnaissance à M^{me} *EMINE ÇOKGÖR* Professeur à l'Université Technique d'Istanbul, pour son accueil aimable au sein de son laboratoire. Je la remercie également pour son aide précieuse qui m'a permis de bien situer mes connaissances et d'en fixer d'autres, malgré la courte durée du séjour au laboratoire. Je ne saurai oublier ses doctorants en particulier M^{me} NILAY SAYI UÇAR, pour son aide précieuse, son jolie sourire et le temps qu'elle m'a consacré afin d'achever mes expériences.

Toute ma reconnaissance va également aux ingénieurs et aux techniciens de la faculté de Génie des Procédés, pour leurs participations techniques très fructueuses, en particulier l'ingénieur principal M^{me} FATIT SOUHEILA,

Mes remerciements iront tout particulièrement aux équipes des deux stations : la station d'*IBN ZIAD*, Constantine et celle de *CHELGHOUM LAID*, Mila, Responsables, Ingénieurs, Techniciens et Manipulateurs pour leurs accueils et leurs disponibilités à tout moment nécessaire.

Mes remerciements s'adressent également à tous mes étudiants de Master qui ont participé à l'élaboration de certaines parties de cette thèse avec beaucoup de compétence et de dynamisme. Ainsi que tous les doctorants du laboratoire LIPE, en particulier M^{elle} BOUTRAA MERIEM, M^r SAKHRAOUI MAHFOUD, M^{elle} REBAHI AMEL et M^{elle} ACHOURI WAFA, pour le climat d'échange très sympathique et très bénéfique instauré au laboratoire.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont conseillé et encouragé chaleureusement et particulièrement mes amies et collègues : *Dr. BELLIR KARIMA* et *Dr. LARKECHE OUASSILA*.

Mon entourage m'a été d'un grand appui dans la réalisation de cette thèse, Merci à tous !

SOMMAIRE DES CHAPITRES

Sommaire

Nomenclature

Introduction Générale

– Chapitre I –

I. Introduction 1 II.Les stations locales étudiées 3 II.1. La station d'IBN ZIAD, Constantine. 4 II.1.1.Fonctionnement de la station 4 II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 5 II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP. 7 II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila 11 II.2.1.Fonctionnement de la station 11 II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 11 II.2.1.Fonctionnement de la station 12 III. Objectifs 14		
II.Les stations locales étudiées 3 II.1. La station d'IBN ZIAD, Constantine. 4 II.1. La station d'IBN ZIAD, Constantine. 4 II.1.1.Fonctionnement de la station 4 II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 5 II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP. 7 II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila 11 II.2.1.Fonctionnement de la station 11 II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 12 III. Objectifs. 14	I. Introduction	1
II.1. La station d'IBN ZIAD, Constantine	II.Les stations locales étudiées	3
II.1.1.Fonctionnement de la station 4 II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 5 II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP 7 II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila 11 II.2.1.Fonctionnement de la station 11 II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 12 III. Objectifs 14	II.1. La station d'IBN ZIAD, Constantine	4
II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station 5 II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP	II.1.1.Fonctionnement de la station	4
II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP	II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station	5
II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila	II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP	7
II.2.1.Fonctionnement de la station	II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila	. 11
II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station	II.2.1.Fonctionnement de la station	. 11
III. Objectifs	II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station	. 12
	III. Objectifs	. 14

– Chapitre II –

I.Introduction
II. Les procédés d'épuration à boues activées 19
III.Caractéristiques macroscopiques et microscopiques des flocs de boues activées 20
IV.Les microorganismes et la microfaune des boues activées 22
IV.1.Les bactéries
IV.2.La microfaune
V.Les phénomènes d'épuration adoptés par les microorganismes dans les chaines biologiques 25
VI.Mécanisme de formation des flocs biologiques
VII.Origine et rôle des polymères exo cellulaires (PEC) 28
VIII.Composition de la charge organique des eaux usées
IX.Mécanisme de dégradation de la pollution organique32
IX.1. Le transport externe de la matière organique
IX.2. Adsorption des composés organiques par les agrégats bactériens
IX.3 . Hydrolyse de la matière organique par les enzymes extracellulaires
IX.4. La perméation et le transfert interne des composés et des produits d'hydrolyse 35

IX.5. La dégradation des composés organiques (anabolisme et catabolisme)	36
La dégradation aérobie de la pollution carbonée	36
La dégradation aérobie de la pollution azotée	36
La dégradation anoxie de la pollution azotée	38
La dégradation aérobie de la pollution phosphorée	38
X.Modélisation des procédés de traitement biologique	39
X.1.Objectifs et intérêts de la modélisation et de la simulation	39
X.2.Historique de la modélisation	40
X.3.Développement des modèles des réacteurs biologiques	40
X.3.1.Le modèle ASM1	40
X.3.2.Le modèle Activated Sludge Model N°2 (ASM2)	48
X.3.3.Le modèle Activated Sludge Model N°3 (ASM3)	.49

Chapitre III

I.Introduction
II.Type de croissance dans les bassins biologiques
• La croissance Dispersée
La croissance Floculée63
• La croissance Filamenteuse
III.Les paramètres caractérisant les édifices biologiques
IV.Les paramètres utilisés pour diagnostiquer les dysfonctionnements dans la présente étude
IV.1.Examens microscopiques
IV.2.Turbidité du surnageant67
IV.3. Indice du Molhman (IM) / Indice de Boue (IB)68
IV.4. Le Temps de Succion Capillaire (CST) 69
V.Typologies des problèmes biologiques74
V.1.Les dysfonctionnements non biologiques74
V.1.1. Le floc léger « en tête d'épingle »74
V.1.2. La défloculation75
V.1.3.Les mousses de démarrage75
V.1.4.Les mousses de tensioactifs76
V.1.5. Les matières flottantes77

Chapitre IV –

I.Introduction1	108
Partie 01 : La respirométrie principe et base	100
II. La respirometrie	109
III. Evolution des techniques respirométriques au cours des années1	110
IV- Les différentes applications des méthodes respirométriques1	112
Les tests de biodégradabilité1	L13
• L'estimation des coefficients de transfert d'oxygène dans les bassins d'aération 1	113
• La gestion de la toxicité1	114
• Le suivi de la nitrification	114
• La Caractérisation des influents des stations d'épuration 1	114
La Détermination des constantes bio-cinétiques1	L15
• La caractérisation de la biomasse 1	L16
• Le suivi de la minéralisation des boues dans les lits de séchage 1	L16
• Le suivi du traitement du foisonnement par la chloration1	116
V. La mise en œuvre expérimentale de la respirométrie liquide1	L17
V.1.Respirométrie en aérobiose1	L17
V.1.1.Respiromètre (LSF) (statique gaz, alimentation continue en liquide) 1	L17
V.1.2.Respiromètre (LSS) (statique gaz, statique liquide)1	L18
V.1.3.Respiromètre (LFS) (injection continue du gaz, statique liquide)1	119

V.1.4.Respiromètre (LFF) (injection continue du gaz, alimentation continue en liquide)
V.2.Respirométrie en anoxie
VI. La technique réspirométrique établie pour la présente étude
VI.1. Bilans massiques régissant la détermination de la respiration totale et la respiration exogène
VI.2. Protocole opératoire pour la détermination de la respiration totale et la respiration exogène
VI.3. Protocole opératoire pour la détermination de la respiration endogène et du coefficient du transfert d'oxygène
VI.4.Interprétation des données respirométriques124
VI.4.1.Interprétation des réponses respirométriques selon le modèle ASM1 125
VI.4.2.Interprétation des réponses respirométriques selon le modèle ASM3 126
VI.5. La détermination des paramètres biocinétiques des processus des hétérotrophes en condition aérobie en utilisant les techniques respirométriques et la vision du modèle ASM1
VI.5.1. Détermination des paramètres caractérisant une réponse respirométrique
VI.5.2. Détermination du rendement cellulaire des hétérotrophes (Y_H) 129
VI.5.3. Détermination du taux de croissance maximal des hétérotrophes μ_{mH} . 130
VI.5.4. Détermination des taux de décroissance des hétérotrophes b _H 132
VI.5.5.Constante de demi-saturation des hétérotrophes K _s
VI.5.6.Détermination des taux d'hydrolyse k_h et K_X
VI.5.5.Estimation de l'inhibition et la toxicité
Partie 2 : Matériels et Méthodes d'analyse, Méthodologie et conditions opératoires des tests

respirométriques

VIII.Prin	cipe et Présentation du respiromètre construit au laboratoire	134
•	Le type des réacteurs	135
•	La température	135
•	L'aération	136
•	Agitation	137
•	Acquisition des données	138
•	Détermination de la concentration de saturation de l'oxygène dissous dans la liqueur mi	xte . 139
IX.Les in	ocula utilisés	140
	IX.1.Caractérisation microscopique et macroscopique des inocula utilisés	. 141

IX.1.1.Caractérisation macroscopique des liqueurs mixtes utilisées
IX.1.2.Caractérisation microscopique des liqueurs utilisées 144
IX.2.Préparation de l'inoculum
X.Le Choix des inhibiteurs
X.1.Inhibition des autotrophes
X.2.Inhibition des prédateurs152
XI.Le choix et le mode de détermination du rapport S_0/X_0 dans les études respirométrique 155
XII. Choix des substrats synthétiques 157
XII.1.Le choix de la source de carbone et d'azote157
XII.2.Le choix du rapport DCO/N appliqué dans les études respirométriques 159
• Effet des doses décroissantes en N (inoculum (ES1))160
• Effet des doses croissantes en N (inoculum (ES1)) 161
• Effet des doses croissantes en N (inoculum (ES2)) 162
XII.3. Le choix des concentrations des substrats synthétiques164
XIII. Conclusions

Chapitre V _____

_

I.Introduction1	.79
Partie 1 : Déroulement des essais respirométriques	
II-Réponse respirométrique après injection du substrat synthétique1	.80
II.1.Difficultés rencontrés lors de la détermination de l'OURend et du K_La 1	.81
II.2. Effet de l'OURend et du K _L a sur l'estimation des paramètres spécifiques du respirogramme	.85
II. 3. Effet de l'OURend et du K_La sur l'estimation de $Y_{O/s}$ et Y_H 1	.87
III. Réponses respirométriques pour différents rapports initiaux (S ₀ /X ₀)1	.89
IV. Détermination du taux de dépérissement et de la concentration de la biomasse hétérotrophe activ (inoculum ES1)1	ve .92
V. Etude comparative de l'activité respiratoire des inocula <i>ES1</i> et <i>ES2</i> 1	.93
VI. Déroulement des tests respirométriques pour une eau usée urbaine 1	.95
Partie2 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la première approche : identification du	ļ
phénomène de défloculation	
VII. Les effluents non conformes 1	.97

VII.1.1 Méthodologie expérimentale établie	198
VII.1.2. Présentations et interprétations des résultats obtenus	199
VII.2. Effet du déversement des effluents riches en sel	202
VII.2.1.Méthodologie expérimentale établie	204
VII.2.2. Présentations et interprétations des résultats obtenus	204
VIII. Effet du stress d'aération	220
VIII.1.Méthodologie expérimentale établie	223
VIII.2.Etablissement des conditions opératoires	223
VIII.3. Présentations et interprétations des résultats obtenus	224
VIII.3. 1.Effets sur l'activité microbienne	224
VIII.3. 2.Effets sur la floculation microbienne	228

Partie3 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la deuxième Approche, identification du phénomène de défloculation

IX. Effet du déversement des effluents riches en sel (approche 2)	230
IX.1. Méthodologie expérimentale établie	230
IX.2.Description du micro pilote	231
IX.3.Mesure respirométrique	231
IX.4.Inhibiteur de nitrification	232
IX.5.Présentation et discussion des résultats	233
IX.5.1.L'expérimentation de référence	233
IX.5.2. Effet du stress salin sur l'activité microbienne (ES3)	237
IX.5.3.Effet du stress salin sur la défloculation des agrégats (ES3)	239
X. Modélisation des effets des dysfonctionnements	240
XI. Conclusions	241

– Chapitre VI –

I-Introduction		
Dents 1. In station with the second	The second se	I Construction and

Partie 1 : la station pilote, conditions opératoires et paramètres de fonctionnement

II-Description de la station pilote des boues activées utilisée MP43	252
III. Etudes préliminaires et fonctionnement de la station pilote	255
III.1. Etude hydrodynamique	255
III.1.1 La distribution des temps de séjour	255

III.1.2.Distributions des temps de séjour dans les réacteurs idéaux 260
III.1.3.Interprétation hydrodynamique des mesures de DTS
III.1.4.Méthodologie expérimentale établie
III.1.5. Résultats et discussions
III.1.6.Conclusions
Partie 2 : Etude expérimentale des dysfonctionnements dans la station pilote MP43
IV-La mise en route des expérimentations avec le substrat synthétique
IV.1. Caractéristiques du substrat synthétique brut utilisé
• Comportement du substrat brut à la lexiviation
IV.2.Test préliminaire de biodégradabilité 278
IV.3.Etape d'adaptation
• Suivi de l'activité respiratoire lors de l'étape d'adaptation
• Etat de floculation
IV.4. Activité des hétérotrophes et des autotrophes
IV.5.Traitement du substrat synthétique S22 dans la station pilote MP43 283
IV.5.1.Démarrage du traitement dans la station pilote et conditions opératoires fixées
IV.5.2.Suivie du traitement, de l'activité microbienne et de l'état de floculation
IV.6.Effets d'un arrêt général de l'alimentation électrique
IV.6.1.Effets du dysfonctionnement sur l'activité microbienne
IV.6.2.Effets du dysfonctionnement sur le rendement épuratoire
IV.6.3.Effets du dysfonctionnement sur l'état de floculation
IV.7. Conclusions

Conclusion Générale

Annexes

NOMENCLATURE

- Caractéristiques des mesures Respirométriques

AUR	Azote Uptake Rate (mg de $NH_4.L.min^{-1}$)
NUR	Nitrate Uptake Rate (mg de NO ₃ .L.min ⁻¹)
OUR	Oxygen Uptake Rate (mg d'O ₂ .L.min ⁻¹)
OUR _T	Taux de respiration total (mg. L^{-1} . h^{-1})
OUR _{TH}	Taux de respiration total des hétérotrophes (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OUR _{TA}	Taux de respiration total des autotrophes (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OURexo	Taux de respiration exogène (mg. L^{-1} . h^{-1})
OURexo _A	Taux de respiration exogène des autotrophes (mg. L^{-1} . h^{-1})
OURexo _H	Taux de respiration exogène des hétérotrophes ((mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OURend	Taux de respiration endogène (mg. $L^{-1}.h^{-1}$)
OURend _A	Taux de respiration endogène des autotrophes (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OURcrois _{XSTO}	Taux de respiration correspondant à la croissance sur les produits de stockage
	$(mg. L^{-1}.h^{-1})$
OURresp _{XSTO}	Taux de respiration sur les produits de stockage (mg. L^{-1} . h^{-1})
OUR _{max1}	La première valeur de la respiration maximale atteinte (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OURend _H	Taux de respiration endogène des hétérotrophes (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
OURsto	Taux de respiration correspondant à la phase de stockage (mg. L ⁻¹ .h ⁻¹)
K _L a	Coefficient de transfert d'oxygène (h ⁻¹)
LSF	Respiromètre (statique gaz, alimentation continue en liquide)
LSS	Respiromètre (statique gaz, statique liquide)
LFS	Respiromètre (injection continue du gaz, statique liquide)
LFF	Respiromètre (injection continue du gaz, alimentation continue en liquide)
So	Concentration de l'oxygène dissous dans la phase liquide (mg. L ⁻¹)
S _{Oe}	Concentration de l'oxygène dissous à l'entrée du respiromètre (mg. L ⁻¹)
S _{OS}	Concentration de l'oxygène dissous à la saturation (mg. L ⁻¹)
S _{end}	Concentration de l'oxygène dissous à l'endogène (mg. L ⁻¹)
VL	Volume de la phase liquide dans le Respiromètre (L)
Vww	le volume de l'eau usée synthétique injecté dans le Respiromètre (L)
Vml	le volume de la liqueur mixte dans injecté le Respiromètre (L)

Xv	Concentration de la liqueur mixte dans le Respiromètre (mg MVS.L ⁻¹)
Qe/Qs	Débit du liquide à l'entrée et à la sortie du Respiromètre respectivement (L.h ⁻¹)
QT	La quantité d'oxygène consommée par les microorganismes (mg d'O ₂ . L ⁻¹)
QTA	La quantité d'oxygène consommée par les autotrophes (mg d'O ₂ . L ⁻¹)
Q _{TH}	La quantité d'oxygène consommée par les hétérotrophes (mg d' $O_2 L^{-1}$)
Р	Pourcentage de réduction des pentes des pics respirométriques (%)
R _T	Pourcentage de réduction de la quantité d'oxygène totale consommée (%)
R _{TA}	Pourcentage de réduction de la quantité d'oxygène consommée par les autotrophes
	(%)
R _{TH}	Pourcentage de réduction de la quantité d'oxygène consommée par les
	hétérotrophes(%)
R _{end}	Pourcentage de réduction de la respiration endogène (%)
R _{exo}	Pourcentage de réduction de la quantité d'oxygène exogène totale consommée (%)
R _R	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'OURend(%)
R _K	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée de K _L a(%)
R _M	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'OURexo
	max _H (%)
R _Q	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée de Q _{TH} (%)
Ro	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'Yo/s (%)
R _H	Pourcentage de réduction par rapport à la première valeur déterminée d' $Y_H(\%)$
Tr	Le temps de dégradation du substrat injecté dans le respiromètre (min)
Trmax	Le temps pour atteindre la respiration maximale (min)
ODin	Concentration de l'oxygène dissous dans l'échantillon entrant dans la cellule
	respirométrique (mg. L ⁻¹)
ODout	Concentration de l'oxygène dissous dans l'échantillon sortant de la cellule
	respirométrique (mg. L ⁻¹)

Caractéristiques de mesures hydrodynamiques dans les réacteurs

DTS	Distribution de temps de séjour
μn	Le moment d'ordre n
μ1	Temps de séjour calculé (min)
μ2	Moment centré d'ordre 2
τ	Temps de séjour hydraulique dans le réacteur ou temps de passage (min)
$\overline{\tau_s}$	Temps de séjour moyen (min)
σ	L'écart-type.

σ^2	Variance de la distribution des temps de séjour
n ₀	Nombre de moles du traceur injecté
Vr	Volume du réacteur (L)
VA	Volume interne accessible au fluide (L)
V _m	Volume mort (L)
Qc	Le débit de court-circuit (L.h ⁻¹)
QL	Le débit du fluide (L.h ⁻¹)
QG	Le débit d'aération (L.h ⁻¹)
V _{AG}	Vitesse d'agitation (tr.min ⁻¹)

Caractéristiques des modèles mathématiques ASM

ASM1	Activated Sludge Model 1
ASM2	Activated Sludge Model 2
ASM3	Activated Sludge Model 3
fp	Fraction de biomasse menant aux produits particulaires
fcv	Facteur de conversion de la concentration des MVS d'une boue en DCO_T
fav	La fraction de la biomasse active dans la liqueur mixte injectée
$\eta_{ m g}$	Facteur de correction pour μ_H sous conditions anoxiques
$\eta_{\rm h}$	Facteur de correction de l'hydrolyse sous conditions anoxiques
ixb	Masse d'azote par masse de DCO dans la biomasse
ixp	Masse d'azote par masse de DCO dans les produits de la biomasse
ka	Taux d'ammonification
k _H	Taux maximum spécifique d'hydrolyse
K _{NH}	Constante de demi-saturation de l'ammoniaque pour la biomasse autotrophe
K _{NO}	Constante de demi-saturation de nitrate pour dénitrifier la biomasse hétérotrophe
KOA	Constante de demi-saturation de l'oxygène pour la biomasse autotrophe
Кон	Constante de demi-saturation de l'oxygène pour la biomasse hétérotrophe
K _S	Constante de demi-saturation de la biomasse hétérotrophe
K _X	Constante de demi-saturation de l'hydrolyse du substrat lentement biodégradable
μ _A	Taux spécifique de croissance de la biomasse autotrophe (J^{-1})
$\mu_{\rm H}$	Taux spécifique de croissance de la biomasse hétérotrophe (J ⁻¹)
μ_{max}	Taux maximal de croissance (J^{-1})
Si	Concentration en DCO soluble inerte (mgDCO L^{-1})
S _{ND}	Concentration d'azote organique biodégradable soluble (mgNL ⁻¹)
So	Concentration en oxygène dissous (mgO_2L^{-1})
S _{NH}	Concentration d'azote ammoniacal soluble (mgNL ⁻¹)
S _{NI}	Concentration d'azote inerte organique soluble $(mgNL^{-1})$
S _{NO}	Concentration d'azote nitrate soluble (mgNL ⁻¹)
S _{ALK}	Concentration en alcalinité
b _H	Coefficient de mortalité de la biomasse hétérotrophe (j ⁻¹)
b _a	Coefficient de mortalité de la biomasse autotrophe (j ⁻¹)
Y _{O/S}	Taux de consummation d'oxygène (mgO ₂ /mgDCO)
Y _H	Taux de conversion des hétérotrophes en condition aérée (mgMVS /mgDCO)
Y _A	Taux de conversion des autotrophes (mgMVS/mgN)
Y _{AI}	Taux de conversion des nitrosomonas (mgMVS/mgN)
Y _{AA}	Taux de conversion des Nitrobacters (mgMVS /mgN)
Y _{NH}	Taux de conversion des hétérotrophes en condition anoxie (mgMVS /mgDCO)

X _{BA}	Concentration de biomasse autotrophe (mg MVS.L ⁻¹)
X _{BH}	Concentration de biomasse hétérotrophe (mg MVS.L ⁻¹)
Xi	Concentration de la matière en suspension organique inerte (mg MVS.L ⁻¹)
X _{ND}	Concentration de l'azote organique lentement biodégradable (mg MVS.L ⁻¹)
X _{NI}	Concentration de l'azote organique particulaire inerte (mg MVS.L ⁻¹)
Хр	Concentration de la matière issue de la décomposition de la biomasse (mg MVS.L ⁻¹)
Xs	Concentration de la matière organique lentement biodégradable (mg MVS.L ⁻¹)

Caractéristiques de fonctionnement de la station pilote

θ	Temps de rétention hydraulique
Cm	Charge massique (kg DBO/kg MES.J)
R	Taux de recyclage
RC	Le rendement épuratoire par rapport à la DCO (%)
RMES	Le rendement épuratoire par rapport à les MES (%)
RMVS	Le rendement épuratoire par rapport à les MVS (%)
RNK	Le rendement épuratoire par rapport à NK (%)

ATP	Adénosine Tri Phosphate
ATU	AllyThioUrée
CE ₅₀ /CE ₂₀ /	la concentration des inhibiteurs qui produit 50%, 20% et 10% d'inhibition du taux
CE ₁₀	de consommation d'oxygène par rapport à l'échantillon témoin. (mg. L ⁻¹)
CST	Temps de Succion Capillaire (s)
СОТ	Carbone Organique Total (mg. L^{-1})
DBO ₅	D emande B iologique en O xygène (mg. L^{-1})
DCO _T	D emande Chimique en Oxygène Totale (mg. L^{-1})
DCO _S	D emande Chimique en Oxygène Soluble (mg. L ⁻¹)
Eq-Hab	Equivalent Habitant
ERU	Eaux Résiduaires Urbaines
IAWQ	International Association of Water Quality
IB (SVI)	Indice de Boue
IF	Indice Filamenteux
IM	Indice du Molhman
MES	Matière En Suspension (mg. L^{-1})
MVS	Matière Volatile en Suspension (mg. L^{-1})
MM	Matière Minérale en Suspension (mg. L^{-1})
NTU	Nephlometric Turbidity Units
OD	Oxygène Dissous (mg. L^{-1})
PEC	Polymères Exo Cellulaires
STEP	STation d'Epuration
SI	Indice de mousse (Scum Index)
ТСМР	le 2-Chloro-6-TriChloroMethyl) Pyridine

Autres

﴿ وَقُلْ اعْمَلُوا فَسَتَيْرَى اللَّهُ عَمَلَكُمْ وَرَسُولُهُ وَالْمُؤْمِنُونَ ﴾ [سورة التوية: 105]

Introduction Générale

Le traitement des eaux usées occupe une place très importante dans la gestion de l'eau et la protection de l'environnement, en général, et particulièrement pour l'Algérie, de par son climat aride à semi-aride pour la plus part du territoire, à l'exception de la petite bande nord, de type méditerranéen.

Cette situation a fait que l'eau est rare et très précieuse. De plus, la grande majorité des ouvrages de mobilisation des eaux naturelles de surface (barrages de capacités moyennes), destinés à la production d'eau potable et à l'eau d'irrigation, sont situés sur cette petite bande fertile et relativement assez bien arrosée, qui, fâcheusement, est très peuplée. Cette situation a rendu ces ouvrages de mobilisation très exposés à la pollution, de par, entre autres raisons, la forte densité de population qui génère des volumes importants d'eau usée qui sont déversés dans les cours d'eau après traitement, heureusement, pour la plus part des grandes agglomérations dépassant les **50 000 Eq-Hab** et celles déversant directement dans des affluents importants ou tout près des barrages.

En effet, l'Algérie a consenti un budget colossal à la construction de stations d'épuration, en vue de préserver la santé publique, protéger les ressources en eau naturelles et, éventuellement, réutiliser les eaux usées traitées. Par conséquent la position des stations d'épuration dans l'articulation du système est unique et n'admet pas de contournement possible à part accepter le fait de déverser des eaux usées brutes ou mal traitées dans le milieu récepteur, avec toutes les conséquences néfastes et parfois catastrophiques qui en résulteraient.

Cette situation a fait que nous envisagions l'étude du problème des dysfonctionnements des stations d'épuration, identifier leurs origines et comprendre en profondeur les conséquences afin de pouvoir envisager des solutions réalisables. En effet, il est possible que les paramètres de qualité des eaux usées à la sortie des STEPs soient acceptables, cependant la consommation énergétique est excessive, la fraction active de la biomasse est assez réduite, la biomasse est fragilisée. Ainsi la fiabilité de la station d'épuration se voit complètement diminuée et au premier

dysfonctionnement les paramètres d'évaluation du fonctionnement de la STEP se verraient complètement écartés de ce qui avait été établi.

Il est important de souligner que la majorité des stations d'épuration construites dans le nord du pays sont de types boues activées, dont l'objectif était l'élimination de la charge carbonée mais les responsables du secteur commencent à se rendre compte que l'élimination de l'azote et du phosphore est également importante, quand c'est nécessaire.

Le système de boues activées est réputé contenir des bactéries filamenteuses, dont la présence en quantité réduite est très bénéfique pour la constitution des flocs bactériens. Cependant, s'il y a prolifération, le problème de foisonnement des boues s'installe. De même, d'autres types de dysfonctionnements peuvent avoir lieu dans le système de boues activées, dont les causes sont l'arrivée d'eau usée non conforme ou la coupure de l'énergie électrique ainsi que la mauvaise aération, le défaut d'ajustement des retours externes, internes des boues et les boues en excès, etc.).

Pour mener à bien cette étude, il était important de comprendre le processus de formation du floc bactérien et de pouvoir le caractériser en termes d'identification des populations bactériennes le composant, ainsi que son activité qui dépend de l'équilibre synergique entre elles. L'activité bactérienne a été évaluée à travers la technique respirométrique, pour une biomasse saine et une autre stressée. Cette technique a été mise à grande contribution dans cette étude. Ses résultats ont permis en plus de l'évaluation de l'activité de la biomasse à travers le taux de consommation d'oxygène (OUR) la détermination des constantes bio-cinétiques. De même les modèles de boues activées de la famille de l'ASM (activated sludge models) de l'IWA (association internationale de l'eau) ont été utilisés, pour expliquer les étapes de dégradation des différents substrats par la biomasse et interpréter certains résultats.

D'autres techniques de caractérisation de la décantabilité des boues et du milieu environnant ont été utilisées, telles que : la turbidité du surnageant, l'indice de Molhman/l'indice de boue et le temps de succion capillaire.

Les dysfonctionnements ont été provoqués dans des montages batch, en considérant différentes causes : manque d'aération, ajout d'un produit toxique ou inhibiteur (chrome et sel). Dans le montage continu sur la station pilote, l'effet de l'arrêt de l'alimentation électrique a été considéré, interrompant l'aération et l'agitation au niveau du bassin d'aération, l'arrivée de l'influent et le recyclage des boues.

La thèse présentée est composée de six chapitres en plus d'une introduction et une conclusion générale.

Le chapitre un, intitulé problématique, approfondit l'analyse des statistiques concernant ces dysfonctionnements, tout en essayant d'illustrer avec des photos des STEPs.

Le chapitre deux présente une revue bibliographique approfondie des systèmes de boues activées, en commençant par présenter la version simple et souligner l'importance de la décantation secondaire dans la préservation de la qualité de l'effluent. En effet, le rôle de la décantation est primordial dans ce type de procédé et son rendement doit être élevé (99.5%) pour être capable de retenir la presque totalité des matières en suspension composées principalement de biomasse. C'est la raison pour laquelle le chapitre deux traite du floc de biomasse, sa forme, sa morphologie, sa composition, sa formation, sa densité, son interaction avec la pollution et sa dégradation, etc. Le chapitre deux est clôturé par la formalisation de tous les processus discutés lors de la présentation du floc à travers la présentation des différents modèles des boues activées (ASM1, ASM2, ASM3, etc.).

Le chapitre trois fait une revue bibliographique sur les dysfonctionnements des STEPs, leurs causes et leurs effets sur le bon fonctionnement ainsi que leurs caractérisations. En nous basant sur les données de première main de l'agence Gouvernementale de suivi de ce type d'ouvrages.

Il faut souligner qu'en plus des différents tests de caractérisation utilisés dans ce travail, la respirométrie de par sa complexité et sa finesse, a nécessité beaucoup de temps pour pouvoir la maitriser du point de vue expérimental et surtout du point de vue interprétation, en considérant les conditions opératoires, le mode d'agitation, la caractérisation de l'oxymètre du point de vue temps de réponse, l'inoculum, le substrat synthétique, les rapports C/N, S_0/X_0 , la dose de l'inhibiteur de la nitrification, etc, où différents essais ont été réalisés. Ces différents aspects sont présentés dans le chapitre quatre.

Le chapitre cinq est consacré à l'étude des dysfonctionnements engendrés par le manque d'aération, la présence de sel et la présence de chrome, en considérant trois types de boues : une boue partiellement foisonnée, une boue saine et la dernière saine avec une composition constante. Le réacteur agité du respirométre a servi comme cellule respirométrique et comme réacteur batch d'expérimentation. L'influence sur l'activité microbienne est évaluée à travers l'enregistrement de la respiration et les effets sur le floc, sont évalués à travers quatre paramètres (la turbidité, la mesure des temps de sussions capillaires, l'indice des boues et les visualisations microscopiques). A titre indicatif, on peut rappeler qu'il a été trouvé que l'effet des courtes durées répétées de manque d'aération est plus dangereux pour la biomasse, qu'une période unique de longue durée. De plus, pour le sel, les boues partiellement foisonnées sont plus sensibles par rapport aux boues saines ; l'ajout de sel a engendré des réductions de la taille des flocs, accompagnée d'une augmentation de la turbidité.

Le chapitre six est consacré à l'étude sur pilote de boues activées en continu, où une étude hydrodynamique a été menée pour valider les hypothèses concernant le type de modèle de réacteur à considérer. Des résultats de suivi de son fonctionnement sont disponibles pour mettre en exergue les dysfonctionnements et leurs conséquences.

Une conclusion générale résumant l'ensemble des résultats est présentée enfin de ce fascicule.

Chapitre I Problématiques et Objectifs

« Fais de ta vie un rêve et d'un rêve une réalité »

Antoine de Saint-Exupéry

Sommaire -

I. Introduction

II. Les stations locales étudiées

II.1.La station D'IBN ZIAD

II.1.1.Fonctionnement de la station

II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station

II.1.3.Les effets des dysfonctionnements

- Sur le milieu naturel
- Sur le traitement au niveau de la chaine biologique

II.2. La station de CHELGHOUM LAID

II.2.1.Fonctionnement de la station

II.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station

III. Objectifs

I. Introduction

Afin d'éloigner le pays de la situation de grand stress hydrique, des efforts ont été consentis pour mobiliser de nouvelles ressources en eau telles que les eaux usées épurées. Plusieurs secteurs peuvent en bénéficier, les municipalités (arrosage des espaces verts , nettoyage des rues , lutte contre les incendies...),l'industrie (refroidissement, lavage..) et l'agriculture.ect... Le recours croissant à cette ressource d'eau constitue une incitation à :

- L'amélioration de la qualité par la construction et la réalisation de nouvelles stations d'épuration (STEP), par la réhabilitation des anciennes et surtout par la maitrise du traitement.
- L'augmentation des volumes d'eau usée par la bonne gestion des réseaux de collecte des eaux pluviales et l'augmentation du taux de raccordement des particuliers aux réseaux d'assainissement.

Dans l'EST Algérien, un grand nombre de stations d'épuration ont été implantées afin de protéger les ressources hydriques existantes (oueds, barrages, nappes...) et sauvegarder les écosystèmes adjacents (**Tableau I.1**).

Le procédé d'épuration à boue activée représente le procédé biologique le plus utilisé dans le traitement des eaux résiduaires biodégradables. Le parc Algérien de la région EST compte plus de **49** stations, dont plus de **89.79 %** utilisent ce procédé et **10.21 %** sont basées sur le lagunage (*données de l'Agence Nationale des Ressources Hydrauliques ANRH, 2014*).

Tableau I.1. Etat de fonctionnement des stations dans la région de l'EST Algérien (donnéesde l'ANRH 2014)

Nombre des stations d'épuration dans la	49
région de l'Est Algérien	
Nombre des stations en fonction	22
Nombre des stations en projet	13
Nombre des stations en phase d'étude	07
Nombre des stations en cours de réalisation /	04
réhabilitation	
Nombre des stations non fonctionnelles	03
(hors usage)	

Deux stations d'épuration des eaux usées limitrophes déversent directement et indirectement dans *L'OUED RHUMEL* : la station d'épuration des eaux usées urbaines de *IBN ZIAD*, *Constantine* et celle des usées urbaines de *CHELGOUM LAID*, Mila.*L'OUED RHUMEL* prend naissance dans les hautes plaines Sétifiennes (région de Belaa wilaya de Sétif) entaille les gorges de Constantine, jusqu'à la confluence de Oued Endja et prend ensuite le nom d'*EL KEBIR*. D'un linéaire de plus de 1023 km, *L'OUED RHUMEL* est considéré comme le cœur battant dans le processus d'approvisionnement en eau du barrage de *BENI HAROUN* (Figure I.1).

Le Barrage de *BENI HAROUN* est un grand complexe hydraulique stratégique en Algérie, situé dans la wilaya de Mila, implanté à une quarantaine de kilomètres au Nord de Constantine. Le barrage d'une digue de **120 m** de hauteur, est le plus important et le plus grand barrage en Algérie avec une capacité de **960 millions** de mètres cubes. Le barrage proprement dit est constitué d'une digue renforcée de **1.5 millions** de mètres cubes de béton roulé compact.

Avec sa grande station de pompage d'eau brute dont la puissance est de **180 MW**, le barrage alimente en eau potable plusieurs régions limitrophes de la wilaya de Mila, notamment les wilayas de Jijel, Constantine, Oum el Bouaghi, Batna et Khenchela. Le barrage fournit également une quantité importante d'eau d'irrigation pour des milliers d'hectares

d'exploitations agricoles dans les régions voisines. Le barrage est une infrastructure de taille importante nécessitant une protection de tout phénomène de pollution.



Figure I.1. Carte hydrographique des Oueds déversant dans le barrage de *BENI HAROUN*. (Institut national de cartographie et de télédétection 2015)

La non ou la mauvaise maitrise du traitement, les dysfonctionnements accumulés recensés, au niveau de ces deux stations d'épuration auront certainement des retombées lourdes sur la qualité des effluents déversés dans L'*OUED RHUMEL* et alimentant le barrage de *BENI HAROUN*.

II. Les stations locales étudiées

Deux stations ont fait l'objet de notre étude et dont le choix repose sur les raisons suivantes :

- la station d'*IBN ZIAD* a fait l'objet de plusieurs cas de dysfonctionnement, dont le foisonnement des boues surgissant par moment durant les dix dernières années pour une variété de causes.
- la station de CHELGHOUM LAID, contrairement à celle d'IBN ZIAD n'a fait l'objet d'aucun cas de foisonnement des boues durant les six dernières années. Une étude comparative fournira certainement des informations supplémentaires et constituera un autre axe qui sera considéré dans cette étude.

II.1.La station d'IBN ZIAD, Constantine

II.1.1.Fonctionnement de la station

La station d'épuration des eaux usées, est implantée à **12 km** de la ville de Constantine et est située sur le territoire de la commune de *HAMMA BOUZIANE*.

La station s'étale sur une superficie de **12 hectares** et a été mise en service en **septembre 1997**. Elle a été conçue pour traiter un débit de **800 L.s⁻¹** (69120 m³.J⁻¹), soit **450000** équivalent- habitants. Un réseau unitaire alimente la station collectant les eaux usées de la wilaya de Constantine. Les effluents traités sont directement déversés dans l'*OUED RHUMEL* (Figure I.2). La STEP a été conçue pour traiter les charges carbonée et azotée (nitrification – dénitrification) fonctionnant en aération prolongée, avec une charge massique (Cm) de **0.1 kg DBO/kg MES.J** et un âge des boues de **20 jours**.

La station est dotée de quatre chaines biologiques recevant les effluents prétraités par un dégrilleur incliné et un déssableur-déshuileur aéré. Chaque chaine comprend cinq bassins (compartiments) biologiques dont un bassin en anoxie en tête de la chaine, les quatre autres aérés, sont équipés d'aérateurs de surface à turbine verticale. Le système d'aération est basé sur une aération alternée (air-on/air-off), qui correspond à **15** cycles par jour avec un temps cumulé d'aération entre **10-12 h.jour⁻¹** par aérateur. L'exploitation des turbines suit le programme suivant :

Tableau I. 2. Programme d'exploitation des turbines de surface par tranche horaire dans les bassins d'aération de la station d'*IBN ZIAD*

Tranche Horaire	Chaque 02h00			Chaque 01h30		Chaque 01h00				Chaque 01h30		Chaque 02h00			
	08h- 10h	10h- 12h	12h- 14h	14h- 15h30	15h30- 17h	17h- 18h	18h- 19h	19h- 20h	20h- 21h	21h- 22h.30	22h30- 24h00	24h- 02h	02h- 04h	04h- 06h	06h 08h
Bassins aérés	A1 A3	A2 A4	A1 A3	A2 A4	A1 A3	A2	A4	A1	A3	A2 A4	A1 A3	A2 A4	A1 A3	A2 A4	A1 A3



Figure I.2. Image satellitaire du lieu d'implantation de la station *d'IBN ZIAD* (Google Earth, 2015)

II.1.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station

L'étude des archives et des documents de suivi de la station d'*IBN ZIAD*, ainsi que les résultats du questionnaire type adressé à la direction de la station, a montré qu'elle a fait l'objet de beaucoup de dysfonctionnements, principalement au niveau du traitement biologique (foisonnement des boues, présence de mousse, mauvaise décantabilité etc..). Ces dysfonctionnements apparaissent dans les bassins biologiques et altèrent par la suite la qualité des flocs bactériens et leur aptitude à une bonne décantation.

Les causes de dysfonctionnements ont été recensées et identifiées, pour le cas de cette station, avec une attention particulière aux problèmes permanents des coupures d'électricité (rupture de l'aération et de l'agitation), des pannes électromécaniques, des épisodes pluvieux importants qui entrainent l'accumulation de grandes quantités de sable et de terre dans les

ouvrages de prétraitement, le déversement d'influents non conforme de provenance industrielle (des hydrocarbures, vernis, laitance de ciment, résidus de marbrerie et des produits de traitement de surface). La station d'épuration a fait l'objet de plusieurs by-pass durant les cinq dernières années de suivi entre **2009** et **2013**, le nombre de jours by-passés s'étale entre **55 j 8h** pour l'année **2012** et **151 j** pour l'année **2009** (**Figure I. 3**).

Ces temps cumulés de by-pass allant jusqu'à **42.19 %** (en **2009**) par année ont eu certainement des effets considérables sur l'équilibre des écosystèmes et les milieux naturels adjacents à l'*OUED RHUMEL* qui est le plus important cours d'eau de l'Est et par la suite, le barrage *BENI HARROUN* (Figure I.4).



Figure I.3. Statistiques des heures by-passées par année dans la station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*



Figure I.4. Statistiques du pourcentage annuel des heures by- passées dans la station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*

Afin de mieux exposer les causes des by-passes surgissant dans la station, un recensement des heures by-passées liés à chaque cause a été effectué où la cause principale venant en premier

6

lieu, est la non-conformité des influents et les crues, suite à une intense érosion du bassin versant et des pluies orageuses brutales, puis les travaux de maintenance des ouvrages et d'exploitation et finalement les coupures en alimentation électrique (**Figure I.5**).



Figure I.5. Statistiques des heures by-passées par année relative à chaque cause dans la station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*

II.1.3.Les effets des dysfonctionnements dans la STEP

• Sur le milieu naturel

La hausse des heures by-passés aura un impact négatif sur les écosystèmes aquatiques et particulièrement le risque d'envasement du lit majeur de L'*OUED RHUMEL* au fil du temps ; le volume annuel by-passé des eaux résiduaires a varié entre 2.398 10^6 m³ et 10.243 . 10^6 m³ (Figure I.6) , et la quantité des matières en suspension larguée annuellement a atteint 2067.559 10^3 kg en 2009, correspondant à une centaine de camions chargés de 20 tonnes de matière en suspension (Figure I.7) . Ce déversement excessif a réduit certainement la capacité d'autoépuration de l'OUED qui a reçu en 2009, 1924.158 tonnes de charge organique, estimée en DBO₅ et équivalant à 1803.89 tonnes de glucose. Ces déversements peuvent rendre la potabilisation plus difficile au niveau du barrage et ainsi accélérer l'eutrophisation des milieux récepteurs (Figure I.8).



Figure I.6. Statistiques des volumes annuels by-passées vers Oued **RHUMEL** dans la station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*



Figure I.7. Statistiques de quantités annuelles des matières en suspensions déversées dans l'Oued **RHUMEL** (station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*)



Figure I.8 .Statistiques des quantités annuelles de la charge organique estimée, en DBO₅ déversées dans l'Oued **RHUMEL** (station d'épuration des eaux usées d'*IBN ZIAD*)

• Sur le traitement au niveau de la chaine biologique

La station a présenté des états de foisonnement partiels et presque permanents très apparents au niveau des bassins d'aération le long des huit dernières années (**Figure I.9**) et se s'ont accentué durant les deux dernières années.

Des mousses se présentent comme des amas de flottants très stables, bruns visqueux et épais se développant à la surface des bassins d'aération et en particulier, au niveau de la zone anoxie. La présence continue de ces mousses stable en certains points du bassin, laisse supposer un mauvais fonctionnement hydraulique.

Les dysfonctionnements accumulés tels que les coupures d'électricité, la perturbation de l'agitation, la non maitrise de l'aération et le déversement des effluents non conformes, renforcent le foisonnement des boues et réduisent l'efficacité du traitement biologique des effluents.

Le dysfonctionnement des agitateurs (panne, puissance spécifique insuffisante, coupures d'électricité, mauvaise position de l'agitateur au sein du bassin (angle, positionnement/muret, hauteur d'immersion...)) peut induire la formation de dépôts en fond d'ouvrage et créer des zones anaérobies favorables au développement de populations de bactéries filamenteuses (aération moindre, septicité).



(*Février 2007*)



(*Octobre 2012*)



(Avril 2014)



(Novembre 2014)



Figure I.9. Photos des bassins biologiques dans la station *d'IBN ZIAD* Constantine, présentant des états de foisonnement de boues.

Le rendement d'épuration total n'est pas très régulier et connait beaucoup de fluctuations. Le rendement de traitement varie beaucoup, avec des traitements moins efficaces (traitements primaires ou secondaires) ; citons à titre d'exemple, le rendement par rapport à la charge carbonée exprimée en DCO_T qui a oscillé entre **65** et **96** %, durant les six dernières années (**Figure I.10**). Les stations fonctionnant en aération prolongée doivent présenter un rendement de dégradation de la charge carbonée entre **90 et 97%** (âge des boues > **15j**).Cependant ces valeurs seraient certainement réduites si la charge carbonée dans l'effluent brut était plus importante , passant du double au triple .



Figure I.10. Rendement moyen mensuel d'épuration de la charge carbonée, estimée en DCO_T pour les six années (2009-2014) (station *IBN ZIAD*)

Les installations sont vieillissantes et deviennent insuffisantes avec l'accroissement de la population et le taux de raccordement.

II.2. La station de CHELGHOUM LAID, Mila

II.2.1.Fonctionnement de la station

Inaugurée en **1995**, la station fonctionne à faible charge avec une capacité de **45000** équivalant-habitants et un débit maximal de **9000** m^3/j (**104.16** l/s). Elle est dotée d'une chaine de prétraitement puis de deux chaines biologiques composées principalement de trois cellules aérées, délimitées par deux voiles minces, disposés dans le sens de la largeur des bassins où l'aération est assurée par des aérateurs de surface.

Les effluents épurés sont soit déversés dans l'oued *EUTMANIA* vers l'oued *RHUMEL*, soit réutilisés pour l'irrigation, puisque tout le long de l'oued, existent des surfaces agricoles irrigables s'étendant sur **374** hectares.



Oued EUTHMANIA déversant dans Oued RHUMEL

Station CHELGOUM LAID, MILA

Figure I .11 .Image satellitaire du lieu d'implantation de la station de *CHELGOUM LAID*, *MILA* (*Google Earth*, 2015)

II.2.2.Les dysfonctionnements recensés au niveau de la station

Également un questionnaire type a été adressé à la direction de la station qui a fait l'objet pareillement de plusieurs cas de dysfonctionnements, variant aussi entre les coupures d'électricité, les travaux de maintenance et les influents non conformes (**Figure I. 12**). Aucun déversement d'effluents non conformes n'a été signalé durant les deux dernières années, signifiant évidement une parfaite maitrise du traitement et par la suite une meilleur qualité des effluents traités et une absence totale de foisonnement des boues. Les jours by passés sont moindres, le temps cumulé annuel n'a pas dépassé **13.69%** pour l'année **2010**, se réduisant à **4.10 %** et **2.191%** pour les années **2014** et **2013**, respectivement (**Figure I.13** et **I.14**).



Figure I.12. Statistiques des heures de dysfonctionnement annuel relatif à chaque cas au niveau de la station d'épuration des eaux usées de *CHELGOUM LAID*



Figure I.13. Statistiques des heures by passées par année au niveau de la station d'épuration des eaux usées de *CHELGOUM LAID*



Figure I.14. Statistiques du pourcentage annuel des heures by passées au niveau de la station d'épuration des eaux usées *CHELGOUM LAID*

III-Objectifs

Comme il a été noté précédemment, les dysfonctionnements accumulés surgissent de temps à autre. De plus, la mauvaise compréhension fondamentale, des causes, combinée à la mauvaise maitrise du traitement en général , rendent la gestion des impacts environnementaux complexe ,voire impossible, avec des retombés lourdes de conséquences sur les écosystèmes adjacents (oued, ruissèlement, barrage ...) et la santé publique.

Dans le souci de protéger l'environnement en général et les ressources hydriques en particulier, une dynamique nouvelle devrait être entamée au niveau des stations d'épuration dont le but ultime se résume comme suit :

- Limiter les by-passes en adoptant une politique de gestion bien étudiée et prenant en considération toutes les causes de dysfonctionnement.
- une meilleure maitrise du processus de traitement dans les stations d'épuration afin d'améliorer leur fonctionnement et réduire leur impact sur les milieux récepteurs.
- une détection instantanée et précise des stress pouvant causer ces problèmes biologiques (défloculation, foisonnement des boues, moussage ...).

Ces objectifs ne pourront être atteints que si une étude approfondie de ces dysfonctionnements est entreprise non pas au niveau des STEPs ,mais au niveau des laboratoires de recherche.

Il faut rappeler que dans la totalité des stations d'épuration implantées dans le pays, le suivi de la qualité des eaux usées brutes et traitées repose sur des analyses de qualité des eaux usées qui sont suffisantes pour caractériser la pollution à l'entrée et à la sortie, ainsi que le calcul des différents paramètres de fonctionnement tels que la charge massique, l'âge des boues etc.. Cependant, en cas d'apparition de dysfonctionnements, ces paramètres de qualité ne seraient certainement pas suffisants pour les caractériser d'une manière fiable, comprendre les causes de leur apparition et proposer les remèdes adéquats pour rétablir le fonctionnement normal des STEPs. Ceci reste à notre avis l'objectif premier visé, pour maitriser leur prise en charge.

Par conséquent nous nous proposons dans cette recherche, d'entreprendre l'étude des différents dysfonctionnements en considérant d'une manière approfondie le processus de traitement. Ceci permettra de dégager les aspects majeurs qui caractérisent la relation de l'édifice microbien et le substrat. Au centre de cette entreprise, l'activité microbienne est en effet l'aspect déterminant pour caractériser la capacité des microorganismes à dégrader la pollution, d'où l'utilisation de la respiromètrie pour caractériser la relation biomasse-substrat du point de vue activité. A cet effet, cette technique a été utilisée dans ce travail pour la biomasse en bonne santé et en état de stress. De même l'état de floculation, la présence de différents types de biomasse, la forme de la biomasse ainsi que d'autres tests indirects, permettent d'établir des indices d'auscultation pour caractériser les effets des différents stress. Ces indices de caractérisation sont le fruit d'une recherche bibliographique très poussée et d'un travail de laboratoire permanent afin de les adapter au travail de recherche entrepris. Les essais ont été réalisés en batch et en continu sur pilote. Les résultats obtenus ne pourraient être interprétés et exploités qu'à la lumière d'une vision théorique cohérente et reconnue. A cet effet, les différents modèles de boues activées de la famille des 'Activated Sludge Models (ASM)' de l'International Water Association (IWA) ont été utilisés.
Liste des illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure	Page
1	Carte hydrographique des Oueds déversant dans le barrage de <i>BENI</i> <i>HAROUN</i> . (Institut national de cartographie et de télédétection 2015)	03
2	Image satellitaire de lieu d'implantation de la station <i>d'IBN ZIAD</i> (Google Earth, 2015)	05
3	Statistiques des heures by-passées par année dans la station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>	06
4	Statistiques du pourcentage annuel des heures by- passées dans la station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>	06
5	Statistiques des heures by-passées par année relative à chaque cause dans la station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>	07
6	Statistiques des volumes annuels by-passées vers Oued <i>RHUMEL</i> dans la station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>	08
7	Statistiques de quantités annuelles des matières en suspensions déversées dans Oued <i>RHUMEL</i> (station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>)	08
8	Statistiques des quantités annuelles de la charge organique estimée en DBO déversées dans Oued <i>RHUMEL</i> (station d'épuration des eaux usées d' <i>IBN ZIAD</i>)	08
9	Photos des bassins biologiques dans la station <i>d'IBN ZIAD</i> Constantine, présentant des états de foisonnement de boues.	09
10	Rendement moyen mensuel d'épuration de la charge carbonée estimée en DCO _T dans les six dernières années (station <i>IBN ZIAD</i>)	11
11	Image satellitaire de lieu d'implantation de la station de <i>CHELGOUM</i> <i>LAID, MILA</i> (<i>Google Earth, 2015</i>)	12
12	Statistiques des heures de dysfonctionnement annuel relatif à chaque cas dans la station d'épuration des eaux usées de <i>CHELGOUM LAID</i>	13
13	Statistiques des heures by passées par année dans la station d'épuration des eaux usées de <i>CHELGOUM LAID</i>	13
14	Statistiques du pourcentage annuel des heures by passées dans la station d'épuration des eaux usées <i>CHELGOUM LAID</i>	14

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau		
1	Etat de fonctionnement des stations dans la région de l'EST Algérien (données de l'ANRH 2014)	02	
2	Programme d'exploitation des turbines de surfaces par tranche horaire dans les bassins d'aération de la station d' <i>IBN ZIAD</i>	04	

Chapitre II L'épuration Biologique

« Faites que le rêve dévore votre vie afin que la vie ne dévore pas votre rêve. »

Antoine de Saint-Exupéry

Introduction
I.Les procédés d'épuration à boues activées
III.Caractéristiques macroscopiques et microscopiques des flocs de boues activées.
IV.Les microorganismes et la microfaune des boues activées
V.Les phénomènes d'épuration adoptés par les microorganismes dans les chaines biologiques
VI.Mécanisme de formation des flocs biologiques
VII.Origine et rôle des polymères exo cellulaires (PEC)
VIII.Composition de la charge organique des eaux usées
IX.Mécanisme de dégradation de la pollution organique
X.Modélisation des procédés de traitement biologique

I.Introduction

De nos jours la conception des ouvrages de collecte et de traitement des eaux usées domestiques, réseaux d'assainissement et stations d'épuration, est déterminée par les objectifs de qualité du milieu récepteur.

Des critères de qualité pour les effluents de station d'épuration (STEP) doivent être définis et vont imposer des contraintes industrielles sur le type d'ouvrage d'assainissement à mettre en place, sur la notion de gestion intégrée du continuum aquatique formé par le réseau d'assainissement, la station d'épuration et le milieu naturel récepteur (rivière, lac, zone côtière).

En termes de qualité des eaux, la gestion intégrée est rendue possible lorsque l'impact sur l'écosystème aquatique peut être prédit à l'aide de modèles intégrant l'impact du réseau d'assainissement et des actions de traitement en STEP et le milieu récepteur. Par ailleurs, les expérimentations de ces impacts sont difficiles et très coûteuses, il est donc financièrement avantageux de prédire ceux-ci avec un ou des modèles prenant en compte les différentes variables qualitatives et quantitatives décrivant un rejet d'eau usée, mais aussi tous les processus mis en jeu dans le milieu naturel récepteur.

II. Les procédés d'épuration à boues activées

Dans les eaux résiduaires urbaines (**ERU**) la pollution organique se trouve principalement sous forme de pollution carbonée, azotée et phosphorée chacune d'elles étant associée à un traitement bien défini.

Les techniques d'épuration biologique utilisent l'activité des microorganismes présents dans l'eau, qui dégradent les différents composés biodégradables soit en absence d'oxygène lié et non lié (procédés anoxies ou anaérobies), soit en présence d'oxygène endogène ou exogène (procédés aérobies), d'où on peut distinguer :

- *Les procédés extensifs*, tels que le lagunage et les filtres végétalisés qui nécessitent souvent de grands espaces et peuvent avoir des rendements non constants durant l'année. Ce type de procédé est plus adapté aux communes rurales.
- Les procédés intensifs, selon la technologie utilisée, ces cultures bactériennes peuvent être libres (boues activées) ou fixées (lits bactériens, disques biologiques ou procédés membranaires) et fonctionnent avec une plus grande efficacité.

Les premiers procédés d'épuration à boues activées ont été conçus par les Anglais Arden et Lockett à Manchester entre **1913-1914**, lorsqu'ils ont reproduit industriellement l'effet épurateur des rivières engendrant l'un des procédés d'épuration biologique le plus utilisé pour éliminer la pollution organique des eaux usées urbaines.

Les microorganismes naturellement présents dans les eaux usées sont maintenus dans des bassins aérés et brassés. Le procédé d'épuration est basé sur la croissance de la biomasse microbienne à partir de la matière organique apportée par les eaux usées. Dans ces conditions, les micro-organismes se développent sous forme d'agrégats, appelés flocs de boues activées. L'alternance d'un bassin anoxie et d'un bassin aéré permet l'élimination de la pollution azotée.

L'efficacité et la fiabilité de l'épuration restent étroitement dépendantes du bon déroulement de la phase de décantation, celle-ci constituant, en effet, le dernier maillon de la chaîne de traitement avant rejet au milieu naturel. La séparation boue-eau traitée par sédimentation est assurée par le décanteur secondaire ou clarificateur (bassin cylindro-conique) placé à l'aval du bassin d'aération avec le recyclage des boues constituée principalement de l'ensemble « floc- eau interstitielle » assurant le maintien de la concentration en biomasse, tandis que la purge de boue en assure le renouvellement des microorganismes. (Figure II.1).



Recyclage des boues activées

Figure II. 1. Schéma général du procédé de traitement des eaux résiduaires par boues activées

Ce procédé classique utilisé en grand nombre, a montré sa robustesse, sa plage d'action mais aussi ses limites. Un des principaux points faibles de ce traitement réside dans la deuxième étape de séparation par décantation dont l'efficacité de cette étape est en effet très aléatoire du fait de sa dépendance du bon fonctionnement biologique.

III.Caractéristiques macroscopiques et microscopiques des flocs de boues activées.

Les flocs de boues activées sont composés d'une communauté microbienne complexe, piégée dans une matrice de polymères extracellulaires, qui assure la cohésion des agrégats. Les bactéries hétérotrophes sont les micro-organismes qui dominent en nombre et en masse et sont les principaux auteurs de la biodégradation. Des bactéries filamenteuses (*Ericksson et al., 1992*), des algues, des protozoaires (*Gschlôfsl et al., (1997*)) et des métazoaires sont aussi étroitement associés aux flocs de boues activées. Des polymères organiques (*Liss et al., (1996*)) et des particules minérales comme l'argile (*Droppo et al., (1997*)) sont systématiquement observés au sein des flocs de boues activées. L'eau est aussi un constituant essentiel des flocs (**90 à 95%**) en raison de leur degré de porosité important.

L'hétérogénéité de la composition de cette matrice s'explique par les origines multiples des molécules qui la composent, à savoir le métabolisme bactérien, la lyse cellulaire et l'adsorption de composés issus des eaux usées

Le contour des flocs est très irrégulier et l'observation en microscopie optique permet de mettre en évidence de nombreux pores. Le degré de porosité augmente avec la taille du floc (*Droppo et al., (1997)*). La distribution de taille des flocs est très large, allant de quelques micromètres à plusieurs millimètres de diamètre. L'analyse granulométrique par diffraction laser montre que les agrégats de **68 à 183 µm** de diamètre occupent **44%** du volume des boues activées brutes (*Jorand et al., (1995)*). Les flocs de petite taille sont majoritaires en nombre, mais la majeure partie du volume total est occupée par des flocs de grande taille (*Droppo et al., (1996); Droppo et al., (1997); Jorand et al., (1995); Li et Ganczarczyk, (1991)*). La distribution de taille des flocs résulte des phénomènes dynamiques d'agrégation et de désagrégation des particules (**Figure II.2**).

L'organisation des agrégats apparaît relativement variable dans l'espace et dans le temps (*Droppo et al., (1997)*). La morphologie des agrégats est influencée par les conditions du milieu comme la charge organique, le temps de séjour des boues et beaucoup d'autres paramètres (*Eriksson et al., (1992)*). La taille et la morphologie des agrégats influencent nettement l'efficacité de décantation de la biomasse (*Schmid et al., (2003); Toh et al., (2003)*).



Figure II.2. Visualisation microscopique d'une boue activée prélevée au niveau du bassin d'aération de la station de *CHELGHOUM LAID* (Mila) (agrandissement ×20)

IV.Les microorganismes et la microfaune des boues activées

La biomasse active dans le processus d'épuration biologique par boues activées est d'une grande complexité. Il s'agit d'une véritable culture mixte (mélanges d'eaux usées et de flocs) où se rencontre et cohabitent de nombreuses espèces différentes soumises à des phénomènes biologiques très divers. Les processus biologiques par boues activées mettent en jeu des réactions en chaine de libération d'énergie (catabolisme) et de synthèse cellulaire (anabolisme). Le catabolisme fournit l'énergie nécessaire à la biosynthèse. Pour la réaction d'anabolisme, il est nécessaire de fournir une source de carbone, d'azote et de phosphore à la cellule pour la synthèse des constituants cellulaires. Selon la forme chimique du carbone utilisé, et d'une façon plus générale, les besoins nutritionnels et énergétiques de la microfaune, les micro-organismes épurateurs, ont été classifiés (*Edeline, (1993)*). La présence d'une culture bactérienne (filamenteuse et non filamenteuse) dans le bassin d'aération entraine le développement d'une microfaune composée principalement d'organismes prédateurs et est représentée par les protozoaires et les métazoaires (**Figure II.3**).



Figure II. 3. Exemple des espèces microbiennes présentes dans les boues activées

En moyenne le dénombrement de la population prélevée sur une station de boues activées peut avoir la composition suivante :

Tableau II.1. Population des boues activées d'après Canler et al (1999)

Population par litre de boues	Espèces
1à $5.10^5 / L$	Métazoaires (rotifères, nématodes)
10^7 / L	Protozoaires (flagellés et ciliés)
10^{12} / L	Bactéries (floculées et filamenteuses)

Cette composition transitoire est très dépendante des phénomènes d'épuration mis en œuvre, des conditions opératoires et du type d'influent traité.

IV.1.Les bactéries

Ce sont des microorganismes unicellulaires, de différentes formes (sphérique, cylindrique,...), qui ont une taille de l'ordre de quelques microns (**de 0,5 à 5 µm**), a l'exception des bactéries filamenteuses qui sont elles de longueur souvent supérieure (**de 10 à plus de 500 µm**). Les bactéries présentes dans les boues activées sont pour la plupart aérobies, facultatives, Gram négatif, mobiles et provenant essentiellement du sol ou des eaux (*Canler et al. (1999*)). Les bactéries jouent un rôle essentiel dans l'épuration biologique par rapport aux autres organismes pour une variété de raisons :

- Elles sont caractérisées par une grande surface d'échange avec le milieu extérieur ;
- Des vitesses de multiplication élevées ;
- Des richesses enzymatiques importantes ;
- De grandes possibilités d'adaptation à différentes fluctuations des paramètres physico-chimiques.

IV.2.La microfaune

Selon l'organisation cellulaire des microorganismes on distingue deux familles principales :

- Les protozoaires
- Les métazoaires

a- Les protozoaires

Ce sont des microorganismes eucaryotes, unicellulaires, mobiles ou fixés et de taille pouvant aller de $1 a 500 \mu m$, et composer jusqu'à 5 % du poids sec des matières en suspension. Ils se

nourrissent essentiellement de bactéries libres, celles se localisant à la surface des flocs et de molécules organiques dissoutes (cas de quelques flagellés).

Ces protozoaires permettent d'une part la clarification de l'effluent par la prédation des bactéries libres, produisant une grande quantité de mucus qui contribue a la formation des flocs et d'autre part ce rôle bactériophage au niveau des flocs permet de maintenir des populations bactériennes jeunes pouvant assimiler plus facilement la matière organique (*Rejsek*, (2002)).

Cette microfaune est très sensible aux modifications environnementales : substrat, oxygène dissous, toxiques (*Dégrémont (1989)*), l'âge des boues est un facteur important intervenant au niveau de la croissance des protozoaires.

b- Les métazoaires

Ce sont des microorganismes pluricellulaires dont la taille peut aller de **100 \mum à 1 mm** et dont l'organisation cellulaire est plus complexe que celle des microorganismes unicellulaires et dont le cycle de croissance est très lent, d'où leur prédominance pour des âges de boues élevées (stations à faible charge ou à aération prolongée).

L'analyse écologique de la microfaune apporte certaines informations relatives aux conditions de fonctionnement d'une station d'épuration (**Tableau II.2**).

Le vieillissement de la boue joue un rôle dans l'évolution de la microfaune. Il y a tout d'abord l'apparition des formes libres puis fixées, suivie par les formes exploitant la matière organique stabilisée. En résumé, les bactéries et les flagellés précèdent les ciliés libres puis fixés. Les rotifères apparaissent en dernier lieu (*Verdy*, (1987)).

Types d'organismes	Présence en forte charge	Présence en moyenne charge	Présence en faible charge
	+++	++	++
Bactéries			
	++	++	+
Flagellées			
	++	++	+
Holotriches			
	++	++	+
Péritriches			

Tableau II.2. Classification de la faune des boues activées en fonction de la charge ²massique (*Verdy. (1987)*)

		1	
Unatrichas	+	++	++
Hypothiches			
Nématodes	-	+	+
Rhyzopodes	-	-	+
Rotifères	-	-	++
Oligothètes	-	-	+
Gastrotriches	-	-	+
Tardigrades	-	-	+

V.Les phénomènes d'épuration adoptés par les microorganismes dans les chaines biologiques

L'ensemble de ces micro-organismes composent ainsi l'édifice biologique de la station d'épuration. Les principales relations au sein du peuplement biologique sont complexes et basées sur des relations de prédation, de compétition, voire de cannibalisme.

L'efficacité de biodégradation ne repose certainement pas sur la dominance de quelques espèces bactériennes mais sur la coopération de la multitude de populations. Un bon équilibre entre ces différents microorganismes permet une bonne décantation des flocs des liqueurs mixtes (mélange des boues activées et d'eau à traiter) et empêche les phénomènes de foisonnement ou moussage (détaillé dans le chapitre III).

C'est pourquoi l'étude des activités spécifiques des populations bactériennes présentes est certainement plus intéressante que la simple de détection de la dominance d'un groupe bactérien au sein des boues.

✓ Production primaire constituée des bactéries et de zooflagellés (croissance proportionnelle à la DBO₅).

- ✓ protozoaires 1 se nourrissent de bactéries et de matière organique. Leur croissance n'est pas proportionnelle à la pollution. Ils participent à la régulation du nombre de bactéries.
- ✓ *protozoaires 2* se nourrissent préférentiellement des bactéries ; si la nourriture vient à manquer ils peuvent pratiquer le saprophytisme.
- ✓ protozoaires 3 : compétiteur de protozoaires 2 car ayant les mêmes nourritures et les mêmes préférences. L'un peut se développer au dépend de l'autre.
- ✓ protozoaires 4 ou métazoaires : prédateurs du protozoaire 2, tendant à le faire disparaître au profit de protozoaires 3.
- ✓ *métazoaire* : se nourrit de débris des protozoaires et dépolymérise la matière organique particulaire, au profit des bactéries.



Figure II.4. Chaine trophique des boues activées d'après Verdy .B

 $(\bullet \cdot - \rightarrow \text{Saprophytisme} \bullet - - \rightarrow \text{à défaut} \bullet \rightarrow \text{Prédation})$

VI.Mécanisme de formation des flocs biologiques

Pour maintenir une population bactérienne diversifiée et active dans les procédés de boues activées, il est nécessaire de produire un grand nombre de flocs denses, fermes et matures. Autrement dit, il est essentiel de s'assurer d'une bonne formation de flocs bactériens. Les édifices biologiques sont principalement constitués par mitoses successives des microorganismes (principalement les bactéries) ayant initialement la taille de quelques micromètres , les micro-colonies circulaires d'un diamètre moyen de treize micromètres s'agglomèrant suite aux interactions physico-chimiques entre les micro-organismes, les particules minérales (silicates, oxydes de fer,...), les polymères exo cellulaires (PEC) et les cations multivalents (principalement les Mg⁺² et les Ca⁺²) pour former un floc d'environ cent vingt cinq micromètres de diamètre qui s'élargit en fonction de l'âge des boues.

Trois types de bactéries sont impliqués dans la structure des flocs, les bactéries floculantes, les bactéries non floculantes et les bactéries filamenteuses ; les bactéries floculantes initient la formation de flocs par la production des PEC ; les bactéries non floculantes et filamenteuses sont incorporées progressivement dans le squelette du floc.

La présence des bactéries filamenteuses en nombre adéquat dans le floc bactérien, contribue à l'ossature du floc, à l'accroissement de sa taille et à la résistance au cisaillement.

La présence des exo polymères garantit les interactions entre toutes les particules, ils constituent une matrice dans laquelle les micro-organismes sont plus ou moins immobilisés (*Liu et Fang*, (2003)). Ces polymères sont un mélange complexe de polysaccharides amines ou phosphates, de protéines, d'ADN, des acides nucléiques et des lipides... ; ce qui donne une charge globale négative a la paroi cellulaire (*Tsuneda et al*, (2003); *Neyens et al*, (2004); *Liu et Huang*, (2005)) et avec la présence de charges positives telles que le magnésium ou le calcium, une liaison entre les parois cellulaires voisines est assurée, même si cette force d'interaction demeure faible (de l'ordre de **6 kJ/mol**).

La cohésion peut être aussi assurée par des liaisons de type hydrogène et de type Van Der Walls, des interactions électrostatiques (répulsives ou attractives), hydrophobes- hydrophobes, hydrophiles-hydrophiles (*Willen et al. (2003)*). C'est la multiplicité de ces interactions qui crée la force de cohésion de la matrice.

La faible cohésion des agrégats a été corrélée à la prédominance d'interactions de type ionique lorsque le temps de séjour est court (**4 à 9 jours**), alors qu'ils sont plus cohésifs lorsque le temps de séjour est long (**16 à 20 jours**).

La taille, la surface de contact, la forme, la teneur en eau, la porosité, l'hydrophobicité de la paroi cellulaire, le type et la quantité d'exo polymères, conditionnent au niveau microscopique les propriétés de décantation des boues (*Liao et al., 2001 ; Willen et al., (2003)*). La formation des flocs dépend des contacts entre les différentes sous particules qui les

constituent et qui fixeront l'attitude de décantation (*Metcalf et Eddy*, (2003)).Ce contact sera assuré par un brassage adéquat et homogène au niveau des bassins biologiques.

Les forces de cisaillements libérées lors du brassage dans les bassins biologiques réduiront la taille des flocs qui se stabiliseront à des petits flocs de l'ordre de **5 à 15** μ m (*Li et Ganczarczyk, (1988)*), menant une vie autonome (**Figure II.5**) ; cette structure a une variété de fonction, à la fois la défense contre les prédateurs, le stockage des éléments nutritifs à l'intérieur du floc et l'exploitation optimale du milieu par les différentes espèces.



Figure II.5. Etapes de formation des flocs microbiens

VII.Origine et rôle des Polymères Exo Cellulaires (PEC)

Les PEC peuvent avoir deux origines principales (*Wingender et al. (1999*), Urbain et al, 1993a)):

- Une origine microbienne : la composition sera en relation avec :
- La libération des composés par les micro-organismes dans le but de rétablir un équilibre des concentrations au travers de la membrane cellulaire. Il est possible que

ce relargage évite l'accumulation au sein de la cellule de métabolites intracellulaires dont la trop forte concentration aurait un effet inhibiteur (*Daigger et Grady*, (1982)).

- Le métabolisme microbien ou plus de 1000 composés sont impliqués dans la formation de métabolites (*Daigger et Grady*, (1982)).
- La lyse microbienne (*Chudoba*, (1985)), Les composés issus essentiellement des parois cellulaires (les polysaccharides extracellulaires) sont très dominants et sont considérés comme non biodégradables alors que les composés issus de la cellule (acide nucléique,...) sont facilement assimilés par les microorganismes .La composition des PEC sera directement liée à/aux espèce(s) bactérienne(s) présente(s)
- Une origine environnementale : liée à la biosorption de molécules organiques du milieu de l'effluent. Ce dernier a une composition fluctuante liée aux types des eaux usées, aux charges des stations d'épuration et peuvent contenir en plus de la matière organique, des micropolluants, des nitrates et des phosphates (*Sponza* (2002)).

La composition des PEC est le résultat de différents processus, elle varie énormément dans la littérature en quantité et en qualité. Les PEC peuvent représenter jusqu'à **60%** de la fraction organique d'une boue, alors que la biomasse cellulaire ne représente que jusqu'à **20%** (*Frolund et al. (1996)*). Les PEC peuvent aussi contenir des groupements de faible masse moléculaire tels que des cations divalents. Ces groupements peuvent d'ailleurs altérer ou changer la structure et les propriétés physicochimiques des PEC.

La composition de la matrice de polymères extracellulaires des boues activées varie considérablement en fonction de l'origine de l'échantillon (*Bura et al.,(1998); Sponza, (2002), (2003); Urbain et al., (1993a))* et en particulier en fonction de la composition des eaux usées. En effet, la prédominance des protéines dans les PEC a été mise en évidence lorsque le ratio *C/N* des eaux usées est faible (**5 à 20**), alors que la prédominance des polysaccharides a été observée pour une déficience en azote (ratio *C/N* de **40 à 100**) (*Bura et al., (1998); Durmaz et Sanin, (2001)*).

l'efficacité de la décantation est corrélée positivement à la concentration en protéines totales des boues et des PEC (*Wilen et al.*, (2003)). Ou **12 %** des protéines des PEC extraits font partie des molécules qualifiées d'hydrophobes (*Jorand et al.*, (1998)).

L'analyse des lipides constituant les PEC montre des glycolipides (61 %), des phospholipides (21 %), des lipides neutres (16 %) et des Iipopolysaccharides (2 %), composés essentiellement d'acides gras de 16 et 18 carbones (*Conrad et al (2003)*).

La plupart de ces composés seraient associés sous forme d'hétéropolymères comme des glycolipides résultant de l'association d'oligosaccharides et d'acides gras et des glycoprotéines résultant de l'association de protéines et d'oligosaccharides.

Au pH proche de la neutralité, les PEC portent des charges négatives dues à l'ionisation de certains groupements fonctionnels anioniques tels que les groupements carboxyliques et phosphoriques, sulfuriques et hydroxyles. Ces sites négatifs ou sites actifs contribuent non seulement à l'agrégation de floc mais aussi à la captation des métaux lourds. La variation du pH affecte le dégrée d'ionisation et par la suite le nombre des sites actifs. Les PEC peuvent donc être caractérisés par un potentiel Zeta ou une charge de surface.

Les systèmes biologiques doivent prendre en compte la formation de ces produits bactériens mais leurs accumulation dans le milieu de culture peut également être responsable d'une diminution des vitesses spécifiques de dégradation du substrat (*Chudoba, (1985)*) et peut entrainer le recouvrement des cellules

La littérature attribue de nombreuses fonctions aux PEC issus de boues activées, les PEC présentent non seulement une barrière défensive et une réserve énergétique très importante mais aussi ce sont des agents d'agrégation et de floculation très puissants.

a- Activité d'agrégation

La présence des PEC est une condition importante pour qu'ait lieu la floculation. Seule la production de polymères extracellulaires permettrait une adhésion irréversible (*Azeredo et al.*,(1999)). Plusieurs modèles ont été suggérés mettant en clair les mécanismes de formation des flocs (*Sobeck et Higgins*, (2002)) :

- Le modèle « DCB » (divalent cation bridging) (*McKinney* (1952) ; *Tezuka* (1969)) : les PEC qui contiennent des groupements chargés négativement (au pH proche de la neutralité) sont liés ensemble par des cations divalents ou trivalents tels que les (Ca²⁺, Mg²⁺) afin de former un large réseau dans lequel les différents constituants des flocs tels que les bactéries ou les colonies de bactéries sont intégrées.
- Le modèle « alginate » (Bruus et al. (1992)) : c'est un dérivé du modèle précédent.
 L'alginate est un polysaccharide construit à partir de la répétition d'acide mannuronique et d'acide guluronique ; il a pour origine la sécrétion bactérienne (c'est

un PEC). Ce polysaccharide a la particularité de former un gel en présence d'ions calcium, désigné par l'expression anglaise « egg-box model ».

Le modèle « DLVO » (Derjaguin, Landau, Verway et Overbeek (Adamson 1990)).Cette théorie s'appuie sur le fait que les forces de Van Der Waals et les forces répulsives électrostatiques à faible distance, engendrées par l'interpénétration des doubles couches électrostatiques, s'additionnent ,et le résultat décrit les interactions entre les constituants des flocs.

Les PEC sont des agrégats hétérogènes ,ceci ne permet pas d'identifier précisément les mécanismes impliqués dans la floculation des boues.

b- Activité enzymatique

Certaines protéines extracellulaires ont une activité enzymatique permettant d'améliorer l'hydrolyse des macromolécules exogènes .Ces protéines suppléent donc les bactéries à l'hydrolyse des macromolécules et fournissent des substrats de faibles poids moléculaires qui sont immédiatement prêts à être adsorbés et métabolisés par les bactéries.

c- Activité protectrice

Les PEC sont de bons protecteurs des micro-organismes contre les influences biotiques et abiotiques provenant de l'environnement extérieur des flocs de boue activée. La toxicité engendrée par la présence de certains métaux lourds peut être réduite grâce à la présence des PEC. Ces derniers ont la possibilité d'adsorber les métaux présents dans leur environnement (*Brown et Lester, (1982)*) et même certaines molécules organiques (*Spath et al. (1998)*), La biomasse utilise donc les PEC pour se défendre du stress en augmentant leur production (*Aquino et Stuckey (2004)*).

d- Activité d'hydratation

Les PEC ont une matrice fortement hydratée avec une proportion en eau qui peut atteindre **98%** (*Christensen et Characklis (1990)*). Plusieurs études ont montré que la concentration en PEC a une influence sur le taux d'hydratation des flocs de boues activées ; (*Houghton et al. 2000 ; Jin et al. (2004)*) ont montré que les protéines et les polysaccharides des PEC contribuent de manière significative à lier l'eau à l'intérieur des flocs de boue, favorisant par conséquent la protection contre la dessiccation.

VIII.Composition de la charge organique des eaux usées

La matière organique véhiculée par les eaux usées est très diverse en termes de taille et de nature chimique des composés. La distribution de taille des composés organiques véhiculés par les eaux usées varie de moins de 10^{-3} µm à plus de 100 µm. Il s'agit principalement des protéines, des polysaccharides comme la cellulose et l'amidon, des lipides et surfactants (sulfonate d'alkyl benzène) et dans une moindre mesure, des substances humiques, des acides nucléiques, des acides aminés, et des acides organiques.

La fraction biodégradable traitée dans les systèmes biologiques représente environ **80 %** de la matière organique (*Henze*, (1992); Servais et al., (1995); Ohron et Çokqër, (1997); Dignac et al., (2000)). La fraction biodégradable se répartit pour moitié dans la fraction soluble et le reste dans la fraction particulaire.

La fraction biodégradable soluble est définie comme rapidement hydrolysable au contraire de la fraction biodégradable particulaire considérée comme lentement biodégradable *(Henze, (1992); Ohron et Çokqôr, (1997))* .Cette dernière représente la plus grande part de la matière organique des effluents urbains et son élimination constitue l'étape déterminante du traitement par voie biologique. La fraction réfractaire à la biodégradation se répartit dans les fractions soluble (9 à 21 %) et particulaire (17 à 33 %). La fraction résiduelle, en sortie de station d'épuration, est constituée de résidus de biodégradation, de produits non biodégradables ou très lentement biodégradables.

Une bonne caractérisation des eaux usées permet une meilleure compréhension des processus fondamentaux et c'est la clé d'une bonne modélisation.

Le degré de caractérisation dépend des objectifs souhaités par la modélisation, il doit être flexible pour chaque cas traité.

IX.Mécanisme de dégradation de la pollution organique

Différents mécanismes étroitement liés (physiques et biologiques) interviennent dans la dégradation de la matière organique par les agrégats bactériens :

- Le transport externe de la matière organique ;
- L'adsorption de la matière organique par les agrégats bactériens ;
- La prédigestion ou l'hydrolyse par les enzymes extracellulaires ;

- La perméation et le transfert interne des composés et des produits d'hydrolyse ;
- La dégradation des composés organiques (anabolisme et catabolisme)

IX.1. Le transport externe de la matière organique

Le transport externe correspond au mouvement des molécules formant le substrat au voisinage de la cellule bactérienne, le transport au sein des flocs, contenant les cellules, sera par convection au sein des pores et par diffusion au sein des PEC.

La matrice des PEC forme un maillage plus ou moins dense autour des microorganismes ; ce maillage limiterait la diffusion des substrats au sein des agrégats bactériens. Ainsi, la vitesse de diffusion, conditionnant à la fois l'accessibilité des substrats aux enzymes extracellulaires et l'accessibilité des produits d'hydrolyse aux bactéries, diminuerait la vitesse de biodégradation.

Seules les petites molécules, de masse molaire inférieure à 10^3 , comme les monosaccharides, les acides aminés, les acides gras, sont considérées comme diffusibles au sein des agrégats bactériens (*Levine et al.*, (1985)). La vitesse de diffusion des polymères de taille supérieure à 10^3 est considérablement ralentie. Quelle que soit la taille de la molécule, si les interactions avec les polymères sont fortes, la diffusion est nulle.

A l'intérieur des agrégats bactériens, la vitesse de diffusion n'est pas homogène (*Lawrence et al., (1994); Vogt et al., (2000)*). Certaines régions ne laissent pénétrer que les composés les plus petits alors que d'autres montrent une diffusion rapide de toutes les molécules. Ces résultats confirment que la présence de pores augmentent les échanges de matière à l'intérieur des agrégats en favorisant le transport par convection (*De Beer et al., (1996)*). La convection semble ainsi déterminante par rapport à la diffusion pour le transport des macromolécules au sein des agrégats (*Li et al., (2003)*).

IX.2. Adsorption des composés organiques par les agrégats bactériens.

L'adsorption est un phénomène essentiellement physico-chimique, qui met en jeu des interactions de nature électrostatiques et hydrophobes entre les composés organiques et les polymères extracellulaires des agrégats bactériens.

L'adsorption est une des étapes clefs du procédé d'épuration biologique pour une multitude de raisons :

- joue un rôle prépondérant dans l'élimination des molécules réfractaires ou inertes à la biodégradation bactérienne (*Wang et al., (1998)*) et des polluants hydrophobes (*Struijs et al., (1991)*).
- Permet le transfert rapide des composés organiques de la phase aqueuse vers les flocs. En effet, 45 % de la matière organique non décantable des eaux usées (dont 26 % de matière colloïdale) sont éliminées par les flocs de boues activées en une dizaine de minutes (*Guellil et al.*, (2001b)).

Malheureusement, les paramètres physico-chimiques affectent fortement les capacités d'adsorption (*Wang et al.(1998*)). La variation du pH et la force ionique sont susceptibles de modifier la charge des molécules, causant des phénomènes de répulsions électrostatiques entre ces molécules et les flocs de boues activées, globalement chargés négativement (*Urbain et al. (1993a*)).

L'adsorption permet d'augmenter le temps de rétention des composés organiques dans le système, mais en revanche elle pourrait aussi limiter la biodégradation de certaines molécules en limitant l'accès aux enzymes extracellulaires et aux bactéries. Selon le modèle de *Struijs et al. (2001)*, l'élimination par biodégradation diminuerait de **70 %** à moins de **10 %** lorsque la capacité d'adsorption des boues augmente de **20 %** à **55 %**.

L'adsorption n'est pas un phénomène irréversible, il s'agit d'un équilibre. Le transfert de matière organique des agrégats vers la phase aqueuse est probable et dépend de la nature des composés adsorbés et des paramètres physico-chimiques du milieu récepteur.

En effet, la désorption de la matière organique colloïdale a été observée lors du mélange de boues activées et d'eaux usées faiblement chargées (*Guellil et al.*, (2001b)) et d'eau déminéralisée (*Keiding et Nielsen*, (1997).

IX.3. Hydrolyse de la matière organique par les enzymes extracellulaires

La majorité des composés présents dans les eaux usées ne sont pas directement assimilables par les bactéries. L'hydrolyse de ces composés organiques par les enzymes bactériens extracellulaires est l'étape déterminante du processus de biodégradation biologique de la matière organique.

Les composés organiques particulaires sont hydrolysés en composés organiques solubles (de taille inférieure à **0,45 µm**) (*Canziani et al., (1999); Janning et al., (1997)*) et les polymères

(protéines, polysaccharides et lipides) en oligomères et monomères (*Dueholm et al.,(2001); Miron et al., (2000)*), jusqu'à ce qu'ils puissent être assimilés par les bactéries.

L'hydrolyse enzymatique est une étape dont la cinétique s'avère limitante de l'élimination de la matière organique par les flocs de boues activées. Les conditions hydrodynamiques influencent considérablement la vitesse de biodégradation, en particulier en favorisant les échanges de matière entre les agrégats et par conséquent l'accessibilité des substrats aux enzymes et aux bactéries.

Plusieurs types d'enzymes extracellulaires existent, ces derniers peuvent être regroupés dans différentes classes .Citons à titre d'exemple les protéases, composés d'enzymes très diverses catalysent l'hydrolyse de la chaîne polypeptidique des protéines en peptides et en acide aminés, les polysaccharases hydrolysent les polysaccharides en oligosaccharides et les glycosidases hydrolysent les oligosaccharides en monosaccharides.

Certains composés tels que la cellulose requiert l'intervention de nombreuses enzymes de spécificité différente pour son hydrolyse (*Priest*, (1992)).

Cependant, La distribution de ces enzymes peut varier entre la surface cellulaire, les ectoenzymes qui restent associées à la membrane du microorganisme producteur et les PEC. Les exo-enzymes qui sont libérées dans le milieu extracellulaire sous une forme libre de tout lien avec le microorganisme producteur.

IX.4. La perméation et le transfert interne des composés et des produits d'hydrolyse

Le transfert interne, diffusionnel ou perméation du substrat à l'intérieur de la cellule via la membrane ,permet la métabolisation des éléments nutritifs. Ce transfert peut être un transport enzymatique facilité grâce aux enzymes de la membrane cellulaire qui jouent le rôle de transporteur, soit un transport spécifique appelé d'une manière générale « porine » (*Nikaido, 1992*)).

Il s'agit de pores d'environ **1 nm** de diamètre, remplis d'eau, qui permettent le transport par diffusion de petits composés solubles. Dans ce type de transport, la vitesse est fortement affectée par des faibles variations de taille, de forme, de caractère hydrophobe et de charge.

En effet, seuls des monomères ou des petits oligomères sont capables de traverser la membrane bactérienne (*Egli*, (1995)). La présence de ligands spécifiques accélère la pénétration au travers des « porines », appelées dans ce cas particulier canaux spécifiques de transport. Les différents systèmes de transport peuvent coexister.

IX.5. La dégradation des composés organiques (anabolisme et catabolisme)

La dégradation correspond à la métabolisation du substrat qui se traduit par l'élimination du substrat, la libération d'énergie et la création de nouveaux matériaux (nouvelle cellule, métabolites,...). Les deux aspects du métabolisme sont le catabolisme et l'anabolisme. Le catabolisme correspond à l'ensemble des réactions qui permettent la récupération de l'énergie biologiquement utilisable et la production de métabolites de base à partir des substrats organiques ou des réserves cellulaires. L'anabolisme représente l'ensemble des réactions qui permet les synthèses cellulaires à partir des métabolites de base issus du catabolisme et d'éléments du milieu .Chacun de ces types de réactions fait intervenir des enzymes qui sont des catalyseurs spécifiques.

Quatre principaux métabolismes interviennent dans le traitement des eaux usées selon les conditions opératoires sélectionnées lors du traitement des différents types de polluants.

La dégradation aérobie de la pollution carbonée

Une grande proportion de l'énergie générée par l'oxydation du substrat carboné est utilisée pour générer du pouvoir réducteur, indispensable pour la fixation du carbone organique ; le reste est utilisé pour la croissance cellulaire des populations hétérotrophes $X_{\rm H}$.



Figure II.6. Métabolisme des hétérotrophes en condition aérobie

> La dégradation aérobie de la pollution azotée

la conversion de composés azotés réduits (organiques ou inorganiques) en éléments dans lesquels l'azote est dans un état plus oxydé est notée la nitrification , La nitrification est généralement réalisée par des micro-organismes autotrophes X_A qui utilisent le carbone minéral (HCO₃⁻, CO₂) comme source de carbone, des molécules inorganiques (NH₄⁺, NO₂⁻) comme source d'énergie (donneurs d'électrons) et l'oxygène comme accepteur final d'électrons dans la chaîne respiratoire. La nitrification est en fait une série de réactions biologiques successives convertissant l'ammonium en hydroxylamine (NH_2OH), puis en nitrites c'est la nitritation, et finalement en nitrates c'est la nitratation. Des voies intermédiaires entre NH_2OH et NO_2^- pourraient être à l'origine de la production et de l'émission des gaz N_2O et NO parfois identifiés au cours de la nitrification.



Figure II.7. Métabolisme des autotrophes en condition aérobie



Figure II.8. Métabolisme de nitritation en condition aérobie



Figure II.9. Métabolisme de nitratation en condition aérobie

> La dégradation anoxie de la pollution azotée

La pollution azotée sous sa forme oxydée sera convertie en forme gazeuse, via la formation de composés intermédiaires tels que le nitrite, l'oxyde nitrique et l'oxyde nitreux (ou protoxyde d'azote) par les hétérotrophes sous des conditions anoxiques.

Les formes oxydées de l'azote seront utilisés comme accepteur finaux d'électrons dans la chaîne respiratoire et le substrat carboné d'origine organique, comme source de carbone.



Figure II.10. Métabolisme des hétérotrophes en condition anoxie

> La dégradation aérobie de la pollution phosphorée

L'élimination biologique du phosphore est liée à deux phénomènes :

- L'élimination « classique » du phosphore pour l'anabolisme des bactéries (1 à 2 % en masse de P par MVS).
- La déphosphatation biologique basée sur l'accumulation des phosphates par la biomasse au-delà des besoins métaboliques de croissance.

La voie d'élimination biologique du phosphore favorisée, fait appel à la suraccumulation biologique puisqu'une élimination « classique » ne permettrait pas d'obtenir une épuration suffisante. Le principe de la suraccumulation biologique repose sur le transfert du phosphore de la phase liquide (eau brute) vers la phase solide (boues activées) par stockage intracellulaire. Cette accumulation est réalisée par des micro-organismes particuliers déphosphatants. La boue s'enrichit alors progressivement en phosphore jusqu'à des teneurs potentiellement très importantes (jusqu'à **0,38 mg P. g⁻¹ MVS** pour des populations déphosphatantes pures (*Wentzel et al., (1997*)). L'élimination du phosphore est alors réalisée

par soutirage des boues excédentaires, dans des conditions où le relargage de phosphore est évité ou contrôlé.

X.Modélisation des procédés de traitement biologique

Au cours des dernières années, la conception des systèmes de traitement des eaux usées a subi d'importantes évolutions : l'approche classique, maintes fois empirique et souvent statique, a été remplacée par une approche mettant en jeu des modèles permettant de simuler le fonctionnement dynamique des installations, avec un fort potentiel prédictif.

X.1.Objectifs et intérêts de la modélisation et de la simulation

La modélisation des procédés de traitement biologiques des eaux résiduaires est un moyen d'enrichir la connaissance des processus d'élimination de la pollution mis en jeu, mais également un outil pour améliorer leurs performances, optimiser leurs coûts de fonctionnement, etc...

L'étude des phénomènes physiques, chimiques et biologiques dans les systèmes de traitements par boues activées a débuté il y a plus d'une trentaine d'années. On peut modéliser le fonctionnement dynamique (en intégrant les variations en fonction du temps) d'une STEP grâce à la mise en équation des phénomènes biologiques (croissance de la population microbienne, mortalité, etc....), physiques (aération , hydraulique , décantation , etc...) et chimiques (précipitation, oxydo –réduction, etc....) qui s'y déroulent.

La simulation consiste à faire des expérimentations sur une représentation virtuelle de la STEP, à l'aide d'un logiciel et un ou plusieurs modèles (équations), décrivant les principaux processus biologiques, chimiques et physiques , mis en jeu.

Cette représentation se prête ensuite à l'étude et à des simulations identique au cas réel, en présentant l'avantage de permettre la reproduction des expériences avec un gain de temps, de moyens et d'efficacité par rapport à l'expérimentation sur site.

Le modèle du réacteur biologique va correspondre à une description des processus de dégradation de la matière organique et de la nitrification-dénitrification (voire de

déphosphatation). Il permettra d'approcher la réponse en termes de comportements qu'aurait un réacteur biologique suivant la variation d'un paramètre ou d'une donnée d'entrée.

X.2. Historique de la modélisation

Les premiers résultats significatifs ont été obtenus avec la compréhension des phénomènes biologiques, particulièrement dans la formulation des expressions pour le taux de croissance spécifiques, qui ont atteint un certain niveau de maturité.

En 1982, l'association internationale de la recherche et le contrôle de la pollution de l'eau (**IAWPRC**), a créé un groupe de travail sur la modélisation mathématique pour la conception et la mise en œuvre des processus à boues activées. L'objectif premier de l'**IAWPRC** était de passer en revue les modèles existants et d'atteindre un consensus autour du plus simple. Le résultat a été le modèle à boues activées N°1 (*Henze et al, (1987)*) également connu sous le nom d'ASM1 (Activated Sludge Model n°1). Des valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques et cinétiques ont été proposées et s'avèrent donner des résultats réalistes. Toutefois, d'une installation à l'autre, quelques modifications (calage) des paramètres sont généralement nécessaires.

D'autres modèles ont ensuite été développés parmi lesquels **ASM2** (*Henze et al*, (1995)), **ASM2d** (*Henze et al.* (1999)) et **ASM3** (*Gujer et al*, (1999)), dont les caractéristiques seront présentées succinctement par la suite.

X.3.Développement des modèles des réacteurs biologiques

Les modèles **ASM** constituent un résumé compact et élégant de l'état de l'art de la modélisation des systèmes par boues activées.

X.3.1.Le modèle ASM1

Le modèle **ASM1** (*Henze et al.*, (1987)) repose sur une description simple de phénomènes biologiques d'un système à boues activées. La simulation de son comportement met en jeu de nombreuses réactions entre un grand nombre de composants. De ce fait, pour être mathématiquement exploitable, tout en fournissant des prévisions réalistes, il doit représenter les processus fondamentaux du système. Le modèle doit prendre en compte la cinétique (vitesse de réaction) et la stœchiométrie (rapport d'un composé sur les autres dans une

réaction) de chaque processus. Les vitesses de dégradation des substrats carbonés et azotés sont exprimées en fonction de l'état de la pollution (variables d'état) et des caractéristiques de la biomasse assurant le traitement (paramètres cinétiques et stœchiométriques), suivant un certain nombre de processus.

Le modèle **ASM1** (*Henze et al.*, (1987), (1995)) est présenté sous la forme d'une matrice. La plupart de ses concepts ont été initialement et originalement proposés par *Dold et al.*, (1980) ; Il permet de simuler le traitement de la pollution carbonée et azotée. L'élimination du phosphore n'est pas considérée.

X.3.1.1.Les Unités utilisées

Le choix du paramètre permettant d'évaluer le mieux la matière organique dans l'eau usée, trois mesures reconnues sont largement répandues : la Demande Biochimique en Oxygène (**DBO**), le Carbone Organique Total (**COT**), et la Demande Chimique en Oxygène (**DCO**).

De ces dernières, la DCO à été choisie comme paramètre pour définir la quantité de la matière carbonée dans le modèle. En effet, la DCO fournit un lien entre les équivalents électrons dans le substrat organique, la biomasse et l'utilisation de l'oxygène. Ainsi, les concentrations de toutes les formes organiques, y compris la biomasse, sont exprimées en DCO dans le modèle (*Sadowski A-G. (2003)*).

X.3.1.2.Les variables d'états

Tout en restant conforme aux nomenclatures utilisées dans le modèle précédent (ASM0), ASM1 utilise toutefois un vocabulaire particulier. Les constituants insolubles (ou particulaires) portent le symbole (X), le substrat par (S), l'oxygène par (O), les constituants solubles portent l'indice (s), les constituants particulaires portent l'indice (p) et la biomasse l'indice ($_B$) (*Sadowski A-G. (2003)*).

X.3.1.2.1. Les variables carbonées

Les substances carbonées sont scindées dans l'**ASM1** en biodégradable, inerte et en biomasse ; ces trois formes se subdivisent à leur tour et nous pouvons distinguer sept fractions dans la hiérarchie (**Figure II.11**) (*Beck C et Sadowsky A. (2003)*).

Le bilan de matière de la DCO est représenté comme suit :

$$DCO_{totale} = S_I + S_S + X_S + X_{B,A} + X_{B,H} + X_I + X_P$$

$$(Eq II.1)$$

- La fraction des substrats rapidement biodégradable (S_S) est supposée être constituée de molécules simples et solubles pouvant être directement assimilées par les bactéries puis synthétisées en nouvelle biomasse ou transformées en énergie, tels que les carbohydrates (glucose, fructose); les aminoacides; les vitamines; quelque acides gras ... (Dispan .J (2003), Spérandio M. (1998), Stricker AE. (2000)).
- La fraction lentement biodégradable ou fraction particulaire organique, (X_S) : elle est constituée de molécules organiques complexes et particulaires qui nécessitent une hydrolyse enzymatique avant absorption et utilisation. En réalité, la matière organique lentement biodégradable peut être, en partie, sous forme soluble alors qu'elle est considérée, dans le modèle, comme étant totalement particulaire.



Figure II.11. Décomposition de la DCO en variables du modèle ASM1

La fraction de DCO soluble inerte (S_I) arrive jusqu' au clarificateur, elle est évacuée dans l'effluent traité. Elle peut être éliminée du système dans le processus d'extraction des boues (*Dispan .J (2003)*).

Par contre la biomasse se divise dans le modèle ASM1, en trois composantes :

- La biomasse hétérotrophe *active* (*X*_{*B*,*H*});
- La biomasse autotrophe active $(X_{B,A})$;
- Les produits particulaires provenant de la décomposition de la biomasse (Xp ou S_P).

X.3.1.2.2. Les variables azotées

L'azote est aussi composé d'une partie biodégradable et non-biodégradable. Les composés particulaires de la partie non-biodégradable de l'azote sont associés à la partie particulaire non biodégradable de la DCO. En effet, la partie soluble non-biodégradable étant généralement négligeable, elle n'est pas incorporée au modèle **ASM1**.

L'azote organique particulaire, X_{ND} , est hydrolysé en azote organique soluble, S_{ND} , en parallèle avec l'hydrolyse de la matière organique difficilement biodégradable.

Les bactéries hétérotrophes convertissent l'azote organique soluble, S_{NP} , en ammoniaque (Ammonification). Puis l'ammoniaque est transformé par les autotrophes en nitrates (Nitrification), qui à leur tour, sont réduits en azote gazeux, par une microflore hétérotrophe, en condition anoxique (*Meknassi Y-F. (2003)*).

X.3.1.2.3. Les autres variables

Les dernières deux variables décrites dans le modèle **ASM1** sont la concentration de l'oxygène dissous (S_0), exprimée comme une concentration « négative » en DCO, et l'alcalinité (S_{ALK}); l'alcalinité n'effectue pas de processus dans le modèle *(Lourenço da Silva M-d-c. (2008))*



Figure II. 12. Décomposition de l'azote total en variables du modèle ASM1

X.3.1.3.Les processus dynamiques

Les différents processus considérés dans l'ASM1 sont décrits ci-dessous :

• Croissance aérobie des bactéries hétérotrophes

Une fraction des substrats rapidement biodégradable (S_S) est consommée pour la croissance de la biomasse hétérotrophe ; l'autre partie de la fraction de S_S , est oxydée sous forme de CO₂ pour fournir l'énergie nécessaire à la croissance. La croissance est modélisée en utilisant une cinétique de Monod. L'ammonium est utilisé comme source d'azote pour la croissance et est incorporé dans la biomasse. Les deux concentrations S_S et S_O (concentration en oxygène) peuvent être limitantes pour la croissance. Ce processus contribue principalement

de façon générale à la production des nouvelles cellules bactériennes et à la dégradation du substrat (*Lourenço da Silva M-d-c. (2008)*), (*Dispan .J (2003)*).

• Croissance en anoxie des bactéries hétérotrophes

En absence d'oxygène, les bactéries hétérotrophes sont capables d'utiliser les nitrates comme accepteurs d'électrons pour dégrader S_S . Ce processus donne lieu à une production de biomasse et de l'azote gazeux N₂ (dénitrification). La même cinétique de Monod que dans le cas de la croissance aérobie est utilisée avec en plus un facteur correctif η_g (<1). Ce facteur correctif réduit la cinétique et rend compte, ainsi, soit d'un taux de croissance plus faible en conditions anoxies, soit qu'une fraction de la biomasse, seulement, est capable d'utiliser les nitrates comme accepteurs d'électrons (*Dispan .J* (2003)).

• Mortalité des bactéries hétérotrophes

Ce processus est modélisé selon le concept considérant une régénération de la matière organique par la mortalité. Les bactéries meurent à un certain taux et une fraction de ce matériel donne lieu à une fraction de matière organique non-biodégradable (X_P). Le reste de la fraction s'ajoute à la fraction de matière organique lentement biodégradable (X_S). Ce processus présente la même cinétique, quelles que soient les conditions (aérobie, anoxie ou anaérobie).

• Hydrolyse de la matière organique particulaire

La matière organique lentement biodégradable est hydrolysée en matière organique rapidement biodégradable. Ce processus est modélisé par une réaction de surface et se produit sous conditions aérobie et anoxique. Le taux d'hydrolyse est réduit en conditions anoxiques par rapport aux conditions aérobies à l'aide d'un facteur correctif η_h (<1). La cinétique est du premier ordre par rapport à la biomasse hétérotrophe présente lorsque la biomasse hétérotrophe est en quantité importante par rapport au substrat lentement biodégradable (X_B >> X_S) mais sature, lorsque la quantité de matière organique lentement biodégradable est présente en grande proportion devant la biomasse hétérotrophe (*Dispan .J (2003)*).

X.3.1.4.La forme matricielle

Les modèles bio cinétiques sont représentés sous la forme d'une matrice de Gujer (ou matrice de Petersen) (*Henze M et al (1997)*). Le principe de cette matrice peut être décrit à l'aide du modèle simpliste "**ASM0**" de croissance et décès de la biomasse hétérotrophe en conditions d'aérobiose (**Tableau II .3**).

Continuité \rightarrow				
Variable (i) 🔶	1	2	3	Cinétique
Processus (j)	X _{oho}	SB	S ₀₂	ρ
1. Croissance	1	$-\frac{1}{Y_{OHO}}$	$-\frac{1 - Y_{OHO}}{Y_{OHO}}$	$\frac{\mu_{OHO,Max}\bar{S}_{B}}{K_{S_{B},OHO}+S_{B}}X_{OHO}$
2. Décès	-1		-1	boho.Xoho
	Biomasse	Substrat	Oxygène	
	(mgCOD/L)	(mgCOD/L)	(-mgCOD/L)	
	Continuite → Variable (i) → Processus (j)↓ 1. Croissance 2. Décès	Continuite \rightarrow Variable (i) \rightarrow Processus (j) \checkmark X _{OHO} 1. Croissance 1 2. Décès -1 Biomasse (mgCOD/L)	Continuite \rightarrow 1 2 Variable (i) \rightarrow 1 2 Processus (j) \checkmark X _{OHO} S _B 1. Croissance 1 $-\frac{1}{Y_{OHO}}$ 2. Décès -1 Biomasse Substrat (mgCOD/L) (mgCOD/L)	Continuite \rightarrow 1 2 3 Processus (j) \checkmark X _{OHO} S _B S _{O2} 1. Croissance 1 $-\frac{1}{Y_{OHO}}$ $-\frac{1 \cdot Y_{OHO}}{Y_{OHO}}$ 2. Décès -1 -1 Biomasse Substrat Oxygène (mgCOD/L) (mgCOD/L) (-mgCOD/L)

 Tableau II.3. Modèle de croissance et décès de la biomasse hétérotrophe en conditions

 d'aérobiose ASM0

Chaque ligne de cette matrice représente un processus (ici il y a 2 lignes : croissance et décès), et chaque colonne une variable d'état (ici 3 : la biomasse (X_{oHo}) , le substrat (S_B) et l'oxygène (S_{O2}) . Chaque cellule contient le coefficient stœchiométrique vij associé à la variable d'état i pour le processus correspondant j. La lecture en ligne doit permettre de vérifier la continuité du processus pour chacun des éléments, c'est-à-dire qu'il n'y a pas eu de création ou de perte de matière, La dernière colonne contient l'équation cinétique du processus pj. La lecture en colonne du **Tableau II.3** permet d'écrire l'équation de bilan de matière de chacune des variables d'état (i):

Avec **Réaction** (i) = $\Sigma vij \rho j$

X.3.1.5.Les paramètres du modèle

Le Tableau **II.5** représente les valeurs des paramètres cinétiques et stœchiométriques suggérées par le groupe de travail de l'IWA (*Henze et al. (1987*)). Ces valeurs sont données à titre indicatif et peuvent varier en fonction des conditions environnementales.

La sélection des valeurs pour les coefficients cinétiques et stœchiométriques d'un modèle mathématique est la phase de calage du modèle. Dans le cas des modèles des boues activées,

le calage est réalisé à partir d'expériences spécifiques et bien contrôlées dans des réacteurs de laboratoire ou de taille pilote, dans des conditions opératoires définies.

Tableau II.4. Processus cinétiques et stœchiométriques de la dégradation de la DCO, de la dénitrification et de la nitrification, selon le modèle ASM1 (*Henze M et al (1997*)).

	r			
	Paramètre	Symbole	Valeur par défaut	Unité
	Rendement cellulaire des autotrophes	Y _A	0.24	g DCO cellulaire
es				formé/g N oxydé
s:	Rendement cellulaire des	$Y_{\rm H}$	0.67	g DCO cellulaire
tri	heterotrophes	C	0.00	tormé/g DCO oxydé
né	Fraction de la biomasse produisant de	tp	0.08	Sans dimension
	Ta mattere particulaire inerte	:	0.097	a N/a DCO dan 1
	reneur en azote de la blomasse	1 _{XB}	0.086	g N/g DCO dans la
l jæ			0.07	biomasse
Ste	I eneur en azote de la fraction	1_{Xp}	0.06	g N/g DCO dans la
	endogene		0 (1000)	masse endogene
	Taux de croissance maximal des	μ_{Hmax}	$3(10^{\circ}C)$	I/j
	heterotrophes		6 (20°C)	
	Constante de demi-saturation des	Ks	20 (10°C)	g DCO/m ³
	hétérotrophes pour le substrat Ss		20 (20°C)	- · · 3
	Constante de demi-saturation des	K _{OH}	0.2 (10°C)	g O ₂ /m ³
	hétérotrophes pour l'oxygène		0.2 (20°C)	2
	Constante de demi-saturation des	K _{NO}	0.5 (10°C)	g N-NO ₃ /m ³
	hétérotrophes pour les nitrates		0.5 (20°C)	
	Taux de décroissance des	$b_{\rm H}$	0.20 (10°C)	1/j
	hétérotrophes		0.62 (20°C)	
	Facteur de correction pour la	η_g	0.8 (10°C)	Sans dimension
S	croissance des hétérotrophes en		0.8 (20°C)	
ne	anoxie			
tiq	Facteur de correction pour la	η_h	0.4 (10°C)	Sans dimension
né	vitesse d'hydrolyse en anoxie		0.4 (20°C)	
Ci	Constante de vitesse d'hydrolyse	k _h	1.0 (10°C)	g DCO lentement
Sa	en anoxie		3.0 (20°C)	biodégradable/g DCO
și.		17	0.01 (1000)	cellulaire .j
m (m)	Constante de demi-saturation des	K _x	0.01 (10°C)	g DCO lentement
ra	heterotrophes pour d'hydrolyse		0.03 (20°C)	cellulaire
Pa	en X _S		0.00 (1000)	
	Taux de croissance maximal des	μ_{Amax}	0.30 (10°C)	1/j
	heterotrophes	**	0.80 (20°C)	
	Constante de demi-saturation des	K _{NH}	1.0 (10°C)	g N-NH ₄ /m ³
	autotrophes pour l'ammoniaque		1.0 (20°C)	3
	Constante de demi-saturation des	K _{OA}	0.4 (10°C)	g O ₂ /m ³
	autotrophes pour l'oxygène		0.4 (20°C)	2
	Constante de vitesse de	Ka	0.08 (10°C)	m³/g DCO.j
	l'hydrolyse de S _{nd}		0.08 (20°C)	
	(ammonification) par les			
	hétérotrophes			
	Taux de décroissance des	ba	0.05à 0.15 (20°C)	1/j
	autotrophes			-

Tableau II.5. Valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques (indépendants de la température) et des paramètres cinétiques du modèle ASM1.

X.3.2.Le modèle Activated Sludge Model N°2 (ASM2)

Il répond aux besoins de simulation de l'élimination biologique du phosphore (*Henze M et al (1997)*). La description de la structure interne de la biomasse permet d'inclure l'élimination du phosphore par incorporation dans la biomasse. En plus, l'ASM2 distingue deux processus chimiques qui peuvent être utilisés pour décrire la précipitation chimique du phosphore.

En conditions anaérobies (absence d'oxygène et de nitrate), le substrat rapidement biodégradable (SF) est transformé en produits de fermentation (SA).

Ce sont des bactéries hétérotrophes, dont le développement est favorisé par le passage alterné de la biomasse en phase anaérobie et aérobie, qui assurent la déphosphatation biologique. En effet, ces bactéries dégradent, en conditions anaérobies, leurs réserves en polyphosphates pour accumuler des substrats carbonés. Cette dégradation conduit à la libération de phosphates dans le milieu. Ensuite, en conditions aérobies (ou en présence d'accepteurs d'électrons), les réserves de carbone sont utilisées et les polyphosphates intracellulaires sont sur-accumulés par rapport à l'état initial.

Ce modèle pose encore des problèmes d'identification de variables et d'applicabilité, au regard de sa complexité, liée a l'intégration d'une structure interne de la cellule (*Lourenço da Silva M-d-c. (2008)*).

X.3.3.Le modèle Activated Sludge Model N°3 (ASM3)

Il a été proposé par *Gujer et al (1999)* comme une version alternative à l'ASM1. L'ASM3 prend en compte le stockage intracellulaire lors de la dégradation de la matière organique dans le processus à boues activées. Le stockage correspond à la formation de composés intracellulaires (polymères). Le processus central qui était l'hydrolyse dans l'ASM1 devient le stockage de substrats organiques dans l'ASM3 ; Le modèle semble plus prometteur, mais reste encore complexe par rapport à son prédécesseur, le modèle ASM1 (*Lourenço da Silva M-d-c. (2008)*).

Le modèle **ASM3** est plus facile à caler que le modèle **ASM1** puisque dans ce dernier toutes les variables d'état sont directement influencées par la variation des paramètres cinétiques et stœchiométriques.

ASM1 et **ASM3** sont tous les deux capables de décrire le comportement dynamique dans les stations d'épuration municipales, mais **ASM3** fonctionne mieux dans des situations où le stockage du substrat facilement biodégradable est significatif (eaux usées industrielles) (*Krist V.G et al (2003)*).



Figure II.13. Concept décrivant la biodégradation de la matière organique par les autotrophes et hétérotrophes dans les modèles ASM1 et ASM3 (*Gujer et al.*, (1999)).

Dans le modèle **ASM3**, le substrat rapidement biodégradable (S_S) est d'abord transformé en composés intracellulaires de stockage (X_{STO}), puis assimilé par la biomasse (**Figure II.13**). Le rendement global de croissance bactérienne est réparti entre un rendement de stockage (Y_{STO}) et un rendement de croissance (Y_H). La modélisation de la mortalité bactérienne est simplifiée par rapport à l'**ASM1** : une respiration endogène est proposée pour remplacer le recyclage des sous-produits générés par la mortalité bactérienne de l'**ASM1**. Les équations décrivant le stockage et l'assimilation de la matière organique sont décrites dans le **Tableau II-6**.
Tableau II.6. Processus Cinétiques et stœchiométriques de dégradation de la matière organique dans ASM 3 (Gujer et al (1999))

Composante i \rightarrow	1	2	3	4	5	6	7	
	SI	Ss	XI	Xs	$X_{\rm H}$	X _{STO}	So	Cinétique des process, $\rho_j [\mathrm{ML}^{\text{-3}} T^{\text{-1}}]$
Process j↓	(DCO)	(DCO)	(DCO)	(DCO)	(DCO)	(DCO)	(O2)	
1 hydrolyse	f _{SI}	1- f _{SI}		-1				$k_H \cdot \frac{X_S / X_H}{K_X + X_S / X_H} \cdot X_H$
2 stockage aérobie		-1				Y _{STO}	1 - Y _{STO}	$k_{STO}.\frac{S_S}{K_S + S_S}.X_H$
3 aérobie croissance					1	-1/Y _H	1/Y _H - 1	$\mu_{H}.\frac{X_{STO} / X_{H}}{K_{STO} + X_{STO} / X_{H}}.X_{H}$
4 respiration endog. aérobie			fI		-1		(1- f _I)	b _H .X _H
5 respiration aérobie of X _{STO}						-1	1	$b_{STO}.X_{STO}$
taux conversion observé [ML ⁻³ T ⁻¹]				$r_i = \sum_j v_i$	$_{j}\rho_{j}$			
paramètres stoechiométriques:								paramètres cinétiques: Hydrolyse :
rendement de croissance hétérotrophe : Y _H	(DCO)L ⁻³]	DCO)L ⁻³]	M(DCO)L ⁻³]	[M(DCO)L ⁻³]	JCO)L ⁻³]	1(DCO)L ⁻³]		$k_{\rm H}$: taux d'hydrolyse $K_{\rm X}$: constante de demi-saturation de l'hydrolyse
rendement de stockage de S _S en X _{STO} : Y _{STO}	erte soluble [M	dégradable [M(iculaire inerte [nent dégradable	phe active [M()	tracellulaire [N	xygène (O ₂)L ⁻³]	organismes hétérotrophes : k _{STO} : taux de stockage
Production de S _I lors de l'hydrolyse : f _{SI}	tière organique in	bstat rapidement	re organique part	organique lenten	iomasse hétérotro	luit de stockage ir	0 1	K_{S} : constante de demi-saturation de S_{S} $\hat{\mu}_{H}$: taux de croissance K_{STO} : constante de demi-saturation
Production de X _I lors de la respiration endogène : f _I	Mat	Su	Matiè	Matière	B	Prod		de X _{STO} b _H : taux de respiration endogène aérobie de X _H b _{STO} : taux de respiration endogène aérobie sur X _{STO}

Tableau II.7. Valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques et des paramètres cinétiques du modèle **ASM3** suggérées par le groupe de travail d'IWA (*Gujer et al (1999)*)

	Paramètres	Symbole	Unité	Valeurs à 20 °C
Paramètres œchiométriques	Rendement de croissances des hétérotrophes	$Y_{\rm H}$	g DCO X _{H/} /g DCO X _{STO}	0.63
	Rendement de stockage	Y _{STO}	g DCO X _{STO} / g DCO S _S	0.85
	Production de Si lors de l'hydrolyse	\mathbf{f}_{SI}	g DCOS _I / g DCO X _S	0
81	Production de X _I lors de la respiration endogène	\mathbf{f}_{XI}	g DCO X _I / g DCO X _H	0.2
10	Taux de croissance spécifique max .hétérotrophe	μ_{H}	Jour ⁻¹	2
	Taux de mortalité	b _H	Jour ⁻¹	0.2
	Constante de demi- saturation hétérotrophe	Ks		2
cinétique	Taux d'hydrolyse spécifique max	k _H	g DCO X _s /g DCO X _H .jour	3
2aramètres	Constante de demi- saturation pour l'hydrolyse de X _S	K _X	g DCO X _S /g DCO X _H	1
F	Taux de stockage	k _{STO}	g DCO S _s /g DCO X _H .jour	5
	Constante de demi- saturation pour le stockage de X _{STO}	K _{sto}	g DCO X _{STO} /g DCO X _H	1
	Taux de respiration aérobie à partir de X _{STO}	b _{STO}	Jour ⁻¹	0.2

Références Bibliographiques

\mathcal{A}

Adamson AW. (1990) Physical chemistry of surfaces, 5th ed. New York : Wiley.

Aquino S.F. et Stuckey D.C. (2004) soluble microbial products formation in anaerobic chemostats in the presence of toxic compounds. Water Research , 38, 255-66.

Allison D.G., Mcbain AJ. et P. G. (2000). Biofilms: problems of control, ln: *Community structure and co-operation in biofilms,* Allison D. G., Gilbert P., Lappin-Scott H. M., and Wilson M. (Eds.), 59 th symposium of the Society for general microbiology, Exeter, pp. 309-327.

Azeredo J., Visser J. et Oliveira R. (1999b). Exopolymers in bacterial adhesion: Interpretation in terms of DLVO and XDLVO theories, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 14, 141-148.

\mathcal{B}

Beck C et Sadowsky A. (2003) Protocoles de fractionnement de la DCO des eaux résiduaires urbaines et impact sur les résultats de simulation d'une station à boue activées de modèle ASM1. Université Louis Pasteur Strasbourg Ecole National de l'eau et de l'environnement de Strasbourg.

Brown MJ.et Lester JN. (1982) Role of bacterial extracellular polymers in metal uptake in pure bacterial culture and activated sludge: I- Effects of metal concentration. Water Research, 16, 1539-1548.

Bruus JH., Nielsen PH.et Keiding K. (1992) on the stability of activated sludge flocs with implications to dewatering. Water Research, 26, 1597-1604.

Bura R., Cheung M., Liao B., Finlayson J., Lee B.C., Droppo I.G., Leppard G.G. et Liss S.N. (1998). Composition of extracellular polymerie substances in the activated sludge floc matrix, Water Sci. Technol., 37, 325-333.

C

Canler JP, *Perret JM*, *Duchène P et Cotteux E (1999)* aide au diagnostic des stations d'épuration par observation microscopique des boues activées, Cemagref éditions, Paris.

Canziani R., Vismara R., Basilico D. et Zinni L. (1999). Nitrogen removal in fixed-bed submerged biofilters without backwashing, Water Sci. Technol., 40, 145-152.

Christensen BE. et Characklis WG. (1990) Physical and chemical properties of biofilms, in Biofilms ed. Characklis, WG and Marshall KG, pp 93-130, New York: John Wiley et Sons, Inc.

Chudoba, J., (1985). Inhibitory of refractory organic compounds produced by activated sludge microorganisms on microbial activity and flocculation.Wat.res.19, 197-200.

Conrad A., Kontro Suutari M., Kelnânan M.M., Cadoret A., Faure P., Mansuy-Huault L. et Block J.-C. (2003). Fatty acids profiles of lipid fractions in extracellular polymeric substances of activated sludge flocs. *Lipids,* 38, 1093-1105.

 \mathcal{D}

Daigger, G.T.et Grady, C.P.L., (1982). The dynamics of microbial growth on soluble substrates.Wat.Res. 16: 365-382.

De Beer D., Stoodley P. et Lewandowski Z. (1996). Liquid flow and mass transport in heterogeneous biofilms, Water Res., 30, 2761-2765.

Dégremont (1989), Memento technique de l'eau, Lavoisier, Vol1, Paris.

Dignac M.-F., Ginestet P., Rybacki D., Bruchet A., Urbain V. et Scribe P. (2000). Fate of wastewater organic pollution during activated sludge treatment: nature of residual organic matter, Water Res., 34, 4185-4194.

Dispan J. (2003) Biodégradabilité de la matière organique dans le continuum aquatique réseau d'assainissement- station d'épuration – milieu naturel récepteur, développement d'une méthodologie pour le fractionnement de la matière organique en classes de la biodégradabilité. Science Et Technique de L'environnement.

Dold et al., (1980) A general model for the activated sludge process .pro .wat .tech 12(6), 47.

Droppo I.G., Flannigan D.T., Leppard G.G., Jaskot C. et Liss S. (1996). Floc stabilization for multiple microscopie techniques, *Appl. Environ. Microbiol.*, 62, 3508-3515.

Droppo I.G., Leppard G.G., Flannigan D.T. et Liss S.N. (1997). The freshwater floc: a functionnal relationship of water and organic and inorganic floc constituents affecting suspended sediment properties, Water, Air and Soil Pollution, 99, 43-54.

Dueholm T.E., Andreasen K.H. et Nielsen P.H. (2001). Transformation of lipids in activated sludge, Water Sci. Technol., 43, 165-172.

Durmaz B. et Sanin F.D. (2001). Effect of carbon to nitrogen on the composition of microbial extracellular polymers in activated sludge, *Water Sci. Technol.*, 44, 221-229.

\mathcal{F}

Edeline, F., 1993. L'épuration biologique des eaux. Cebedoc éditeur.

Egli T. (1995). The ecological and physiological significance of the growth of heterotrophic microorganisms with mixtures of substrates., ln: *Advances in microbial ecology*, Vol. 14, Jones G. (Ed.), Plenum Press, New York, pp. 305386.

Eikelboom, D.H., (1975). filamentous organisms observed in activated sludge, water res, 9: 365-388.

Eriksson L., Steen 1. et Tendaj M. (1992). Evaluation of sludge properties an activated sludge plant, *Water Sci. Technol.*, 25, 251-265.

 ${\mathcal F}$

Frolund B., Palmgren R., Keiding K.et Nielsen P. (1996) Extraction of extracellular polymers fromactivated sludge using a cation ion exchange resin. Water Research, 30, 1749-1758.

Ĝ

Gschlobi T., Michel 1., Heiter M., Nerger C. et Rehbein V. (1997). Microscopie and enzymatic investigations on biofilms of wastewater treatment systems, Water Sci. Technol., 36, 21-30.

Guellil A, Thomas F., Block J.-C., Bersillon J.-L. et Ginestet P. (2001b). Transfer of organic matter between wastewater and activated sludge flocs, *Water Res.,* 35, 143-150.

Gujer, W., Henze, M., Mino, T. et van Loosdrecht, M.C.M., (1999). Activated Sludge Model No. 3. Water Sci. Technol. 39 (1), 183–193.

\mathcal{H}

Henze M. (1986) Nitrate versus oxygen utilization rates in wastewater and activated sludge systems. Wat Sci Tech; 18 p: 115-122.

Henze M, Grady C, Gujer W, Marais G et Matsuo T. (1987) A general model for single sludge wastewater treatment systems. Wat Res; 21(5) p: 505.

Henze M. (1992). Characterization of wastewater for modelling of activated sludge processes, Water Sci. Technol., 25,1-15.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C.M. et Marais, G.V.R., (1995). Activated Sludge Model No. 2. IWA Scientific and Technical Report No. 3, London, UK.

Henze M, Harremoës P, La Cour Jansen J et Arvin E. (1997) Wastewater treatment Biological and chemical processes. 2nd Edition, Germany, Springer; P: 383.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C., Marais, G.V.R. et van Loosdrecht, M.C.M., (1999). Activated Sludge Model No. 2d, ASM2D. Water Sci. Technol. 39 (1), 165–182.

Houghton JI., Quarmby J.et Stephenson T. (2000) Impact of digestion on sludge dewaterability.Trans IchemE Part B. Process Safety and Environmental Protection 2000, 78, 153-159.

J

Janning K.F., Mesterton K. et Harremoës P. (1997). Hydrolysis and degradation of filtrated organic particulates in a biofilm reactor under anoxie and aerobic conditions, Water Sci. Technol., 36, 279-286.

Jin B., Wilen B-M. et Lant P. (2004) Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dawaterability of activated sludge. Chemical Engineering Journal, 98, 115-126

Jorand F., Zartarian F., Thomas F., Block J.-C., Bottero J.-Y., Villemin G., Urbain V. et Manem J. (1995). Chemical and structural (20) linkage between bacteria within activated sludge flocs, Water Res., 29, 1639-1647.

Jorand F., Boué-Bigne F., Block J.C. et Urbain V. (1998). Hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances, *Water Sci. Technol.,* 37, 307-315.

 \mathcal{K}

Keiding K. et Nielsen P.H. (1997). Desorption of organic macromolecules from activated sludge: effect of ionic composition, *Water Res.*, 31, 1665-1672.

Krist V.Gernaey, *Mark C.M.vanLoosdrecht*, *Morgens Henze*, *Morten Lind et Sten B.JØrgensen* (2003). Activated sludge, wastewater treatment plant modeling and simulation : state of the art ; Environmental Modeling &Software, 19, 763-783.

Ĺ

Lawrence J.R., Wolfaardt G.M. et Korber D.R. (1994). Determination of diffusion coefficients in biofilms by confocal laser microscopy, *Appl. Environ. Microbio.*, 60, 1166-1173.

Levine AD., Tchobanoglous G. et Asano T. (1985). Characterization of the size distribution of contaminants in wastewater: treatment and reuse implications, *J. Water Poli. Control Fed.,* 57,805816.

Li, D.H.et Ganczarczyk, J.J., (1988). Flow through activated sludge flocs. Wat.Res. 789-792.

Li D. et Ganczarczyk J. (1991). Size distribution of activated sludge flocs, Res. J. Water Pollut. Control Fed., 63, 806814.

Li X.-Y., Yuan Y. et Wang H.-W. (2003). Hydrodynamics of biological aggregates of different sludge ages: an insight into the mass transport mechanisms of bioaggregates, *Environ. Sci. Technol.*, 37, 292-299.

Liao, B.Q., Allen D.G., Droppo I.G., Leppard G.G. et Liss S.N., (2001). Surface properties of Sludge and their role in bioflocculation and settleability, Water Research. 35, 339-350.

Liss S.N., Droppo I.G. et Flannigan D.T. (1996). Floc architecture in wastewater and natural riverine systems, *Environ. Sci. Technol.*, 30, 680-686.

Liu, *R. et Huang*, *X*., (2005). Microbial behaviour in membrane bioreactor with complete sludge retention. Process biochemistry. 40, 3165-3170.

Liu, Y. et Fang, H.P., (2003) Influences of extracellular polymeric substances (EPS) on flocculation, settling, and dewatering of activated sludge. Crit. Rev. Env. Sci. Tec. 33, 237-73.

Lourenço da Silva M-d-c. (2008) Effet de variabilité du fractionnement de la pollution carbonée sur le comportement des systèmes de traitement des eaux usées par boues activées. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieurs des industries chimiques, Nancy-France

\mathcal{M}

McKinney RE. (1952) A fundamental approach to the activated sludge process II. A proposed theory of floc formation. Sewage Industrial Wastes, 24, 280-7

Meknassi Y-F. (2003) Traitement biologique des eaux usées hautement riches en matières nutritives provenant d'abattoir de porcs dans un réacteur biologique séquentiel. Université du Québec Institut National de la Recherche Scientifique Eau, Terre et Environnement.

Metcalf et Eddy, (2003). Wastewater Engineering. Treatment, disposal, reuse. 4^{ème} édition.

Miron Y., Zeeman G., Van Lier J.B. et Lettinga G. (2000). The role of sludge retention time in the hydrolysis and acidification of lipids; carbohydrates and proteins during digestion of primary sludge in CSTR systems, *Water Res., 5,* 1705-1713.

${\mathcal N}$

Neyens, E., Bayens, J., Dewil, R.et Deheider, B., (2004). Advanced sludge treatments affects extracellular polymeric substances to improve activated sludge dewatering. Hazardous Materials. 83-92.

Nikaido H. (1992). Porins and specific channels of bacterial outer membranes, Mol. Microbiol., 6 (4):435-42.

0

Ohron D. et Çokgor E.U. (1997). COD fractionation in wastewater characterization-The state of the art, J. *Chem.Tech. Biotechnol.*, 68, 283-293.

\mathcal{P}

Priest F.G. (1992). Enzymes, extracellular, In: *Encyc/opedia* of *microbiology*, Vol. 2, Priest F. G. (Ed.), Academic Press Inc, 81-93.

\mathcal{R}

Rejsek F, (2002). analyse des eaux, aspects réglementaires et techniques, CRDP Aquitaine

S

Sadowski A-G. (2003) Optimisation d'une installation de traitement par boues activées lors de surcharges de pollution en période de vidange. Ecole Nationale du génie de l'eau et de l'environnement de Strasbourg.

Schmid M., Thill A., Purkhold U., Walcher M., Bottero J.Y., Ginestet P., Nielsen P.H., Wuertz S. et Wagner M. (2003). Characterization of activated sludge flocs by confocal laser scanning microscopy and image analysis, Water Research, 37, 9, 2043-2052.

Servais P., Barillier A. et Garnier J. (1995). Determination of the biodegradable fraction of dissolved and particulate organic carbon in waters, Annals Limnol., 31, 75-80.

Sobeck DC.et Higgins MJ. (2002) .Examination of three theories for mechanisms of cation-induced bioflocculation. Water Research, 36, 527-538.

Spath R., Flemming HC.et Wuertz S. (1998) Sorption properties of biofilms. Water Science and Technology 37, 207-210.

Spérandio M. (1998) Développement d'une procédure de compartimentation d'une eau résiduaire urbaine et application à la modélisation dynamique de procédés à boues activées. Thèse de doctorat, Génie des procédés, INSA Toulouse.

Sponza DT. (2002) Extracellular polymer substances and physicochemical properties of flocs in steady- and unsteady-state activated sludge systems. Process Biochemistry, 37, 983-998

Sponza D.T. (2003). Investigation of extracellular polymer substances (EPS) and physicochemical properties of different activated sludge flocs under steady-state conditions. *Enzyme and Microb. Technol.*, 32, 375-385.

Stricker AE. (2000) Application de la modélisation à l'étude du traitement de l'azote par boues activées en aération prolongée : comparaison des performances en temps sec et en temps de pluies. Thèse de Doctorat, ENGEES, Université Strasbourg I-Louis Pasteur, Strasbourg.

Struijs J., Stoltenkamp J. et Van De Meent D. (1991). A spreadsheet-based box model to predict the fate of xenobiotics in a municipal wastewater treatment plant, Water Res., 25, 7, 891-900.

\mathcal{T}

Tezuka Y. (1969) .Cation dependent flocculation in a Flavobacterium species predominant in activated sludge. Applied Microbiology and Biotechnology, 17, 222-226.

Toh S.K., Tay J.H., Moy B.Y.P., Ivanov V. et Tay S.T.L. (2003). Size-effect on the physical characteristics of the aerobic granule in a SBR, *App/. Microbio/. Biotechno/.*, 60, 687-695.

Tsuneda, S., Aikawa, H., Hayashi, H., Yuasa, A. et Hirata, A.,(2003). Extracellular polymeric substances responsible for bacterial adhesion onto surface, FEMS Microbiology Letters, 223, 287-292.

U

Urbain V., Block J.-C. et Manem J. (1993a). Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach, Water Res., 27,829-838.

\mathcal{V}

Vedry, B., 1987. Analyse écologique des boues activées. Ed Brucker . Vol.12, 392-396.

Vogt M., Flemming H.-C. et Veeman W.S. (2000). Diffusion in *Pseudomonas aeruginosa* biofilms: a pulsed field gradient NMR study, *Journal* of *Biotechnology*, 77, 1, 137-146.

\mathcal{W}

Wang J., Huang C.P., Allen H.E., Cha D.K. et Kim D.-W. (1998). Adsorption characteristics of dye onto sludge particulates, Journal of Colloid and Interface Science, 208, 518-528.

Wentzel M.C., Ubisi M.F., et Ekama G.A. (1997) Heterotrophic active biomass component of activated sludge mixed liquor. Wat. Sci. Tech. **37**[4-5], 79-87.

Wilen, B.M., Jin, B.et Lant, P., (2003). The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties, Water Research, 37, 2127-2139.

Wingender J., Neu TR.et Flemming HC. (1999) Microbial extracellular polymeric substances: characterisation, structure and function. Ed Springer : p 123. Berlin

Liste des Illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure	Page
1	Schéma général du procédé de traitement des eaux résiduaires par boues activées	20
2	Visualisation microscopique d'une boue activée prélevée au niveau du bassin d'aération de la station de <i>CHELGHOUM LAID</i> (agrandissement ×20)	21
3	Exemple des espèces microbiennes présentes dans les boues activées	22
4	Chaine trophique des boues activées d'après <i>Verdy</i> . <i>B</i>	26
5	Etapes de formation des flocs microbiens	28
6	Métabolisme des hétérotrophes en condition aérobie	36
7	Métabolisme des autotrophes en condition aérobie	37
8	Métabolisme de nitritation en condition aérobie	37
9	Métabolisme de nitratation en condition aérobie	37
10	Métabolisme des hétérotrophes en condition anoxie	38
11	Décomposition de la DCO en variables du modèle ASM1	42
12	Décomposition de l'azote total en variables du modèle ASM1	44
13	Concept décrivant la biodégradation de la matière organique par les autotrophes et hétérotrophes dans les modèles ASM1 et ASM3 (<i>Gujer et al.</i> , (1999)).	50

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau	Page
1	Population des boues activées d'après Canler et al (1999)	23
2	Classification de la faune des boues activées en fonction de la charge massique (AN V.1) (Verdy. 1987).	24
3	Modèle de croissance et décès de la biomasse hétérotrophe en conditions d'aérobiose ASM0	46
4	Processus cinétiques et stœchiométriques de la dégradation de la DCO, de la dénitrification et de la nitrification , selon le modèle ASM1 (<i>Henze M et al (1997)</i> .	47
5	Valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques (indépendants de la température) et des paramètres cinétiques du modèle ASM1 .	48
6	Processus Cinétiques et stœchiométriques de dégradation de la matière organique dans ASM 3 (<i>Gujer et al (1999)</i>)	51
7	Valeurs par défaut des paramètres stœchiométriques et des paramètres cinétiques du modèle ASM3 suggérées par le groupe de travail d'IWA <i>(Gujer et al (1999))</i>	52

Chapitre III

Les dysfonctionnements dans les stations d'épuration « Savoir pour prévoir, afin de pouvoir » Auguste Bomte

Sommaire -

I.Introduction

II. Type de croissances

III.Les paramètres caractérisant les édifices biologiques

IV.Les paramètres utilisés pour diagnostiquer les dysfonctionnements dans la présente étude

V.Typologies des problèmes biologiques

V.1. Les dysfonctionnements non biologiques

V.2. Les dysfonctionnements biologiques

VI.Modélisations mathématiques des dysfonctionnements

VII. Les dysfonctionnements dans les STEPs et les mesures respirométriques

I. Introduction

Le développement des microorganismes est une condition nécessaire au bon fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées. Bien que nécessaire, cette condition n'est cependant pas suffisante. Les caractéristiques de la biomasse influent directement sur la structure des flocs, leur densité et donc en définitive leur aptitude à la décantation. En conséquence, les difficultés d'ordre biologique riment le plus souvent avec les difficultés de décantation.

La structure agrégée est une adaptation des micro-organismes à leur environnement, créant un microenvironnement qui leur procure en particulier un maximum d'efficacité de piégeage des substrats macromoléculaires et le confinement des exo-enzymes à proximité de cellules.

Cette biofloculation est un phénomène complexe mettant en jeu de nombreux mécanismes inter-réactionnels entre les divers constituants des boues, mais elle reste étroitement dépendante de plusieurs paramètres.

L'ensemble des stations d'épuration des eaux usées et plus particulièrement celles utilisant les boues activées, sont sujettes à des dysfonctionnements soient ponctuels (durant plusieurs semaines par an, 2 à 3 semaines, parfois plusieurs fois par an), soient à des dysfonctionnements récurrents (durant plusieurs mois par an, 3 à 6 mois) et plus gravement à des dysfonctionnements permanents, tout au long de l'année. Ces dysfonctionnements, diminuent sévèrement les potentialités de la station, impliquant un surcoût d'exploitation et pénalisent très fortement le fonctionnement hydraulique du décanteur secondaire.

Ce chapitre récapitulera les différents types de dysfonctionnements pouvant surgir dans les STEPS ainsi que les paramètres provocants et amplifiants, ces problèmes. Les différentes solutions curatives et les dispositions à prendre au niveau de l'exploitation des STEPs pour lutter contre ces dysfonctionnements, seront également énumérées.

Le foisonnement sera plus amplement détaillé puisque c'est le type de dysfonctionnement le plus largement répandu dans les STEPs.

II. Type de croissances dans les bassins biologiques

Dans les bassins biologiques trois types de croissances de la population bactérienne peuvent être constatés (**Figure.III.1.**). Ces trois formes cohabitent, mais la croissance floculée doit dominer pour faciliter la séparation floc bactérien-eau usée traitée, au niveau du clarificateur et de garantir ainsi une bonne qualité de l'effluent traité.

La croissance Dispersée

Les bactéries sont libres les unes par rapport aux autres dans le liquide interstitiel. Cette situation s'observe lors du démarrage des STEPs et en condition de forte charge massique. Les nouvelles cellules peuvent se disperser ou bien rester groupées au sein d'une colonie structurée par un mucilage exo-polysaccharidique. Ce type de croissance peut ingérer des mousses blanchâtres à coloration claire dans les bassins biologiques avec, de faibles performances épuratoires.

La croissance Floculée

Cette forme de croissance représente l'état normal d'une boue et garantit un traitement suffisant. Les bactéries sont regroupées en amas, très souvent autour d'un support organique ou minéral (le floc). La cohésion de l'ensemble est assurée par la production d'exopolysaccharides (**PEC**). Ce type de croissance est recherché dans le traitement de l'eau usée.

La croissance Filamenteuse

Lors de la multiplication cellulaire, la séparation des cellules mères et filles n'a pas lieu en totalité. Les cellules mères et filles restent en contact voire partagent une paroi cellulaire. Ce type de croissance observé également chez les champignons ,conduit à la formation de filaments pouvant atteindre **1000** μ m de long (*Gerardi M.H*.,(2002)). Les conditions du

milieu et les défaillances dans l'exploitation des ouvrages des STEPs, sont des facteurs déterminants.



Figure .III.1 Les différentes types de croissances dans une boue activée (a) croissance filamenteuse, (b) croissance floculée, (c) croissance dispersée.

III. Les paramètres caractérisant les édifices biologiques

La détermination des caractéristiques des édifices biologiques dans les STEPs fournit des informations complémentaires revêtant une grande importance dans la compréhension des phénomènes hydrodynamiques, régissant la séparation boue-eau traitée. La composition biochimique des flocs et la variation des conditions environnantes du milieu dans lequel ils évoluent, caractérisent et différencient ces édifices (**Figure .III.2.**).

IV. Les paramètres utilisés pour diagnostiquer les dysfonctionnements dans la présente étude

A partir d'un diagnostic précis, il est possible de remonter aux origines des différents dysfonctionnements et envisager des solutions adaptées à chaque cas ,où plusieurs paramètres peuvent renseigner sur la qualité de l'édifice microbien et du liquide interstitiel. Dans le

cadre de ce mémoire, quatre principaux paramètres seront suivis et permettront de fournir des informations instantanées sur la qualité des suspensions biologiques dans les différents cas étudiés.



Figure .III.2. Paramètres caractérisant et influençant la composition des édifices biologiques (selon *Jin .B et al. (2003)*).

IV.1.Examens microscopiques

Les observations des liqueurs permettent :

- de caractériser la microfaune (biodiversité) et plus particulièrement les filaments :

 a) soit à l'état frais selon leurs critères morphologiques (largeur, longueur, forme de filament, présence de gaine, forme de cellules, mobilité..);
 b) soit à l'aide de colorations cytoplasmiques où les trois colorations couramment utilisées sont, le Gram caractérisant le type de paroi cellulaire, le Neisser, mettant en évidence la présence éventuelle de granules de poly-phosphates et le Noir de Soudan, mettant en évidence la présence éventuelle de granule de PHB (Poly-Hydroxy-Butyrate, forme de stockage des acides gras volatils) (*Durban.N. (2015)*) (AN III.1);
- de mesurer la taille des flocs (Tableau III.1) ;
- de quantifier la distribution des tailles des flocs ;
- de visualiser l'état du liquide interstitiel (filaments libres, bactéries dispersées...)
- d'apercevoir l'état de floculation (le compactage des flocs, la présence des ponts inter-flocs et la formation de flocons ouverts...) (AN III.2).

L'abondance des filaments peut être estimée en attribuant un « indice filamenteux » (**IF**) global ou spécifique à chaque espèce (*Jenkins.D et al.* (2004)); Cet indice est attribué de façon subjective selon l'abondance des filaments dans les flocs, suivant une échelle allant de **0 à 6**. Le **Tableau** (**III.2**) décrit la classification de ces indices filamenteux (*Gerardi M.H*,(2002)).

La densité d'organismes filamenteux observés dans un échantillon ,peut aussi être estimée en se basant sur les images de référence, contenues dans les différents guides disponibles, à citer celui d'*Eikelboom, D. H. (2000)* (AN III.3).

Classification	Diamètre moyen
Petit floc	< 25µm
Moyen floc	25-250 μm
Large floc	> 250µm

Tableau III.1. Cla	ssification des	flocs selon	leurs tailles	(Eikelboom,	<i>D</i> . <i>H</i> .	(2000))
--------------------	-----------------	-------------	---------------	-------------	-----------------------	---------

Cette estimation instantanée d'IF n'est pas toujours clairement corrélée avec les paramètres appréciant la décantation biologique tels-que l'IB, puisque la décantation sera non seulement

influencée par le nombre de filaments existants, mais aussi par le type de ces filaments (AN III.4).

Des valeurs intermédiaires peuvent être attribuées à l'indice IF, pour mieux décrire les visualisations faites (surtout pour des IF entre 3 et 4).

Les filaments incorporés dans les flocs compacts ne peuvent être dénombrés pour l'estimation de l'indice filamenteux. L'effet de ces filaments enfermés sur les caractéristiques de la décantation est très faible *(Eikelboom, D. H. (2000))*.

IF	Qualification Description		Impact enregistré sur la décantation
0	Absence	Absence total des filaments	Non
1	Insignifiant	Présence minime de quelques filaments	Non
2	Quelques filaments	Présence occasionnelle de filaments dans un nombre réduit de flocs	Non
3	Fréquent	Présence des filaments dans la majorité des flocs mais à faible densité (1-5 filaments par floc)	Non
4	Très fréquent	Présence des filaments dans la majorité des flocs à moyenne densité (6-20 filaments par floc)	Oui
5	Abondant	Présence des filaments dans la majorité des flocs à forte densité (>20 filaments par floc)	Oui
6	Excessive	Présence des filaments dans la majorité des flocs, les filaments sont plus abondants que les flocs ou prolifération excessive des filaments dans le liquide interstitiel	Oui

Tableau III.2.Indices Filamenteux (IF) (Gerardi M.H., (2002)).

IV.2.Turbidité du surnageant

La mesure de la turbidité des boues activées ne révèle pas des informations précises, mais c'est plutôt celle du surnageant issu de celles-ci, après un certain temps « t » de décantation, qui fournira beaucoup d'informations sur l'aptitude à la décantation, l'état du liquide interstitiel et la présence de certains flottants spécifiques tels que les graisses, les tensioactifs,ect.

Cette simple mesure reste la plus fréquemment utilisée dans les différents diagnostics établis et permet d'estimer l'activité de floculation (*More T.T et al (2012*)) selon la relation suivante :

Capacité de floculation (%) =
$$(1 - \frac{TUR_E}{TUR_R}) \times 100$$
 (Eq III.1)

On définit :

TUR_E: Turbidité du surnageant de l'échantillon après 30 min de décantation (NTU)

 TUR_R : Turbidité du surnageant de l'échantillon de référence après 30 min de décantation (NTU)

IV.3. Indice du Molhman (IM) / Indice de Boue (IB)

L'indice de Mohlman (*Mohlman*, *F.M.*, (1934)) est défini comme étant le volume occupé après décantation de 30 minutes d'un échantillon de boues correspondant à 1 gramme de matière sèche.

$$IM = \frac{Volume \ de \ boue \ décanté \ en \ 30 \ min \ (\frac{mL}{L})}{Masse \ de \ matière \ sèche \ (\frac{g}{L})}$$
(Eq III.2)

L'indice volumique des boues est le volume des boues après **30 min** de décantation rapporté à l'unité de matière en suspension (MES), souvent exprimé en **cm³.g⁻¹ de MES** (*Rodier .J et al* (2009)) ; L'indice peut aussi s'exprimer seulement au travers du volume occupé par un litre initial de boues, après **30 min** de décantation.

$$IB = \frac{V30}{MES}$$
(Eq III.3)

 V_{30} = Volume de boues dans l'éprouvette après décantation de 30 min, exprimé en mL.

MES = Concentration des boues dans l'aérateur (exprimée en g .L⁻¹ de matières sèches).

Ces indicateurs sont généralement utilisés pour :

 Caractériser l'aptitude à la décantation d'une boue (Tableau III.3) où plus les flocs sont denses, hydrophobes, sphériques, plus ils se séparent vite de l'eau libre environnante. Ce suivi sera à titre préventif ou après la mise en œuvre de solutions curatives;

Gérer la concentration de boues dans la mesure où l'indice reste stable dans le temps.
 Cette caractéristique est aussi importante en filtration où l'on cherche à déshydrater la boue.
 Tableau III.3. Evaluation de la décantabilité de la suspension par la mesure de L'IB

IB (cm ³ /g MES)	Qualification	Effets sur la décantation
<100	Excellent	Condition idéale : les boues sédimentent facilement et sont le plus souvent bien minéralisées (MVS< 65%)
100-150	Modérée	Condition acceptable pour des installations fonctionnant à faible charge ou en aération continue
>150	Mauvaise	Difficultés possibles de décantation liées au développement des bactéries filamenteuses

Les mesures de L'**IB** sont souvent utilisées comme méthode alternative pour la détermination de la vitesse de décantation de la zone (**ZSV**), mais en raison de sa forte dépendance de la concentration des boues ,surtout pour les valeurs élevées et l'influence des dimensions du cylindre de mesure ; d'autres paramètres ont été suggérés afin de minimiser les inconvénients mentionnés dans ce test standard.

L'indice de boue dilué (*Stobbe C.T. (1964)*), une étape de dilution par l'eau traitée avant désinfection est introduite afin d'obtenir un V_{30} compris entre **150** et **250 mL .L**⁻¹. Si cette démarche n'est pas réalisée, l'indice est appelé indice de Mohlman .

L'indice de volume spécifique à l'agitation (*White*, *M.J.D* (1975, 1976)) : ce test est mené pour une concentration des MES de **3.5 g** \cdot L⁻¹ et une vitesse d'agitation de **1rpm**.

IV.4. Le Temps de Succion Capillaire (CST)

L'eau libre dans une boue activée peut être facilement séparée par épaississement ou par de faibles moyens mécaniques et se comporte thermodynamiquement comme une eau pure. L'eau liée, d'autre part, est maintenue fermement dans la matrice du floc, liée ou piégée entre les composants de boue et ne peut pas être ôtée par des moyens mécaniques.

Cette fraction représente une petite proportion de l'eau totale avec un potentiel chimique différent de celui de l'eau libre.

Les flocs de la boue activée ont une composition hétérogène complexe avec des caractéristiques différentes qui affectent la déshydratation, en particulier la distribution de taille (*Karr P.R. et al (1978), Sorensen .P.B. et al. (1995)*). Le **CST** est une méthode simple et rapide pour caractériser la déshydratation de ces boues (*Vesilind .P.A.(1988)*, *Chen.G.W et al (1996)*).

Gale .R.S et Baskerville .R.C.(1967, 1968) ont mis au point la méthode du « temps de succion capillaire »(**CST**) à petite échelle comme moyen pratique et commode pour mesurer la filtrabilité sans recourir à une source externe de pression ou d'aspiration. Elle a été appliquée à une large gamme de suspensions urbaines et industrielles. Le **CST** a été largement utilisé pour l'évaluation de la déshydratation des boues activées.

Le temps de succion capillaire (Capillary Suction Time), correspond au temps mis par l'eau pour parcourir une distance fixée dans un papier filtre. Ce processus de filtration englobe deux mini-processus en série, la filtration de la boue et la pénétration du filtrat dans le papier filtre.

Un petit réservoir cylindrique contient quelques millilitres de filtrat en contact avec un papier filtre, la différence de pression entre le résidu de la filtration et le filtrat, typiquement **5-10** KPa (*Meeten .G.H. et Smeulders .J.B.A.F (1995)*) provient de la différence de pression capillaire à travers le ménisque liquide-air du front de mouillage dans le papier filtre.

Pour assurer une reproductibilité suffisante de l'essai, la mise en place de l'appareil **CST** doit être effectuée en sélectionnant un papier filtre homogène et en évitant l'interaction du filtrat avec le papier **CST** et son support (*Hajime .U. et al, (1983)*).

Le temps de succion capillaire exprimé en secondes permet d'estimer le pourcentage de déshydratation, selon l'équation suivante (*More T.T et al (2012*)) :

Pourcentage de déshydratation =
$$\frac{CST_R - CST_E}{CST_R} \times 100$$
 (Eq III.4)

 CST_R : Temps de succion capillaire de Référence (s)

CST_E : Temps de succion capillaire de l'Echantillon (s)

Plus basse est la valeur du temps de succion capillaire, meilleure est la filtrabilité. Plusieurs paramètres peuvent influencer les valeurs du **CST** mesurées, on peut noter :

- La pression à travers la couche de la boue ;
- La résistance spécifique moyenne à la filtration ;

- La masse de gâteau déposée par unité de volume de filtration (concentration des MES ou de matières sèches);
- La surface de filtration ;
- La viscosité du filtrat ;
- La perméabilité du filtrat à travers la couche de boue ;
- L'humidité relative du filtrat ;
- La température du filtrat.

À basse température la viscosité du filtrat diminue, par exemple de **10 à 40** ° **C** par un facteur de deux (*Podolsky*, *R.D.*(1994)).

Les valeurs du temps de succion capillaire peuvent être standardisées en les rapportant à leurs concentrations en **MES** (*Huacheng*. *X* et al (2011)), les temps de succion capillaire seront exprimés en s .L. g^{-1} de MES.

Depuis l'adaptation de l'analyse par CST mètre comme mesure quantitative des propriétés de différentes suspensions, elle a connu un large champ d'application, passant par l'évaluation de la stabilité mécanique des forages pétroliers (*Meeten G.H. et Lebreton C. (1993)*), jusqu'à l'optimisation des polymères, pour l'amélioration de la qualité de floculation des suspensions (*More T.T et al (2012)*).

Le **Tableau III.4** regroupe quelques exemples d'application de la mesure du temps de succion capillaire.

Référence des Travaux	Domaine d'application	Type de suspension	Paramètres mesurés
			Etude de l'ajout des
Arsène .M.Seka et	Etude de l'effet de l'ajout d'un	suspension organique	différents composés sur la
al (2001)	mélange d'un polymère cationique,	(trois boues activées	constante de filtrabilité K ,
	d'un agent lestant et d'un biocide	hautement	SV ₃₀ , OUR , le taux de
	sur les caractéristiques de	foisonnées)	viabilité microbien, DCO,
	différentes boues		l'azote oxydé et les MES
Cerozo.P et al	Etude de la capacité de rétention de	Suspension minérale	Mesure du CST des
	l'eau par différents types d'argiles	d'argile	différentes suspensions et

Tableau III.4. Exemples d'application de la mesure du temps de succion capillaire

(2001)	utilisés dans les traitements gastriques (Traitement symptomatique de la diarrhée)		étude de la relation entre le CST et les valeurs de l'adsorption au bleu de méthylène
Jin .B et al (2003)	Etude de l'effet des caractéristiques physiques, chimiques et morphologiques des flocs sur leur décantation et leur compression	Suspension organique « boues activées de différentes STEP urbaines et industrielles »	Etude des relations entre les paramètres caractérisant le floc (IF, viscosité, composition ,PEC, cations, distribution de taille) et sa décantation et compression
Turchiuli .C et Fargues .C (2004)	Optimisation de la dose de deux coagulants (sulfate d'aluminium et chlorure ferrique)	Suspension minérale d'argile	Etablir une corrélation entre les mesures du CST et la teneur en eau liée.
Jin .B et al (2004)	Etude de l'effet des caractéristiques des flocs sur leur déshydratation (la filtrabilité)	Suspension organique « boues activées de différentes STEP urbaines et industrielles »	Etude des relations entre les paramètres caractérisant le floc : IF, viscosité, composition, PEC, cations, distribution de taille) et sa déshydratation
Wojciechowska.E (2005)	Etude de l'effet des radiations micro-ondes sur la déshydratation de trois types de boues	Suspension organique : boues issues d'un traitement primaire, d'un traitement secondaire et d'une digestion.	Le CST, la résistance spécifique à la filtration et la quantité de matière sèche ont été évalués avant et après traitement par les radiations
Seungmin.N et al (2007) Huacheng.X et al	Etude de l'effet du traitement par ultrasons sur les paramètres physico-chimiques et les propriétés	Suspension organique après une digestion	Etude de l'effet de traitement par ultrasons sur la déshydratation des

(2011)	des boues digérées	anaérobique	boues, sur l'efficacité du traitement et la production de biogaz
Shao. L et al (2009)	Etude de l'effet de la température et du pH sur la déshydratation des boues digérées	Suspension organique après une digestion anaérobique à différentes conditions	Effet de la combinaison de 4 conditions spécifiques sur le CST, sur la concentration des protéines et polysaccharides
Marinetti .M et al (2010)	Etude de la relation entre le comportement rhéologique des boues et leur déshydratation ,sans et avec ajout de polymère	Suspension organique digérée	Etablir des corrélations entre le CST et le taux de stress et l'énergie spécifique de cisaillement
More T.T et al (2012)	Optimisation de la dose des PEC sécrétés, d'une série de boues ayant subi différents prétraitements (stérilisation humide, thermique-basique, thermique-acide) pour améliorer la floculation d'une suspension synthétique	Suspension minérale d'argile de Kaolin	Calcul du % de déshydratation et de l'activité de floculation
Fenxia .Ye et al (2012)	Etude du prétraitement par le ferrate de potassium sur les caractéristiques physico-chimiques des boues	Suspension organique de boue activée	Effet de l'ajout de différentes doses du K ₂ FeO ₄ sur la concentration des PEC, SVI, CST, taille des flocs :

V. Typologies des problèmes biologiques

Les boues activées sont sujettes à des variations qualitatives qui rendent souvent précaire la bonne séparation boue-eau épurée dans le décanteur. L'interruption ou la mauvaise floculation des édifices biologiques sont à l'origine d'une multitude de raisons, qui peuvent agir isolément ou en synergie. Ces difficultés d'agglomérations peuvent être regroupées dans deux classes principales (**Tableau III.5**).

Tableau III.5. Classification des typologies des problèmes biologiques

	Dysfonction biologic		Dysfo	nctionnements	non biologiqu	ues	
Typologie des	Foisonnement biologique	Mousse biologique	Floc léger	mousse des tensio- actifs	mousse de démarrage	les matières flottantes	Défloculation
difficultés							

V.1.Les dysfonctionnements non biologiques

V.1.1. Le floc léger « en tête d'épingle »

C'est une bio-floculation normale mais avec des particules de taille trop petites pour être convenablement séparées dans le décanteur secondaire, le voile de boue est souvent diffus et mal délimité.

L'observation microscopique révèle une population diversifiée mais le test de décantation montre souvent des particules en suspension dans le surnageant.

Cette situation est due principalement à :

- L'absence des particules lestantes, cas souvent rencontrés dans les effluents industriels peu concentrés en matières en suspensions (industrie agroalimentaire, pharmaceutique...)
- Une décantation primaire ou un prétraitement physico chimique très poussé
- Des contraintes hydrodynamiques trop importantes causées par exemple par la vitesse de rotation des aérateurs de surface

Deux interventions peuvent remédier à ce type de dysfonctionnement :

- Le lestage du floc par l'ajout de certains réactifs chimiques (talc, cendre...);
- Des modifications dans les conditions de fonctionnement de la STEP (conditions d'alimentation, by-pass du décanteur primaire en tenant compte des capacités d'aération du bassin biologique, vitesse d'agitation....).

V.1.2. La défloculation

La défloculation est caractérisée par une destruction du floc et se manifeste par une augmentation de la turbidité de l'effluent traité, la microfaune est peu nombreuse ou peu diversifiée et même absente dans certains cas. Cette défloculation totale ou partielle est due principalement :

- Aux apports d'effluents toxiques ;
- Acidification du milieu, due soit aux apports externes dans le réseau d'alimentation soit à une nitrification excessive ;
- Apport important de sel ;
- La présence des tensio- actifs ;
- Conditions de charges massiques extrêmes (très forte- un à coup à très faible).

Dans certains cas, ce type de dysfonctionnement est dit '« Zoogléal » caractérisé par l'augmentation de l'hydratabilité du floc due à un déséquilibre nutritionnel (abondance des composés carbonés dans l'effluent). Les solutions passent par :

- Une suppression de l'apport des toxiques dans les réseaux d'assainissement ;
- Une meilleure protection du réseau ;
- La création de bassin tampon ;
- La neutralisation des effluents ;
- Equilibrer l'apport nutritionnel.

V.1.3.Les mousses de démarrage

Ce sont des mousses blanchâtres et légères se développant rapidement dés la mise en service de la station d'épuration. Une efficacité limitée du traitement accompagne ce phénomène transitoire à cause de la croissance dispersée de la flore microbienne (**Figure III.3.**). La

situation se normalise dés la maturité de la boue activée après un accroissement de l'âge des boues.



Figure III.3. Les mousses de démarrage

V.1.4.Les mousses de tensioactifs

Les mousses, sont souvent liées à un déversement massif de détergents même biodégradables, généralement à cause des apports industriels. Les solutions passent par l'identification du problème, puis par la suppression des apports (de type industriel bien souvent) ou par l'ajout d'agents anti-mousse (**Figure III.4**). Des mousses semblables peuvent être causées par l'apport important de matières organiques colloïdales tel que le sang, ou par l'arrivée d'hydrocarbures dans l'influent.



Figure III.4.Les mousses de tensioactifs

Chapitre III

V.1.5. Les matières flottantes

Ces flottants instables se caractérisent par la présence de particules de boues non associées à des bactéries filamenteuses et sont facilement désagrégés après agitation ou arrosage (averse de pluie) (**Figure III .5**).



Figure III .5. Les mousses de dénitrification

L'origine de ce dysfonctionnement peut varier d'un cas à l'autre (*Canler J.P (2005)*) (**Tableau III.6**).

Tableau III.6. Origines et caractéristiques des différents flottants

Couleur des flottants	Blanchâtre	Marron clair	Marron foncé ou noir
Origines	Dégraissage insuffisant, boulettes de graisse	 Dégazage insuffisant dénitrification incomplète. Une nitrification spontanée dans les STEP à moyenne ou forte charge massique. 	Boues fermentées suite à l'anaérobiose
Emplacement	Surface des bassins	Surface du clarificateur	Surface du clarificateur ou zones peu agitées des bassins
Aspect		Présence de microbulles d'azote gazeux ou autre au	 Odeur désagréable Bullage due à la présence du méthane

	-	sein des flocs diminuant la densité apparente de la boue.	-	Présence d'une microfaune spécifique de types flagellés
Actions à entreprendre	Renforcement et maitrise de l'étape de prétraitement	 Ajustement du temps de séjour dans le clarificateur. Emplacement d'un bon dégazeur. Meilleure maitrise des plages d'aération et d'anoxie. Meilleure maitrise du brassage 	-	Ajustement des puissances mises en œuvre lors de l'agitation. Réglage du racleur au niveau du clarificateur Elimination des zones mortes dans les différents compartiments du clarificateur (pont du racleur, puits central, puits de recirculation) Modification des consignes d'aération Elimination des boues résultantes d'un arrêt prolongé de fonctionnement de la STEP ou des aérateurs

V.1.6.Augmentation du niveau du lit (voile) de boue

Cette expansion se caractérise par un voile de boues élevé dans le clarificateur et peut s'accompagner de pertes de boues ponctuelles lors d'un coup de charge hydraulique (**Figure III.6**).Bien que les visualisations microscopiques révèlent la présence de flocs bien formés et d'un liquide interstitiel très limpide, les tests de décantation en éprouvette nécessitent plusieurs dilutions.

Les causes de ce dysfonctionnement sont une combinaison de différents facteurs :

- Une concentration en boues trop forte dans le bassin d'aération ;
- Un dysfonctionnement du poste de recirculation ;
- Une surcharge hydraulique ;
- Un problème de raclage dans le clarificateur.

Les solutions passent par :

- Une meilleure maitrise du taux de recyclage des boues (concentration selon la charge à traiter, les normes de rejets et les pointes hydrauliques) ;
- Un réajustement du temps de séjour de la boue dans le clarificateur.



Figure III .6.. Augmentation du voile de boues dans le clarificateur

V.2. Les dysfonctionnements biologiques

V.2.1.Le Foisonnement biologique (Bulking filamenteux)

C'est la prolifération excessive des bactéries filamenteuses qui allègent le floc bactérien et forment une trame empêchant la séparation des boues et de l'eau épurée. Les boues mal décantées s'échappent alors du décanteur secondaire, diminuent le pouvoir épurateur de la station et amorcent une situation difficilement contrôlable (**Figure III.7**).

La fraction des filaments pouvant causer ces problèmes de décantation est très faible, selon *Palm .J .Cet al (1980)* et *Kappler.J et Gujer .W (1994 a)*, avec une fraction suffisante oscillant entre **1** et **20%** pour créer ce type de problème biologique. Trois types de filaments sont responsables de ces dysfonctionnements dans les STEPs: les algues, les bactéries et les champignons dont la plupart sont des bactéries.

Cette situation n'est pas nouvelle puisque les premières publications faisant référence à des problèmes biologiques remontent à *1932* où *Donaldson* .*W* assimila les microorganismes filamenteux aux mauvaises herbes du jardin, et constata que leur présence en grand nombre limitait la décantation.

En *1969, Pipes W.O.* à partir de l'étude des tests de décantation en éprouvette, proposa une première typologie des boues décantant mal. Il décrivit les phénomènes de croissance dispersée, de défloculation, les flocs en tête d'épingle, les boues dénitrifiantes et les foisonnements filamenteux et non filamenteux.



Figure III.7. Foisonnement dans les bassins biologiques (STEP IBN ZIAD, Constantine)

V.2.2. Le moussage biologique

La mousse biologique est la prolifération excessive des bactéries filamenteuses dont les parois sont extrêmement hydrophobes ; celles-ci peuvent présenter jusqu'à 1/3 de la biomasse totale, avec des concentrations en matière sèches pouvant atteindre 100 g.L^{-1} et des hauteurs dépassant un mètre (*Canler J.P (2005)*). Ces mousses sont peu déstructurées par une agitation de surface et reforment rapidement un tapis uniforme, en absence d'agitation.

L'accumulation de la biomasse dans les mousses, entraine des difficultés à maintenir stable la concentration des matières en suspension (MES) dans l'installation, et à contrôler l'âge des boues (*Tandoi .V et al. (2006)*). Les paramètres de fonctionnement et d'exploitation de la station sont fortement dégradés par cette situation.

La densité de ces mousses tend à croître progressivement au cours du temps, causant une diminution du transfert d'oxygène et un dégazage en présence des réactions de dénitrification. Les bulles de gaz favorisent ainsi la flottation de cette masse où de faibles quantités de gaz entrainent une réduction de la densité de la boue activée (**0.44** cm³ gaz /g de matière sèche) (*Eikelboom, D. H. (2000)*) (**Figure III.8**).

L'indice de mousse (Scum Index) **SI** peut être utilisé pour décrire les caractéristiques de flottation de la boue activée en représentant le pourcentage de boue qui flottera après **10 min** de décantation (*Eikelboom, D. H. (2000)*).



Figure III.8. Le moussage biologique dans le décanteur secondaire

Le foisonnement et le moussage biologique partagent les mêmes causes et les mêmes conséquences, mais elles sont plus prononcées dans le cas du moussage biologique.

V.2.3.Identification et caractéristiques des bactéries filamenteuses

Une étape essentielle est franchie dans le domaine de l'identification des microorganismes filamenteux avec la clé de détermination établie par *Eikelboom .D.H en 1975* ; précédemment, la plupart des germes étaient assimilés au genre *Sphaerotilus natans*.

Eikelboum.D.H (1975) a observé un grand nombre de bactéries filamenteuses, **26** espèces dans plus de **1100** échantillons prélevés dans différentes stations d'épuration et a bâti une classification comprenant sept groupes.Cette classification est basée d'une part sur la morphologie des filaments (vraies ou fausses ramifications, filaments mobiles, coloration de Gram) et d'autre part, sur la présence ou l'absence d'inclusions cellulaires (granules de polyphosphates, de poly- β -hydroxybutyrate et de soufre) (**Tableau III.7**).

Jenkins.D et al (1993) ont publié un ouvrage similaire, largement inspiré des résultats précédents et qui apporte des détails complémentaires sur les caractéristiques des différents filaments. Ce type d'identification présente une certaine limitation, puisque d'une part plusieurs filaments peuvent changer de morphologie selon les conditions environnementales et d'autre part certains filaments peuvent présenter la même morphologie mais diffèrent considérablement dans leur physiologie et leur taxonomie (*Seviour .RJ et al (1999)*) (**Tableau III.8**). L'impact des bactéries filamenteuses sur la morphologie des flocs peut différer suivant les espèces impliquées. La présence importante de bactéries filamenteuses

entraîne l'ouverture de la structure des agrégats biologiques et/ou la création de pontages inter-flocs.

L'utilisation de la visualisation microscopique et des différents types de microscopes a permis d'identifier, ultérieurement, trente morphologies différentes dans les stations d'épuration municipales (*Eikelboom, D. H. (2000)*) et quarante dans les stations industrielles (*Eikelboom D. H. et al (2002)*). Seulement dix de ces morphotypes sont à l'origine de **90 %** des problèmes de foisonnement (*Jenkins .D et al. (2004)*).

Groupes	Type de filaments	Caractéristiques du groupe
	1. Sphaerotilus Natans.	
	2. Type 1701	
Groupe I	3. Type 1702	Gram-négative avec gaines
	4. Haliscomenobacter Hydrossis	
	5. Type 0321	
	6. Type 0041	
Groupe II	7. Type 0675	Gram-positive avec gaines
	8. Type 1851	
	9. Type 021N	
Groupe III	10.Nostocoida Limicola	Sans gaines enroulées, des filaments pluricellulaires
	11.Cyanophyceae	ressemblant à des algues bleu-vert
Groupe IV	12.Microthrix Parvicella	Filaments contournés minces, cellules non visibles
	13. Type 0581	
	14. Type 0192	
	15. Type 0803	
Groupe V	16. Type 1091	Gram-négative, pluricellulaires, filaments droits ou peu
	17. Type 0092	contournés
	18. Type 0961	
	19.Type 0914	
Groupe VI	20.Beggiatoa Spp	Filament mobile par glissement
	21.Type 1111	
	22.Type1501	
	23.Type 1863	
Groupe VII	24.Type 0411	Autres types
	25.Fungi	
	26.Nocardia Sp	

Tableau III.7. Classification des microorganismes filamenteux selon Eikelboum (1975)

Types de	G	Ν	PHB	Longueur	Gaines	Adhérences	ramifications	Cellules
filaments				du filament				
Туре 1701	-	-	+	20 - 80	+	+	-	discoïdes
Туре 0041	+/-	+/-	-	100 - 600	+	++	-	rectangulaires
Туре 0675	+/-	+/-	-	60 - 160	+	++	-	rectangulaires
Туре 021	-	+/-	+	60 - >500	-	-	-	ovoïdes
<i>Type 1851</i>	-	-	-	100 - >500	-	-	+	rectangulaires
Туре 0914	+/-	+/-	+	50-200	-	+		carrées
Beggiatoa	+/-	+/-	+	100 - >500	-	-	-	cloisonnements
Spp								
Thiothrix I	+/-	+/-	+	100 - >500	+	-	-	rectangulaires
Thiothrix II	-	-	+	50-200	+	-	-	rectangulaires
M.Parvicella	+	+	+	100-400	-	-	-	Formes souples
N.Limicola II	+/-	-	+	100-200	-	-	-	Souples et non
								cloisonnées
H.Hydrossis	-	-	-	20-100	+	+	-	non cloisonnées
Nocardia Sp	+	+	+	10-20	-	-	+	Formes rigides
S. Natans.	-	-	+	>500	+	-	+	ovoïdes

Tableau III.8. Classification des microorganismes filamenteux selo	n Jenkins et	al (1993)
--	--------------	-----------

G : coloration Gram, N : coloration Neisser, (+) : présence, (-) : absence, Sp : une seule espèce de ce filament, Spp : deux ou plusieurs espèces de ce filament

V.2.4. Causes du développement des bactéries filamenteuses

Plusieurs études ont été menées considérant les conditions de fonctionnement des stations et le développement des principaux filaments.

Une approche très abordable a été mise au point par la suite en se basant sur la classification de *Wanner .J et al (1989)* qui repose principalement sur la relation entre les conditions du milieu environnemental (concentration d'oxygène, âge des boues , condition aérobie ou anaérobie,ect.) et la prédominance de certains filaments, dans le but de définir des stratégies spécifiques pour limiter leur prolifération.Cette classification est relativement simple à utiliser au laboratoire mais ,cependant , elle présente une certaine limite. (**Tableau III.9**).

Groupe	Type du filament	Préférence environnementale
		Préfèrent des âges de boues élevés,
		faible concentration d'oxygène et
Groupe I	Tels que Sphaerotilus, Type 1701,	forte concentration en substrat,
	0041 et 0675	souvent ne se développent pas
		dans des stations fonctionnant en
		conditions anaérobies/aérobies
		Préfèrent des conditions aérobies,
		et des âges de boues élevés ou si le
Groupe II	Leucothrix, Thiothrix, Type 021N	milieu est riche en substrat
		facilement biodégradable.
		Quelques types sont capables
		d'oxyder des composés sulfurés
		Se multiplient dans des zones
Groupe III	Tels que Microthrix Parvicella	anaérobies ou anoxies
		Se multiplient dans des zones
		riches en huiles, graisses et
Groupe IV	Tels que Nocardia	tensioactifs pour des âges de boues
		élevés et des conditions
		anaérobies/aérobies

Tableau III.9. Classification des microorganismes filamenteux selon Wanner et Grau (1989)

Gerardi M.H., (2002) a repris la classification de *Wanner .J et al (1989)* tout en détaillant plus la relation prédominance des filaments et les conditions de fonctionnement des STEP (**Tableau III.10**).

Pratiquement tous les microorganismes filamenteux peuvent se multiplier en condition d'aérobiose stricte. Leur croissance est maintenue à faible concentration d'oxygène "mais elle s'inhibe complètement en condition anoxie/anaérobiose où seule *M. parvicella* est capable d'adsorber les substrats sous ces conditions (*Eikelboom, D. H. (2000)*).

 Tableau III.10. Prédominance des filaments dans les boues selon les conditions de fonctionnement des STEP (*Gerardi M.H.*,(2002)).

Conditions de fonctionnement des STEPs	Types de Filaments		
âge des boues élevé > 10 j	0041, 0092, 0581, 0675, 0803, 0961, 1851, M.		
	parvicella		
Composés graisseux et huileux dans l'influent	0092, M. parvicella, Nocardioforms		
pH élevé > 8	Microthrix parvicella		
Faible concentration en oxygène dissous et âge des	M. parvicella		
boues élevé			
Faible concentration en oxygène dissous et âge des	1701, H. hydrossis, S. natans		
boues faible ou moyen.			
Forte carence nutritionnel (F/M < 0.05)	021N, 0041, 0092, 0581, 0675, 0803, 0961,		
	H.hydrossis, M. parvicella, Nocardioforms		
Carence en azote et en phosphore dans l'influent	021N, 0041, 0675, 1701, H. hydrossis, Fungi,		
	Nocardioforms, S. natans, Thiothrix spp.		
Faible pH<6.5	Fungi, Nocardioforms		
Substrat riche en acide organique	021N, Beggiatoa spp., Thiothrix spp.		
substrat facilement biodégradable (alcools, acides	021N, 1851, H. hydrossis, Nocardioforms, N. limicola		
aminés, glucose)	S.natans, Thiothrix spp.		
	021N, 0041, Beggiatoa spp., N. limicola, Thiothrix		
Composés soufrés réduits dans l'influent	spp.		
Substrats lentement biodégradables	0041, 0092, 0675, M. parvicella, Nocardioforms		
Température élevée des eaux usées	1701, S. natans		
Prolifération hivernale	M. parvicella		

V.2.5.Les différentes théories explicatives du phénomène de foisonnement biologique

Les bactéries filamenteuses jouent un rôle important dans la formation des structures floculées des boues en les rendant plus résistantes à la prédation et aux perturbations hydrodynamiques (*Parker.D.S et al. (1971)*). Cependant, lorsque leur densité est trop importante, la densité apparente des agrégats peut être diminuée, entrainant des dysfonctionnements biologiques.

Les filaments peuvent se situer dans le liquide interstitiel, sur le pourtour des agrégats ou encore à l'intérieur de ces derniers. La présence importante de bactéries filamenteuses entraîne l'ouverture de la structure des agrégats biologiques et/ou la création de pontages inter-flocs.
Pour la compréhension des mécanismes explicatifs de la croissance des microorganismes filamenteux, plusieurs hypothèses ont été formulées dans l'espoir de trouver une explication générale de ce problème, mais malheureusement aucune d'entre elles n'a conduit à une explication définitive (*Antonio M.P Martains et al (2004)*).

Théorie de la diffusion

Plusieurs chercheurs ont souligné que la morphologie des bactéries filamenteuses aide à l'absorption du substrat sous faible teneur en nutriments ou concentration en oxygène. Jusqu'au début des années **1970**, la compétition entre les microorganismes filamenteux et les non-filamenteux était fondée sur le fait que le rapport surface / volume (A/V) est plus important pour les bactéries filamenteuses que les flocons, facilitant ainsi le transfert de masse (nutriment) et corrélativement le taux de croissance (*pipes W.O.* (1967)).

Dans des théories ultérieures, la prolifération des filaments a été liée à la capacité des filaments à transpercer à l'extérieur des flocs, pour y accéder au substrat en cas de carence. Cette situation pourrait conduire à une agrégation plus ouverte et filamenteuse, par contre dans le cas d'abondance de substrat, des structures plus compacts apparaissent (*Sezgin .M et al (1978), Lau .O.A et al (1984), Kappeler .J et Gujer .W (1994)*)

* Théorie de sélection de stockage

Habituellement, avec une forte abondance en nutriment, les microorganismes non filamenteux sont censés présenter des capacités de stockage de substrat nettement supérieures à celles des bactéries filamenteuses. Ceci procure des avantages supplémentaires aux bactéries non filamenteuses particulièrement dans les systèmes de boues activées (*Van den Eynde*. *E et al* (1983,1984), *Chiesa*. *SC et al* (1985), *Krishna*. *C et al* (1999)).

Cependant, certaines études ont montré que les boues foisonnées pouvaient présenter une capacité de stockage similaire ou même supérieure, à celle des boues non foisonnées (*Beccari M et al (1998), Martins. AMP et al I et II (2003)*).

Certains filaments, comme *M. parvicella*, peuvent avoir une capacité de stockage élevée sous différentes conditions environnementales (aérobie, anoxique et anaérobie) .Le matériel stocké peut être métabolisé pour la production d'énergie ou de protéines, pendant les périodes de famine. Ces capacités de stockage et de régénération sont des processus clés intrinsèques et doivent être pris en compte dans la description des processus métaboliques qui se développent

dans les systèmes foisonnés et non foisonnés (Slijkhuis H.(1983), Andreasen K et al. (2000), Rossetti .S et al (2002), Nielsen PH et al (2002)).

* Théorie de la sélection cinétique

Chudoba.J et al. (1973) ont formulé la théorie de la sélection cinétique pour expliquer l'apparition ou la disparition de bactéries filamenteuses dans les systèmes de boues activées. L'explication était basée sur un critère de sélection pour le substrat soluble limitant, par les bactéries filamenteuses et les bactéries non filamenteuses.

Selon cette théorie, les auteurs considèrent que les filaments sont des microorganismes à croissance lente et peuvent être caractérisés comme ayant des taux de croissance maximum (μ_{max}) et une constante d'affinité (**Ks**) inférieure à celles des bactéries non filamenteuses.

Si la constante **Ks** est considérée comme une propriété des enzymes à adsorber le substrat, il semble qu'aucune relation directe n'a lieu entre **Ks** et la morphologie filamenteuse.

Cependant, si la constante **Ks** est considérée comme un paramètre apparent de transfert de masse décrivant le transfert de masse vers la cellule, l'hypothèse A/V de Pipes (*pipes W.O.*(1967)) est entièrement en accord avec la théorie de la sélection cinétique.

Dans les flocs, la valeur **Ks** est influencée par la morphologie du floc. Plus la résistance diffusionnelle (plus les flocs sont grands et plus denses) est importante, plus la valeur **Ks** apparente mesurée est élevée.

Pour les filaments s'étendant du floc, moins de résistance est considérée et donc une valeur inférieure de **Ks** est mesurée. D'après le raisonnement ci-dessus, les théories liées à la diffusion et la théorie de sélection cinétique sont deux faces d'une même médaille.

* Théorie de l'oxyde nitreux

Casey.TG et al. ((1992), (1994), (1999)) ont proposé une nouvelle hypothèse pour la prolifération des bactéries filamenteuses sous faible \mathbf{F} / \mathbf{M} dans les systèmes biologiques.

L'hypothèse considère que les bactéries filamenteuses et non filamenteuses sont supposées concurrencer les substrats sous différents mécanismes de dénitrification. Ils ont émis l'hypothèse que les nitrites et l'oxyde nitreux, les deux intermédiaires de la dénitrification, s'accumulent dans la formation des flocs bactériens et non dans les bactéries filamenteuses.

Selon ces auteurs, les bactéries filamenteuses ne réalisaient la dénitrification que jusqu'à l'étape des nitrites et, par conséquent, n'accumulent pas le composé inhibiteur intermédiaire NO.

Dans ces conditions, les bactéries filamenteuses présentent des avantages compétitifs par rapport aux bactéries non filamenteuses en conditions aérobies, car ces dernières seront inhibées par la présence des nitrites et de faibles taux d'addition de DCO facilement biodégradable, dans la zone aérobie.

V.2.6. Moyens de lutte contre le développement des bactéries filamenteuses

Une variété de moyens d'action peut être utilisée pour juguler les différents cas de dysfonctionnement et en particulier celui du foisonnement. Selon la littérature, ces solutions proposées se développent d'une année à l'autre et se répartissent en deux classes principales.

V.2.6.1.Traitement curatif

Ensemencement des bassins d'aération

L'ensemencement régulier du bassin d'aération par un mélange de souches bactériennes sélectionnées de genres Bacillus sp , Pseudomonas sp, Echerichia sp ,..., de levures et d'enzymes (lipase, amylase, alcalase ...) peut agir à plusieurs niveaux, en dégradant les graisses et les tensio-actifs permettant l'amélioration du transfert d'oxygène au sein du floc, en attaquant la gaine des filaments par les enzymes, limitant ainsi leur développement et favorisant la croissance des micro-organismes sains.

Contrôle chimique (Chloration)

La chloration reste la solution curative la plus utilisée. L'injection de faible dose de chlore de façon bien connue et contrôlée permet d'apporter des modifications très importantes portant sur la taille des filaments, des disparitions totales de ces filaments dans l'espace inter-floc (les germes filamenteux sont le plus souvent libres dans le liquide interstitiel et moins protégés que les bactéries abritées dans la gaines du floc) et une réduction graduelle des filaments du floc (*Dorat J.F et Trousselle .C, (1989)*).

Le chlore attaque la gaine, la membrane cellulaire et les enzymes des cellules filamenteuses. Un suivi minutieux (indice de boue, qualité de l'eau épurée couplé à des examens microscopiques) est indispensable lors de cette étape de chloration afin d'éviter un surdosage qui aurait pour conséquence soit une dégradation sensible de l'activité biologique, soit une destruction de la boue où un grand nombre de protozoaires libres sont simultanément touchés. La chloration sera stoppée dès la chute de l'indice des boues en dessous de **200 mL/g**. Plusieurs agents toxiques peuvent être utilisés pour combattre les filaments tels que le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et les dérivés du chlore. Leur efficacité dépend du type de filament prédominant,. *Seka.M.A et al. (2001)* ont montré que le Type **021N**, identifié par hybridation in situ fluorescente, provenant de deux différentes STEPs, présentait une sensibilité différente au chlore, se révélant être Chlore-sensible dans un cas, et chlorerésistant dans un autre. Une destruction mécanique des filaments est envisageable un traitement ultrasons à titre d'exemple.

Ajout des agents coagulants

Les agents coagulants utilisés sont soit des sels métalliques tels que les chlorures d'aluminium ou de fer (MeCl₃), les sulfates d'aluminium ($Al_2(SO_4)_3$) ou de fer (FeSO₄) ou des polymères organiques ; ils peuvent agir à une multitude de stades à la fois :

- Favorisent l'agglomération des flocs en déchargeant électriquement les colloïdes, améliorant ainsi leur agglomération en floc et leur sédimentation.
- Précipitent les sulfures dans l'effluent brut, substrats préférentiels de certains filaments tels que *Thriotrix*.
- Réalisent une déphosphatation physico-chimique par précipitation partielle ou totale du phosphore.
- Inhibent certains filaments par la présence du fer tels que Sphaerotilus natans, type 0041, 1701, 0961 et 1863. Les sels d'aluminium auraient un impact spécifique sur M. parvicella (Roels .T et al. 2002; Paris.S et al.2005) et qui dépendent des doses et du mode d'application (Durban.N. (2015)).

> Ajout des substances lestantes

Il s'agit en effet d'une action physique modifiant les caractéristiques des boues mais qui ne résoudra pas le problème biologique. L'objectif est d'augmenter la densité des agrégats afin d'augmenter leur vitesse de décantation (*Durban.N. (2015)*).

Les substances sélectionnées doivent présenter une masse volumique supérieure à 1 kg L⁻¹ et une nature hydrophobe afin d'optimiser l'adhésion des particules aux agrégats tout en évitant

leur accumulation dans le liquide interstitiel. Les produits les plus adaptés sont la cendre, le talc (silicate de magnésium) et d'autres composés minéraux comme les carbonates de calcium (*Bidault.A et al. (1997); Clauss.F et al. (1998); Canler.I.P et Julien .L(2010)*).

La réponse est en général rapide, de l'ordre de quelques jours, mais peut engendrer des contraintes d'exploitation (augmentation de la turbidité, dépôts en fond d'ouvrages pouvant colmater les rampes d'aération, augmentation de la fraction minérale et de la production de boues). Cette solution ne peut être que temporaire dans l'attente d'identifier la cause du dysfonctionnement.

> Apport des compléments en nutriments

Le déséquilibre nutritionnel dans l'influent (rapport C/N/P) entraine la prédominance de certains germes filamenteux, des apports en azote et en phosphore, peuvent réduire ce problème.

Dans certaines stations d'épuration des eaux usées industrielles (brasserie, industrie de poisson...) malgré le maintien d'un bon équilibre nutritionnel, des cas de foisonnement sont bien détectés, dûs à la présence de l'azote sous forme difficilement assimilable. Il convient alors d'apporter de l'azote organique facilement assimilable (urée, acides aminés, ect.).

Prédation des filaments par les microorganismes ennemis (protozoaires /métazoaires)

Relativement peu d'attention a été accordée à la possibilité d'éliminer les bactéries filamenteuses par leurs propres ennemis naturels se multipliant dans les boues activées. *Inamori et al. (1991)* ont montré que deux espèces de type cilié (protozoaires) ont pu ingérer les filaments du type *021N* et *Sphaerotilus natans*. Ils suggéraient que le foisonnement pourrait être contrôlé assez rapidement si la densité des ciliés était assez élevée dans le milieu. Pareillement, *Drzewicki. A et Hul. M (1997)* dans une expérience conduite dans une station d'épuration, montrent que le Cilié *Trithigmostoma cucullulus*, lorsqu'il est présent à des densités élevées, a pu limiter de façon significative les densités des filaments de type *021N*. Les travaux de *Fiakowska .E et Pajdak-Sto's .A (2008)* ont également démontré que la présence des rotifères (métazoaires) en nombre suffisant limitera la prolifération des

filaments, en particulier *M. parvicella*, améliorant ainsi les propriétés de la boue activée et son aptitude à la décantation .Ils ont également souligné qu'une attention particulière doit être portée sur le mode d'élevage de rotifères en quantités suffisantes.

V.2.6.2.Réglages des défaillances dans l'exploitation des ouvrages des STEPs

Une fois le dysfonctionnement localisé ou le filament identifié, seule la suppression de la (les) causes(s) peut permettre d'éviter un retour chronique des difficultés. Cependant il n'est pas toujours aisé de savoir quel est le facteur responsable, d'autant que, bien souvent, plusieurs facteurs se combinent et d'autres amplifient la prolifération de certains filaments.

Des réglages simples ou des petites modifications dans la conception de la STEP pouvant être abordés de différentes façons, suffisent pour détourner ce type de problème. Voici quelques exemples de réglages ou de modifications les plus couramment utilisés.

Création d'une zone de contact

C'est la création d'un bassin en amont du bassin d'aération alimenté par un mélange de boues (généralement recirculées) et d'eaux usées avec un temps de séjour très court (10 à 15 minutes). Ce type de zone permet :

- D'accroitre artificiellement la teneur en substrat disponible pour les bactéries (recharger en nourriture le voisinage du floc) et même dans une certaine mesure de palier un état de carence nutritionnelle au niveau du floc ;
- Faciliter la capture du substrat assimilable par les microorganismes non filamenteux avant l'introduction des eaux usées dans le bassin d'aération, avantageant les germes floculants et augmentant leur taux de croissance.

> Modification du mode d'écoulement dans le bassin d'aération

La compartimentation du bassin d'aération permet de créer un gradient de nutriments, à l'endroit de la réinjection des boues où la concentration favorise le développement des bactéries floculantes.

> Adaptation de l'oxygénation et de l'intensité de mélange

Le manque d'oxygène est souvent un facteur aggravant le foisonnement .Ce paramètre doit être périodiquement bien mesuré, ajusté et réglé dans tous les points du bassin d'aération afin d'éviter le développement de zones anoxies locales.

La taille des particules de floc dépend aussi du nombre et de l'intensité de mélange des dispositifs d'agitation. Des intensités de mélange élevées influencent les vitesses de cisaillement et par la suite réduiront la taille moyenne des flocons en raison de la rupture de floculation développée. Une grande attention doit être prise dans le réglage de l'agitation.

> Ajustement de la concentration des boues

L'ajustement de la concentration en boues dans les bassins d'aération par une recirculation ou une extraction.

Emplacement des garnissages

L'amélioration des performances épuratoires des stations classiques de traitement des ERU et de la productivité des bassins d'aération peut être abordée par l'emplacement de garnissage au sein des bassins biologiques (*Tizghadam Ghazani.M*(2007)).

Gebara.F (1999) a montré qu'à l'aide d'un garnissage en plastique placé dans le bassin d'aération d'un RPA à l'échelle du laboratoire, les propriétés de décantation des boues activées ont été améliorées. Il a constaté une diminution de l'indice de Mohlman (IM) de **350** à **112 mLg**⁻¹.

Wanner .J et al., (1988) ont étudié la décantation des boues dans différents systèmes biologiques, affirmant qu'aucun foisonnement n'a eu lieu dans les systèmes hybrides.

Pareillement *Jianlong* .*W et al.*, (2000) n'ont constaté aucun problème de bactéries filamenteuses dans les systèmes à culture hybride.

VI. Modélisation mathématique des dysfonctionnements

Dans les systèmes de boues activées considérées très complexes où de nombreux facteurs agissent simultanément, la modélisation mathématique peut aider à la compréhension des différents processus biologiques.

La modélisation doit décrire toutes les réactions biologiques mises en jeu , la précision du modèle établi dépend de trois facteurs :

- Le modèle doit être renforcé par des informations sur la caractérisation de l'eau usée et le régime hydraulique du système.
- La structure du modèle doit inclure tous les composés et les processus nécessaires (paramètres stœchiométriques, constantes bio cinétiques...)
- La calibration du modèle à différentes conditions opératoires afin de s'assurer de la validité des paramètres stœchiométriques et des constantes bio cinétiques imposés.

Malgré le nombre important des informations alimentant ces modèles, ils n'ont pas pu être validés dans certains cas en dépit des efforts consentis par plusieurs chercheurs afin de les améliorer continuellement.

La caractérisation précise des édifices biologiques et la connaissance plus profonde de la physiologie bactérienne a permis d'atteindre ces buts et le modèle **ASM3** du groupe **IWA** est un exemple de ces modèles métaboliques récemment développés fournissant un meilleur lien entre la cinétique et la biochimie du stockage.

La connaissance actuelle des propriétés cinétiques des bactéries filamenteuses est prometteuse , mais ne peut être considérée comme satisfaisante, car peu d'isolats ont été étudiés et souvent à base de substrats simples. Le **Tableau III.11** regroupe les propriétés cinétiques de quelques bactéries filamenteuses qui ont démontré de grandes capacités de stockage mais des taux maximums de croissance nettement distincts.

Tableau III.11.Propriétés	cinétiques	de quelques	filaments isolés	(Tandoi.	V et al	(2006))
---------------------------	------------	-------------	------------------	----------	---------	---------

Filaments	processus aérobie	Processus d'anaérobiose	Substrat	Substrat μ_m (\tilde{j}^1)		Produits de stockage	Référence	
Sphaerotilus Natans.	С	NO ₃ → NO ₂	AL ,AC,CA	6.5 ⁽¹⁾	10.0	PHB	Richard et al (1985) William et Unz (1985)	
Type 1701	С	NO ₃ → NO ₂ Quelques souches	AL ,AC,CA	2.6 (1)	2.0	PHB	Richard et al (1985) William et Unz (1985)	

Chapitre III

Haliscomemo bacter hydrosis	С	-	GLU,LAT	1.2- 2.2 ⁽¹⁾ 5.0		PS	Krull (1977)	
Beggiotoa	С, .М, А	-	AC	nd nd		PHB, PP, S	William et Unz (1985)	
Thiothrix spp	М	-	AC	nd nd		PHB, PP, S	William et Unz (1985)	
Thiothrix strain CT3	М	$NO_3 \rightarrow NO_2$	AC+HS ⁻	2.6 ^(2,3) nd		PP, S	Tandoi et al (1994)	
Thiothrix strain CT3	С	$NO_3 \rightarrow NO_2$	AC	2.5 ⁽²⁾	nd	PHB	Tandoi et al (1994)	
Thiothrix strain CT3	А	$NO_3 \rightarrow NO_2$	HS⁻	1.8 ⁽³⁾	nd	S	Tandoi et al (1994)	
Type 021 spp	С, М	NO ₃ → NO ₂	CA, AC	3.75 ⁽²⁾	3.75 ⁽²⁾ 0.07 ⁽⁴⁾ PH		William et Unz (1985) Van Nickerketal et al (1987)	
Gordona amarae	С	_	CA, AC	2.5 ⁽²⁾	0.5 ⁽⁴⁾	PHB, PP	Blackall et al (1991)	
M .Parvicella	С	-	AGL	$\frac{1.4^{*(4)}}{0.6^{**(4)}}$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$		Slijkhuis et deinema (1982)	
M .Parvicella , strain RN1	С	$NO_3 \rightarrow NO_2$	AGL, OL	0.6 ⁽⁵⁾		LP, PP	Tandoi et al (1998a)	
M .Parvicella , strain RN1 et 4B	С	NO ₃ → NO ₂	AC+mélange ⁽⁵⁾	-	nd	PHAS (en condition aérobie ou anoxie)	Rosseti et al (2002)	
N.limicola spp	С	$NO_3 \rightarrow NO_2$	CA,PEPT	nd	nd	РНВ	Blackall et al (1999)	
N.limicola I	С	F	-				Seviour et al (1998 a)	
N.limicola II	С	-	-				Rossetti et al (2002)	

- ✓ *estimé en réacteur continu, ** estimé en réacteur Batch, nd : non déterminé
- ✓ glucose, (2) acétate, (3) HS⁻, (4) acide oléique, (5) mélange de substrat (glucose, l'extrait de levure, peptone, acide pyruvique, amidon et aminoacides).
- ✓ C : hétérotrophe, A : autotrophe, M : mixte, F : fermentative.
- ✓ AL : alcool, AC : acide organique, CA : carbohydrate, GLU : glucose, LAT : lactose, AGL : acide gras à longue chaine, LP : lipide, OL : oléate, PEPT : peptone, PS : polysaccharides, PP : poly- phosphates, PHB : poly-hydroxybutyrate , PHA : polyhydroxyalkanoate

Le transport diffusionnel des substrats dans les flocs de boues activées est un mécanisme important dans la compétition entre les bactéries non filamenteuses et filamenteuses. *Lau..O.A et al. (1984)* ont développé le premier modèle mathématique de boues foisonnées incorporant la diffusion simultanée de substrat organique soluble et l'oxygène dissous dans les flocons de forme prédéterminée.

D'autres modèles ont été mis au point pour prédire le développement de bactéries filamenteuses et non filamenteuses, en considérant soit une compétition entre deux espèces isolées, soit une compétition entre deux groupes. On peut citer pour la compétition entre deux groupes, par exemple, les bactéries non filamenteuses et filamenteuses, à différentes conditions telles que (faible rapport S/X, faible concentration d'oxygène dissous), pour un substrat unique ou pour un groupe de substrats (substrat soluble ou substrat particulaire) (*Van Niekerk AM et al.* (1988), *Kappeler .J et al.* (1994 a, 1994 b), *Cenens C et al.* (2000a, 2000b)

Takacs I et al. (1995) ont pris en compte à la fois la micromorphologie du floc et les caractéristiques de croissance orientées des bactéries filamenteuses (croissance préférentielle unidirectionnelle).

Mais malheureusement tous les résultats spécifiques obtenus ne peuvent pas être extrapolés car les paramètres cinétiques déterminés ne s'appliquent pas à d'autres compositions microbiennes vue leur hétérogénéité.

Ruxandra Govoreanu. R.I (2004) a étudié l'effet de cinq facteurs (gradient moyen de vitesse, la concentration en calcium, la température, la concentration en oxygène dissous et la concentration des boues) sur la dynamique de la taille des flocons. Il a estimé dans quelle mesure chacun des facteurs considérés affecte les phénomènes d'agrégation et de rupture du

floc et a déterminé les facteurs les plus significatifs pour le processus de (de) floculation. Les modèles empiriques développés ont été utilisés pour évaluer l'effet des cinq facteurs considérés sur un ensemble de réponses de processus telles que le diamètre moyen des flocs, les caractéristiques du surnageant (concentration des matières en suspension, le potentiel zêta, la turbidité) et sur les caractéristiques de décantation des boues (indice volumique des boues).

VII. Les dysfonctionnements dans les STEPs et les mesures respirométriques

Les travaux menés sur les problèmes de dysfonctionnement dans les stations d'épuration sont nombreux et variés et ne peuvent être tous énumérés et cités dans le présent document. Cependant ils seront plus détaillés selon les cas des dysfonctionnements étudiés. Ils se répartissent entre différentes catégories, ceux utilisant les connaissances du domaine de Génie des procédés et d'autres de Génie microbiologique.

Ces travaux se résument en cinq catégories :

 $I^{\check{e}re}$ catégorie : Identification du type de dysfonctionnement

 $2^{\hat{e}me}$ catégorie : Effets des dysfonctionnements sur le rendement épuratoire et l'état des édifices microbiens.

 3^{eme} catégorie : Identification, Isolation, Caractérisation morphologique et physiologique des différents filaments responsables des dysfonctionnements biologiques.

 4^{eme} catégorie : Solutions entreprises pour remédier aux différentes situations et améliorer le rendement épuratoire et la décantation.

 5^{ime} catégorie : Modélisation des différents cas de dysfonctionnements ,en particulier le foisonnement.

Par contre peu d'études ont évalué l'effet des différents dysfonctionnements sur l'activité respiratoire des microorganismes. Les techniques respirométriques sont basées principalement sur l'utilisation d'un bioréacteur, dont le principe repose sur la mesure de la quantité d'oxygène consommée par un échantillon de boue activée pour métaboliser une quantité donnée de substrat.

Albek .M et al (1997), Ricco. G et al (2004), Insel. G et al (2006), Cokgor.EU et al (2007) ont évalué grâce aux procédures respirométriques l'effet de quelques substances toxiques pertinemment présentes dans les eaux usées industrielles sur l'activité des hétérotrophes, sur l'activité des autotrophes et sur l'activité de l'ensemble de la communauté des boues activées. Ces substances altèrent les performances des systèmes de traitement biologique, endommageant la séparation des solides et modifiant les propriétés de compactage des boues.

Kim C.*W et al (1994), Caravelli. A et al (2004)* ont utilisé les techniques respirométriques dans l'estimation de l'effet du traitement par chloration et par le peroxyde d'hydrogène pour limiter la prolifération des filaments gênant une bonne décantabilité des boues. La respirométrie a été déployé pour optimiser parfaitement la dose et le temps de contact nécessaire pour combattre le foisonnement sans une dégradation importante ou totale de l'activité biologique (activité des microorganismes non filamenteux).

Dans un souci de maitrise du procédé de traitement biologique et d'une détection en ligne des incidents ponctuels pouvant se transformer en dysfonctionnement généralisé, il serait pertinent d'utiliser les techniques respirométriques dans toutes les études menées dans ces présents travaux .

L'interprétation de ces réponses respirométriques permettra simultanément d'identifier l'effet de ces dysfonctionnements sur les mécanismes d'adsorption, d'hydrolyse, de stockage et de croissance microbienne et d'estimer les paramètres bio-cinétiques correspondants.

Cette détermination permettra d'obtenir des modèles plus pertinents et de concourir à des prédictions beaucoup plus précises , sur la performance globale d'un processus de boues activées dans ces conditions.

Les techniques respirométriques seront couplées avec une caractérisation des édifices biologiques dans tous les cas étudiés.

Références Bibliographiques

\mathcal{A}

Albek .M , Yetis. U et Gokcay .C.F (1997).Effects of Ni (II) on respirometric oxygen uptake ,Appl .Microbiol .Biot 48,636-641.

Andreasen K et Nielsen P. (2000). 0Growth of Microthrix parvicella in nutrient removal activated sludge plants: studies of in situ physiology. Water Res;34(5):1559–69.

Antonio M.P.Martains, Krishna Pagilla ,Joseph J.Heijnene,Mark C.M.van Loosdrecht. (2004) Filamentous bulking sludge-a critical review .Water Res; 38:793-817.

Arsene M.S , Van de Wiele . T et Verstraete.W (2001). Feasibility of a multi-component additive for efficient control of activated sludge filamentous bulking, Wat Res , Vol $35,N^{\circ}12$, PP:2995-3003.

\mathcal{B}

Baskerville, R.C. et Gale, R.S., (1968). A simple automatic instrument for determining the filtrability of sewage sludges. J. Inst. Water Pollut. Control, 2:3-11.

Beccari M, Majone M, Massanisso P et Ramadori R (1998) . A bulking sludge with high storage response selected under intermittent feeding. Water Res;32(11):3403–13.

Bidault, A., F. Clauss, D. Helaine et C. Balavoine (1997). "Floc agglomeration and structuration by a specific talc mineral composition." Water Science and Technology 36(4): 57-68.

Blanckall L.L , Tandoi .V, Jenkins.D (1991).Continous cultures studies with nocordia amarae from activated sludge and their implications for Nocardia Foaming control Res JWPCF,63, 44-50.

С

Canler J.P, (2005). dysfonctionnement biologiques des stations d'épuration : origines et solutions, document technique FNDA N° :33, Cemagref édition.

Canler, J. P. et L. Julien (2010). Efficacité des principaux produits envisageables pour améliorer la décantabilité de la boue en cas de crise aigue de foisonnement. Journées Inforamtion Eaux. Poitiers: 15.

Caravelli.A , Giannuzzi .L et Zaritzky.N (2004).Effect of chlorine on filamentous microorganisms present in activated sludge as evaluated by respirometry and INT-dehydrogenase activity , water Research 38: 2395-2405.

Casey TG, Wentzel MC, Loewenthal RE, Ekama GA et Marais GvR (1992) . A hypothesis for the cause of low F/M filament bulking in nutrient removal activated sludge systems. Water Res;26(6):867–9.

Casey TG, Wentzel MC, Ekama GA, Loewenthal RE et Marais Gv R (1994). An hypothesis for the causes and control of anoxic–aerobic (AA) filament bulking in nutrient removal activated sludge systems. Water Sci Technol; 29(7):203–12.

Casey TG, Wentzel MC et Ekama GA (1999). Filamentous organism bulking in nutrient removal activated sludge systems. Paper 11: a biochemical/ microbiological model for proliferation of anoxic-aerobic (AA) filamentous organisms. Water SA;25(4):443–51.

Cenens C, Smets IY, Van Impe JF. (2000 a) Modelling the competition between floc-forming and filamentous bacteria in activated sludge waste water treatment systems— I. Evaluation of mathematical models based on kinetic selection theory. Water Res;34(9):2525–34.

Cenens C, Smets IY, Van Impe JF. (2000 b) Modelling the competition between floc-forming and filamentous bacteria bacteria in activated sludge waste water treatment systems—II. Aprototype mathematical model based on kinetic selection and filamentous backbone theory. Water Res;34(9):2535–41.

Cerezo .P , Viseras.I , Loleq .A , lopez.A.G , Ferrari .F et Caramella.C , (2001)., Use of water uptake and capillary suction time measures for evaluation of the anti-diarrhoeic properties of fibrous clays , applied clay science 20,81-86.

Chen.G.W ,Lin.W.W ,Lee.D.J. (1996).Capillary suction time (CST) as a measure of sludge dewaterability .Wat.Sci.Tech.34 (3-4) ,443-448.

Chudoba J., Ottowa V. et Madera B., (1973). Control of activated sludge bulking. Part I and II. Wat. Res. Vol 7, pp. 1163-1182 and 1382-1406.

Clauss, F., D. Helaine, C. Balavoine et A. Bidault (1998). "Improving activated sludge floc structure and aggregation for enhanced settling and thickening performances." Water Science and Technology 38(8-9): 35-44.

Chiesa SC, Irvine RL et Manning JF (1985). Feast/famine growth environments and activated sludge population selection. Biotechnol Bioeng, , 27:562–8.

Cokgor.EU,Wdemir.S,Karahan.O,Insel .G,Orhon.D (2007).Critical appraisal of respirometric methods for metal inhibition on activated sludge , J.Hazard .Mater.139 (2) ,332-339.

\mathcal{D}

Donaldson W., (1932). Use Activated sludge increasing. Civil Eng. 2 (3) p. 167-169.

Dorat J.F et Trousselle .C, (1989). Réduction et contrôle du foisonnement filamenteux dans une station d'épuration ; L'eau, L'industrie , Les nuisances, N°129.

Drzewicki. A et Hul. M (1997). Experimental trial of using a ciliate Trithigmostoma cucullulus to reduce number of filamentous bacteria in activated sludge on the technical scale In: Proceedings of 17th Congress of Polish Hyrobiologists, Poznań, pp. 74–75.

Durban.N. (2015).Traitement du foisonnement filamenteux induit par *Microthrix parvicella* par ajout de sels métalliques : impact sur les boues activées. Thèse , institut des sciences et technologie, Paris, France.

\mathcal{F}

Eikelboom D.H., (1975). Filamentous organisms observed in activated sludge. Wat. Research, Vol. 9, pp. 365-388.

Eikelboom, D. H. (2000). Process control of activated sludge plants by microscopic investigation. IWA publishing

Eikelboom D.H , Geurkink B ,(2002) .Filamentous microorganisms observed in industrial activated sludge plants .Water Sci Technol; 46 (1/2):535-42.

${\mathcal F}$

Fiakowska .*E et Pajdak-Sto's* .*A*, (2008). The role of Lecane rotifers in activated sludge bulking control, water Research 42: 2483 – 2490.

G

Gale, R.S. et Baskerville, R.C., (1967). Capillary suction method for determination of the filtration properties of a solid/liquid suspension. Chem. Ind., pp. 355-356.

Gebara F. (1999). Activated sludge biofilm wastewater treatment system Water Res., 33 (1), 230-238.

Gerardi M.H .,(2002). Settleability Problems and loss of Solids in activated sludge Process, a John Wley and Sons, INC.Publication

\mathcal{H}

Hajime .U, Hajime..M et Akehata .T , (1983).Theoretical and Experimental Study of factors affecting capillary suction time (CST),Water Res ,Vol17 ,PP : 149-156.

Huacheng.X, Pinjing.H, Guanghui .Y et Liming.S (2011), Effect of ultrasonic pretreatment on anaerobic digestion and its sludge dewaterability, journal of environmental Sciences 23(9), 1472-1478.

I

Insel. G , Karahan.O, Ozdemir.S, Pala.L Katipoglu.T , Cokgor.E U et Orhon.D (2006) Unified basis for the respirometric evaluation of inhibition for activated sludge .J.Environ .Sci .Heal.A.41(9),1763-1780.

Inamori Y, Kuniyasu Y, Sudo R et Koga M (1991) Control of the growth of filamentous microorganisms using predacious ciliated protozoa. Wat Sci Tech 23:963-971.

J

Jenkins. D, Richard .M. G. et Daigger .G. T. (1993). Manual on the causes and control of activated sludge bulking and foaming , 2nd ed .Michigan: lewis publishers.

Jenkins. D, Richard .M. G. et Daigger .G. T. (2004). Manual on the causes and control of activated sludge, builking, foaming, and other solids separation problems, CRC Press Taylor et Francis Group.

Jianlong W., Hangchang S., Yi Q. (2000). Wastewater treatment in a hybrid biological reactor (HBR): effect of organic rates. Process Biochem. 36, 279-303.

Jin B., Wilen B.-M.et Lant P. (2003). A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. Chem. Eng. J. 95: 221-234.

Jin B., Wilen B.-M.et Lant P. (2004). Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge, Chem. Eng. J. 98: 115-126.

${\mathcal K}$

Kappeler J, Gujer W. (1994 a).Development of a mathematical model for "aerobic bulking". Water Res;28(2): 303–10.

Kappeler .J et Gujer W. (1994 b) .Verification and applications of a mathematical model for " aeobic bulking" Water Res; 28(2): 311-22.

Karr P. R. et Keinath T, M, (1978). Limitations of the specific resistance and CST tests for sludge dewaterability. *Filtr. Separ.* 543.

Kim C .W ,Koopman .B et Bitton.G (1994). INT-dehydrogenase activity test for assessing chlorine and hydrogen peroxide inhibition of filamentous pure cultures and activated sludge.Water Res ,28 (5) : 1117-21.

Krishna C et Van Loosdrecht MCM (1999). Effect of temperature on sludge volume index. Water Res;33(10):2374–82.

Krull J.M (1977).Experiments with haliscomenobacter hydrosis in continous culture without and with zooglea ramigera .Water Res ,11, 197-204.

Ĺ

Lau .O.A, Strom PF et Jenkins D. (1984), Growth kinetics of *sphoerotilus natans* and a floc former in pure and continous culture .J Water Pollut Control Fed 56: 41-51.

\mathcal{M}

Martins AMP, Van Loosdrecht MCM et Heijnen JJ ,(2003 I). Effect of feeding pattern and storage on the sludge settleability under aerobic conditions. Water Res;37(11): 2555–70.

Martins AMP, Van Loosdrecht MCM et Heijnen JJ. (2003 II), Effect of dissolved oxygen concentration on the sludge settleability. Appl Microbiol Biotechnol;62(5–6):586–93.

Marinetti.M , Dentel.S.K, Malpei.F et Bonomo.L (2010).Assessment of rheological methods for correlation to sludge filterability , water research 44,5398-5406.

Meeten G.H. and Lebreton C. (1993). A filtration model of the capillary suction time method , journal of petroleum science and engineering ,9:155-162.

Meeten .G.H.et Smeulders .J.B.A.F .(1995) Interprétation Of Filterability Measured By The Capillary Suction Time Method , Chemical Engineering Science Vol 50,N°:8, PP: 1273-1279.

More .T.T ,Yan.S , Hoang.N.V, Tyagi.R.D et Surampalli .R.Y (2012), bacterial polymer production using pre-treated sludge as raw material and its flocculation and dewatering, bioresource technology 121,425-431.

Mohlman, F.M., (1934). The Sludge Index. Sewage Work. J. 6: 119-122.

${\mathcal N}$

Nielsen PH, Roslev P, Dueholm TE et Nielsen JL(2002). Microthrix parvicella, a specialized lipid consumer in anaerobic–aerobic activated sludge plants. Water Sci Technol;46(1/2):73–80.

\mathcal{P}

Palm JC ,Jenkins D, Parker DS. (1980) Relationship between organic loading, dissolved oxygen concentration and sludge settleability in the completely mixed activated sludge process .J Water Pollut Control Fed, 52: 2484-506.

Paris, S., Lind G., Lemmer H. et Wilderer P. A. (2005). "Dosing aluminum chloride to control Microthrix parvicella." Acta Hydrochimica Et Hydrobiologica 33(3): 247-254.

Parker, D. S., W. J. Kaufman , D. Jenkins (1971). "Physical conditioning of activated sludge floc." Journal of the Water Pollution Control Federation 42(9): 1817-1833.

Pipes W.O.(1967). Bulking of activated sludge. Adv Appl Microbiol ; 9 : 185-234.

Pipes W.O, (1969). Types of activated sludge which separates poorly. Wat. Pollut. Assoc. St Charles Illinois, pp. 714-724.

Podolsky, R. D. (1994). Temperature and water viscosity: physiological versus mechanical effects on suspension feeding. Science 265: 100–103.

\mathcal{R}

Richard M.G, Shimizu G.P et Jenkins D (1985) Growth kinetics of sphoerotilus species and their significance in activated sludge bulking, JWPCF57,68-81.

Ricco. G , Tomei.M.C, Ramadori.R et Laera.G (2004). Toxicity assessment of common xenobiotic compounds on municipal activated sludge .comparison between respirometry and microtox.Water Res , 38,2103-2110.

Roels, T., Dauwe .F., Van Damme .S.,. De Wilde . K et Roelandt . F. (2002). "The influence of PAX-14 on activated sludge systems and in particular on Microthrix parvicella." Water Science and Technology 46(1-2): 487-490.

Rodier.J, Legube.B, Merlet .N (2009). Analyse de l'eau, 9^{ème} édition DUNOD, Paris.

Rossetti S, Tomei MC, Levantesi C, Ramadori R et Tandoi V (2002). Microthrix parvicella'': a new approach for kinetic and physiological characterization. Water Sci Technol;46 (1/2):65–72.

S

Seka, M.A., Kalogo, S., Hammer, F., Kielemoes, J., Verstraete, W., (2001). Chlorinesusceptible and chlorine-resistant type 021N bacteria occurring in bulking activated sludges. Appl. Environ. Microbiol. 67 (11), 5303–5307.

Seungmin .N , Young-UK.K et Jeehyeong.K (2007) . Physiochemical properties of digested sewage sludge with ultrasonic treatment, Ultrasonics Sonochemistry , 14, 281-285.

Seviour RJ , Blackall LL (1999), The microbiology of activated sludge .Dordrech : Klumer Academic puplishers.

Sezgin .M, Jenkins D et Parkers .D.S (1978). Aunified theory of filamentous activated sludge bulking .J. water.Pollut Control Fed ; 50(2) : 362-81

Shao .L , Peipei.H, Guanghui.Y et Pinjing.H (2009). Effect of proteins, polysaccharides and particle sizes on sludge dewaterability , Journal of environmemental Sciences 21,83-88.

Slijkhuis H.(1983) The physiology of the filamentous bacterium Microthrix parvicella. Ph.D. thesis, The Netherlands: Agriculture College of Wageningen.

Slijkhuis H. et Deinema M.H (1982) The physiology of M.Parvicella a filamentous organism isolated from activated sludge in bulking in activated sludge : preventative and remedial Methods .chambers B., Tomlinson E.J.eds. Chichester , Ellis Horwood Ltd.75-83

Sorensen. P.B., Christensen. J.R., Bruus .J.H. (1995) .Effect of small scale solids migration in filter cakes filtration of wastewater solids suspensions, Water Environ. Res. 67 25–32.

Stobbe, C.T., (1964). Über das Verhalten des belebten Schlammes in aufsteigender Wasserbewegung. Technischen Hochschule Hannover.

\mathcal{T}

Takacs I et Fleit E. (1995). Modelling of the micromorphology of the activated sludge floc: low DO, low F/M bulking. Water Sci Technol;31(2):235–43.

Tandoi .V,Caravaglio .N , Di Dio Balsamo .D , Majone .M , Tomci M.C (1994) Isolation and physiological characterisation of Thiothrix Sp , Water Sci et Technol , 29(7) 261-269.

Tandoi .V , Rossetti S. Blackall L.L et Majone M. (1998 a). Some physiological properties of an italien isolate of M.Parvicella .Water Sci et Technol , 37(4-5),1-8.

Tandoi .V, Jenkins.D, Wanner .J (2006). Activated Sludge Separation Problems de IWA Publishing

Tizghadam Ghazani.M.(2007). Etude des performances et optimisation d'un réacteur cascade a biomasse hybride pour le traitement des eaux usées urbaines. Thèse, université de Limoges.

Turchiuli .C et Fargues .C (2004).Influence of structural properties of alum and ferric flocs on sludge dewaterability , chemical engineering journal 103 ,123-131.

\mathcal{V}

Van den Eynde E, Geerts J, Maes B et Verachtert H. (1983). Influence of the feeding pattern on the glucose metabolism of Arthrobacter sp. and Sphaerotilus natans, growing in chemostat culture, simulating activated sludge bulking. Eur J Appl Microbiol Biotechnol;17:35–43.

Van den Eynde E, Vriens L, De Cuyper M et Verachtert H. (1984). Plug flow simulating and completely mixed reactors with a premixing tank, in the control of filamentous bulking. Appl Microb Biotechnol; 19:288–95.

Van Niekerk A.M , Jenkins .D et Richard M.G (1987) . The competitive growth of zooglea ramigera and Type 021 N in activated sludge and in pure culture -a model for low : F/M bulking , JWPCF, 59, 262-273.

Van Niekerk AM, Jenkins D, Richard MG (1988). A mathematical model of the carbonlimited growth of filamentous and floc-forming organisms in low F/M sludge. J Water Pollut Control Fed;60(1):100–6.

Visilind.P.A.(1988).Capillary suction time as a fundamental measure of sludge dewaterability .J.WPCF60.215-220.

\mathcal{W}

Wanner J, Kucman K & Grau P. (1988). Activated sludge process combined with biofilm cultivation, Water Res., 22(2) 207-215

Wanner J ,Grau P .(1989). Identification of filamentous microorganisms from activated sludge : a compromise between wishes ,needs and possibilities .Water Res ; 23(11):2555-70.

White, M.J.D., (1975). Settling of activated sludge. Technical Report TR11. Water Research Centre, England.

White, M.J.D., (1976). Design and control of secondary settling tanks. Water Pollut. Control. 74: 459-467.

Williams T. M et UMZ.R.F. Isolation and characterization of filamentous bacteria present in bulking activated sludge .APP Microbio Biot , 22,273-282.

Wojciechowska.E (2005) .Application of microwaves for sewage sludge conditioning , Water research 39,4749-4754.

Liste des Illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure			
1	Les différentes types de croissances dans une boue activée (a) croissance filamenteuse, (b) croissance floculée, (c) croissance dispersée.	64		
2	Paramètres caractérisant et influençant la composition des édifices biologiques (selon <i>Jin .B et al.</i> (2003)).			
3	Les mousses de démarrage	76		
4	Les mousses de tensioactifs	76		
5	Les mousses de dénitrification	77		
6	Augmentation de la voile de boue dans le décanteur secondaire	79		
7	Foisonnement biologique dans les bassins biologiques (STEP IBN ZIAD, Constantine)	80		
8	Le moussage biologique dans le décanteur secondaire	81		

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau			
1	Classification des flocs selon leurs tailles (Eikelboom, D. H. (2000))	66		
2	Indices Filamenteux (IF) (Gerardi M.H.,(2002))	67		
3	Evaluation de la décantabilité de la suspension par la mesure de L'IB	69		
4	Exemples d'application de la mesure du temps de succion capillaire	71		
5	Classification des typologies des problèmes biologiques	74		
6	Origines et caractéristiques des différents flottants	77		
7	Classification des microorganismes filamenteux selon <i>Eikelboum</i> (1975)	82		
8	Classification des microorganismes filamenteux selon Jenkins et al (1993)	83		
9	Classification des microorganismes filamenteux selon <i>Wanner et Grau</i> (1989)	84		
10	Prédominance des filaments dans les boues selon les conditions de fonctionnement des STEP (<i>Gerardi M.H.</i> ,(2002)).	85		
11	Propriétés cinétiques de quelques filaments isolé (<i>Tandoi</i> . <i>V et al</i> (2006))	93		

Chapitre IV La respirométrie principe et méthodologie

« Aux grandes âmes les grands challenges »

Anne Marquie

Sommaire _

I.Introduction

Partiel : La respirométrie principe et base

II. La respirométrie

III. Evolution des techniques respirométriques au cours des années

IV.Les différentes applications des méthodes respirométriques
V. La mise en œuvre expérimentale de la respirométrie liquide
VI. La technique respirométrique établie dans la présente étude
VIII.Interprétation des données respirométriques

Partie 2: Matériels et Méthodes d'analyse, Méthodologie et conditions opératoires des tests respirométriques
VIII. Principe et présentation du respiromètre construit au laboratoire
IX. Les inocula utilisés
X. Le Choix des inhibiteurs
XI Le choix et le mode de fixation du rapport S₀/X₀ dans les études respirométrique

XII. Choix des substrats synthétiques

XIII.Conclusions

I.Introduction

Le traitement des eaux usées urbaines est réalisé, dans la plupart des cas, dans des systèmes biologiques à culture libre dit système à boues activées. La gestion du procédé est relativement simple, quand il n'y a pas de dysfonctionnements, et les coûts d'installation et d'opération sont considérés comme satisfaisants.

Cependant, la qualité des eaux produites et la stabilité du système sont très dépendantes des variations de débit et de composition de l'influent à traiter.

Les techniques d'épuration biologique utilisent l'activité des bactéries présentes dans l'eau, dégradant les différents composés biodégradables qui représentent environ **80** % de la matière organique ,soit en absence d'oxygène lié et non lié (procédés anoxies ou anaérobies), soit en présence d'oxygène endogène ou exogène (procédés aérobies).

Parmi les techniques développées pour le suivi de l'activité de la biomasse et du rendement épuratoire, de nombreuses approches sont envisageables, dont les comptes bactériens, la mesure d'enzymes spécifiques (*Le Bihan. Y et al. (1998*)), la mesure de l'ATP (*Jorgensen .PE*

et al. (1992)), la consommation du substrat (*Block. J.C et al. 1988*) ou la consommation d'oxygène (*Spanjers .H et al. 1998*) La mesure de la disparition de l'oxygène, contrairement aux autres méthodes, ne nécessite aucun réactif, ni appareil complexe lors de l'essai. Cette technique dite respirométrie , est également rapide et demande très peu de manipulations et moins onéreuses.

La respirométrie a été exploitée pour les études de la biodégradation dans les milieux d'eau et des sols, pour la détermination des constantes bio-cinétiques de dégradation, pour la modélisation du processus de traitement des eaux usées, pour la gestion de la toxicité, pour la détermination de la capacité de nitrification et pour le fractionnement et la caractérisation des influents des stations d'épuration.

Pour répondre aux exigences de qualité de plus en plus sévères, les installations de traitement des eaux usées doivent fonctionner d'une manière optimale. La mesure du taux de consommation d'oxygène peut être utile dans l'évaluation et le suivi de la performance du processus biologique de ces installations. En effet, la mesure du taux d'absorption d'oxygène peut fournir beaucoup d'informations, concernant les performances de la station de traitement, la caractérisation des eaux usées, la biodégradabilité des rejets spéciaux ainsi que les paramètres nécessaires pour les modèles mathématiques, afin de prédire le fonctionnement optimal d'une station de traitement et peut également être utilisée comme un outil d'évaluation d'une manière quotidienne. De plus, les résultats du taux d'absorption de l'oxygène peuvent être combinés avec d'autres méthodes et essais complémentaires pour augmenter et améliorer l'information pouvant en dérivée.

Partie 01 : La respirométrie : principe et base

II. La respirométrie

La respirométrie est l'outil le plus utilisé pour quantifier l'activité d'une biomasse et déterminer les grandeurs cinétiques de base. Elle repose sur la mesure en ligne de la consommation d'oxygène, Oxygen Uptake Rate (**OUR**), Nitrate Uptake Rate (**NUR**) ou Azote Uptake Rate (**AUR**), par les populations bactériennes épuratives, placées dans des conditions expérimentales définies (**Tableau IV.1**). Sous des conditions aérobies ou anoxies, les microorganismes consomment de l'oxygène ou les nitrates, respectivement, en proportion de l'élimination du substrat et de la croissance de la biomasse. Le taux de la respiration est la quantité d'oxygène (nitrate) consommée par unité de volume et de temps (*Mahendraker .M et al (1995*), *Spanjers .H et al (1996*)).

	Unité	Elément suivie	Condition opératoire	Type de population intervenante
				Hétérotrophe
OUR	$(mg d'O_2.L^{-1}.h^{-1})$	Oxygène	Aérobie	autotrophe
NUR	$(mg de NO_3.L^{-1}.h^{-1})$	Nitrate	anoxie	hétérotrophe
AUR	$(mg de NH_4.L^{-1}.h^{-1})$	Azote	Aérobie	Autotrophe

Tableau IV.1.	Classification	des	différentes	techniques	respirométriques
				1	1 1

III. Evolution des techniques respirométriques au cours des années

Un historique très détaillé de l'évolution des mesures respirométriques permettra d'apprécier plus ces techniques et d'admirer l'étendue des expériences qui peuvent être réalisées. Citer tous les travaux sera une mission très lourde vue la diversité de l'utilisation et la variété dans la mise en œuvre.

Les premières applications de la technique de la repirométrie datent des années **1900**, débutant par la manométrie jusqu'à la respirométrie assistée par ordinateur. Sur une période de plus **117**ans, la respirométrie a connu une multitude de perfectionnements, élargissant son application et augmentant sa sensibilité.

La manométrie basée principalement sur la mesure du changement de la pression d'un gaz dans un volume fermé, a été utilisée pour mesurer la respiration des cultures bactériennes. Cependant sa faible sensibilité ne favorise pas son application dans le domaine des eaux usées (*Arthur. R. M. (1985)*).

Au cours des années, la sensibilité des appareils s'est améliorée et l'utilisation de la méthode a commencé à se répandre. Les premières applications dans le domaine des eaux usées datent de **1921** par Warburg puis de **1928** par **Sierp** (*Jenkins.D* (*1960*)).

La maitrise de la technique s'est améliorée au fil du temps. De plus, l'apport d'oxygène en continu dans les respiromètres a fait chuter la durée des essais par rapport aux 5 jours des

essais de **DBO**₅ et permet d'enregistrer plusieurs valeurs de la consommation d'oxygène en fonction de temps (*Mahendraker .M et al (1995)*).

Après **1960**, plusieurs travaux ont été menés afin de résoudre quatre problèmes fondamentaux, l'acquisition des mesures respirométriques, les volumes d'échantillon à tester, l'apport d'oxygène et la détection des petits changements de volume et de pression, lors des essais (*Arthur. R. M. (1964, 1968, 1979 a ,1979 b); Abson.J.W et al (1967); Mytelka .A.I et al (1970)*).

Avec le temps, les respirometres sont devenus semi – automatiques, avec un apport d'oxygène en continu et des volumes de réacteurs beaucoup plus grands (quelques litres). À cette époque, les respiromètres les plus souvent utilisés sont (*Mahendraker .M et al (1995) :*

- Le respiromètre « on-line » d'Arthur, développé par Arthur.R. M. en 1964 pour mesurer la DBO₅ d'une eau usée en présence d'une culture pure.
- Le respiromètre de Simcar construit par *Abson.J.W et al en 1967*, est utilisé pour la détermination de la respiration des microorganismes en présence de différents substrats (glucose, acétate et phénol)
- Le respiromètre électronique réalisé par *Bridie*. A. L en 1969, pour expérimenter la biodégradabilité des eaux usées riches en phénol.

D'autres respiromètres électroniques similaires ont été construits en 1976, celui de Young.J. C. et al et de Tebbutt T. H. Y et al ; Dans le premier, la quantité d'oxygène consommée par la culture bactérienne au cours du test a été déterminée en introduisant un processus de réoxygénation par électrolyse, produisant la même quantité d'oxygène que celle consommée. Le deuxième montage respirométrique a permis de visualiser les résultats de la consommation d'oxygène en temps réel de six échantillons en parallèle, tout en prenant en considération l'influence du CO_2 au cours du test. (Mahendraker .M et al (1995)).

Une importante étape a également été franchie dans l'application de cette technique in situ, dans les différentes conceptions des réacteurs biologiques (biofilm, réacteur membranaire, disque biologique) (*Ordaz. A et al (2012)*).

Plusieurs conceptions sont actuellement utilisées et diffèrent essentiellement dans le mode d'alimentation des substrats, les techniques de détection et les paramètres mesurés (Figure IV-1).







(b)





(c)

(*d***)**

Figure IV-1. Différentes conceptions des respiromètres, (a) $1^{\text{ère}}$ configuration type LSS utilisé dans les bassins biologiques (b) $2^{\text{ème}}$ configuration type LSS (c) $1^{\text{ère}}$ configuration type LFS (d) $2^{\text{ème}}$ configuration type LFS. (*Van Loosdrecht.M. C. M et al.* (2016))

Les applications des techniques respirométriques n'ont cessé de s'élargir, la prochaine partie tentera de les résumer.

IV- Les différentes applications des méthodes respirométriques

La respirométrie a su s'imposer comme technique robuste et moins couteuse, elle a été intégrée dans plusieurs domaines tels que :

Les tests de biodégradabilité

Les processus de biodégradation sont constamment en cours sur une grande échelle dans le milieu naturel, dans l'eau et les sols.

L'utilisation de nouveaux respiromètres technologiquement avancés, permet d'exploiter les mesures de respiration pour les tests de biodégradabilité des effluents industriels très complexes, des substances peu solubles telles que les huiles, les hydrocarbures et les composés organiques spécifiques et les boues.

Les informations de biodégradabilité résultantes des tests respirométriques, peuvent être exploitées pour l'estimation des risques et des dangers de déversement de certaines substances, sur les équilibres écologiques des milieux récepteurs tels que les milieux aquatiques et les sols. (*Hoffmann. J et al (1997), Shogren. R.L et al (2004)*).

> L'estimation des coefficients de transfert d'oxygène dans les bassins d'aération

La majorité des stations de traitement biologique des eaux usées possèdent des systèmes d'aération de surface ou par insufflation d'air. L'aération représente **60 à 80%** des dépenses énergétiques de toute la STEP. En termes de coût l'aération représente **60%** environs des coûts de fonctionnement. Par conséquent, optimiser ce poste permettrait de faire des économies, de l'ordre de **10 à 20%**, sur le coût total de fonctionnement de la station, tout en garantissant la qualité et la fiabilité du traitement.

Les performances des systèmes d'aération sont généralement déterminées en usine et lors de leur montage dans les STEPs, éventuellement. Plusieurs paramètres de fonctionnement des aérateurs sont déterminés dont le coefficient de transfert volumique K_La , entre autres, paramètre très important pour la caractérisation des systèmes d'aération.

Plusieurs techniques permettent de déterminer ce paramètre, telles que la méthode aux sulfites et le bilan gazeux ; mais la respirométrie a prouvé son efficacité et sa rapidité puisque la détermination de ce coefficient s'effectue en présence de biomasse (dans le bassin d'aération) et non en eau claire.

Cette technique permet l'estimation du coefficient de transfert volumique K_La , dans deux cas de figure, soit lors de la mise en route des installations d'aération afin de réaliser les différents réglages tels que la hauteur d'immersion, la disposition et la densité des diffuseurs nécessaires, soit lorsque les stations sont en service, afin d'apprécier le degré de vieillissement des systèmes d'aération installés.

La gestion de la toxicité

Les eaux usées domestiques ont généralement une composition relativement constante et rarement contiennent des composés ou des facteurs qui pourraient nuire à la biodégradation. Contrairement à ces derniers, les effluents industriels sont caractérisés comme des mélanges complexes avec des concentrations variables de polluants et de substances inhibitrices, comme les métaux lourds, les composés organiques volatils, les substances organiques polyaromatiques, les polychlorobiphényles, les tensioactifs et les sels, qui peuvent affecter les performances du système (*Berkun .M et Onal.A (2004), Kungolos. A (2005), Cokgor EU et al (2008)*).

La respirométrie est une technique avantageuse dans l'identification de composés qui pourraient potentiellement avoir un effet négatif sur un système de traitement des eaux usées. Un test d'inhibition de la respiration est important pour les gestionnaires d'installations de traitement, pour vérifier la toxicité des rejets acceptés. Les valeurs CE_{50} , CE_{20} et CE_{10} sont utilisées dans les tests d'inhibition pour représenter la concentration des inhibiteurs qui produit 50%, 20% et 10% d'inhibition du taux de consommation d'oxygène par rapport à l'échantillon témoin.

Le suivi de la nitrification

La nitrification comporte l'oxydation de l'azote ammoniacal et de l'azote nitrique, par les organismes autotrophes. Dans une station d'épuration, il n'est guère pratique de surveiller et d'ajuster la nitrification.La diminution du substrat (NH_4^+) et l'augmentation des (NO_3^-), donne l'information, mais ne reflète pas l'activité réelle des nitrifiants; par contre la respirométrie permet de discriminer et d'accéder à l'activité des hétérotrophes et celle des autotrophes, en utilisant une variété d'inhibiteurs de nitrification(*Surmacz-Gorska. J et al (1996)*).

Les données de l'oxygène dissous obtenues, permettent de calculer l'évolution des vitesses de consommation de l'oxygène des bactéries hétérotrophes et autotrophes ensemble et celle des hétérotrophes seulement, moyennant l'utilisation d'inhibiteurs de nitrification tels que l'**ATU**. D'autres inhibiteurs sélectifs peuvent déterminer l'activité des nitrosomonas et des nitrobacters, responsables de la nitritation et la nitratation respectivement.

> La Caractérisation des influents des stations d'épuration.

Le traitement actuel des rejets polluants domestiques est réalisé dans des stations d'épuration fonctionnant pour la majorité selon le principe du procédé biologique à boues activées.

Celles-ci traitent les pollutions carbonées, azotées mais aussi phosphorées, dans certaines zones sujettes à l'eutrophisation. Or, le rendement de dépollution d'une station d'épuration est directement lié à la qualité de la matière organique de l'eau résiduaire. Des modèles développés par l'International Association of Water Quality (IAWQ), constituent des outils puissants pour la compréhension des mécanismes de dégradation de la matière organique et d'optimisation des procédés biologiques. Cependant, la pertinence de ces simulations est liée à la qualité des informations concernant les caractéristiques de la pollution organique de l'eau résiduaire.

Le fractionnement permet d'avoir une estimation de l'impact des rejets des stations d'épuration sur le milieu et des by-pass survenant en temps de pluie. La durée, la localisation et l'amplitude de cet impact dépendent des caractéristiques de la matière organique que l'on peut mesurer par le fractionnement. On obtient également des renseignements sur la réponse des milieux aquatiques selon le type de matière organique.

La méthode de respirométrie représente un outil commode pour la caractérisation des eaux usées et boues activées de différentes origines.

Différentes recherches ont été orientées vers les méthodes de compartimentation des eaux usées par respirométrie, certaines se sont orientées vers la détermination des fractions biodégradables et d'autres vers les fractions inertes ou particulaires (*Ekama. G et al (1986)*; *Henze .M (1992)*; *Lee .SE et al (1995)*; *Spanjers. H et al (1995)*; *Shulan. XU et al. (1996)*; *Orhon. D et al (1999 a)*; *Mathieu .S et al (2000)*; *Rössle .W et al (2001)*; *Roeleveld .PJ et al (2002)*; *Choi .EH et al (2005)*).

> La Détermination des constantes bio-cinétiques

Les modèles **ASM** sont les plus utilisés dans la modélisation et l'optimisation des systèmes de traitement des eaux usées par boues activées.

Il s'agit d'un outil utilisé pour la conception et la gestion des systèmes de traitement biologique des eaux usées. Il concerne en particulier l'oxydation du carbone, la nitrification et la dénitrification. La simulation du comportement des stations à boues activées, fait appel à de nombreuses réactions entre un grand nombre de composants. Pour être mathématiquement exploitables, tout en fournissant des prévisions réalistes, les réactions doivent représenter les processus fondamentaux du système.

En outre, le modèle doit prendre en compte la cinétique (**14 paramètres**) et la stœchiométrie (**5 paramètres**) de chaque processus, les paramètres y afférant déjà proposés par le groupe de

travail de l'**IWA** doivent être réajustés et recalculés puisqu'ils peuvent varier en fonction des conditions environnementales.

Au cours du temps, avec le développement de la méthode respirométrique et l'augmentation de son degré de précision, les chercheurs ont commencé à déterminer un bon nombre de ces paramètres, en établissant des protocoles très détaillés.

Plusieurs méthodologies et protocoles, ont été développés pour cet objectif (*Ros .M et al.* (1988) ; Orhon D et al (1999), en utilisant un inoculum à partir des eaux usées, et une solution contenant une variété de composés synthétiques afin de maintenir une diversité des microorganismes. Les techniques s'approfondirent et l'accès à d'autres paramètres biocinétiques augmente.

Spanjers.H et Vanrolleghem.P (1995) ont développé à l'aide de la méthode respirométrique une procédure pour déterminer les paramètres bio-cinétiques des processus autotrophes et hétérotrophes, pour un faible rapport S_0/X_0 . Selon les résultats, pour un mélange donné d'eau usée/boue activée, le rapport S_0/X_0 joue un rôle important lors de la détermination des paramètres bio-cinétiques. Alors qu'un faible rapport, ne permet pas la détermination de certains paramètres et un fort rapport inhibe la nitrification.

> La caractérisation de la biomasse

La détermination de la biomasse active et des proportions des grandes familles de populations épuratrices sont considérées selon leur caractère hétérotrophe ou autotrophe.

Les différences de pente obtenues dans les respirogrammes, permettent de remonter aux besoins spécifiques en oxygène, des différentes cultures et d'en déduire, la proportion relative des espèces actives dans le réacteur.

> Le suivi de la minéralisation des boues dans les lits de séchage

La respirométrie en phase solide a été exploitée pour le suivi de la dynamique de l'activité biologique dans les lits de séchage (minéralisation), étudier l'influence de la période de repos, optimiser les facteurs et conditions de charge qui provoquent des changements des cinétiques réactionnelles et notamment l'incidence d'un passage en anaérobiose des boues.

Le suivi du traitement du foisonnement par la chloration (prolifération des bactéries filamenteuses)

Comme il a été cité précédemment, la respirométrie pourra être un outil très précis pour optimiser les doses à appliquer et le temps de contact lors du traitement du foisonnement, par des agents toxiques tel que le chlore (*Kim C. W et al (1994), Caravelli. A et al (2004)*).

V. La mise en œuvre expérimentale de la respirométrie liquide

On distingue principalement deux types de respiromètres en phase liquide : en aérobiose et en anoxie ; chaque technique a son mérite selon son domaine d'application à une seule condition, que les mesures soient correctes et satisfaisantes.

V.1.Respirométrie en aérobiose

Son principe est simple, il consiste à estimer les quantités d'oxygène consommées (le plus souvent) ou les quantités de dioxyde de carbone produites (beaucoup plus rarement), par des micro-organismes, dans un échantillon liquide. La première méthode est en général préférée car elle peut être réalisée assez facilement par une mesure de concentration en oxygène dissous.

Ces méthodes permettent d'obtenir soit un profil de consommation d'oxygène cumulée, soit la mesure de la vitesse de consommation d'oxygène **OUR** « oxygen uptake rate », qui n'est en fait que la dérivée de la première (mais qui est plus précise) (*Baudouin A. (2005)*).

Le bilan massique par rapport à la concentration d'oxygène dans la phase liquide du respiromètre sera :

$$\frac{d (V_L S_0)}{dt} = Q_e S_{Oe} - Q_s S_O + V_L K_L a (S_{OS} - S_O) - V_L OUR_T$$
(EqIV.1)

On note :

V_L : Volume de la phase liquide dans le respiromètre (L)

 S_0 : Concentration de l'oxygène dissous dans la phase liquide (mg. L⁻¹)

 S_{Oe} : concentration de l'oxygène dissous à l'entrée du respiromètre (mg. L⁻¹)

 S_{OS} : Concentration de saturation de l'oxygène dissous dans la phase liquide (mg. L⁻¹)

 K_La : coefficient de transfert d'oxygène (h⁻¹)

Qe/Qs : débit du liquide à l'entrée et à la sortie du respiromètre respectivement (L.h⁻¹)

 OUR_T : taux de respiration total (mg. L⁻¹.h⁻¹)

V.1.1.Respiromètre (LSF) (statique gaz, alimentation continue en liquide)

Il s'agit de mesurer la concentration en oxygène consommée dans une cellule alimentée en continu, mais non aérée (*Sollfrank*. *U et al (1992*), *Spanjers H et al (1995*)).

L'avantage principal de cette technique est la fréquence élevée de la mesure. En revanche, le choix d'un débit liquide optimal est très difficile (**Figure IV.2**), l'équation (**IV.1**) devient :



Figure IV.2. Schéma du respiromètre type LSF V.1.2.Respiromètre (LSS) (statique gaz, statique liquide)

Une approche consiste à utiliser une méthode sans écoulement liquide et sans transfert d'oxygène, pour obtenir le taux de respiration en déterminant le terme différentiel. Cela peut être fait en mesurant la diminution de l'oxygène dissous en fonction du temps, due uniquement à la respiration (**Figure IV.3**). Le bilan massique est réduit à :

$$\frac{dS_0}{dt} = -OUR_T \tag{EqIV.3}$$



Figure IV.3. Schéma du respiromètre type LSS

Lors de son utilisation cette technique présente les avantages :

- de s'affranchir des phénomènes de transfert d'oxygène de l'air, dans le milieu ;
- une meilleure précision due à l'absence d'entrées/sorties dans les bilans de matières ;
- une relative simplicité des installations.

Cependant, elle présente une certaine limite dans le cas des boues à forte activité, du fait de la faible quantité d'oxygène dissous disponible, si le volume du réacteur reste raisonnable.

V.1.3.Respiromètre (LFS) (injection continue du gaz, statique liquide)

Il est également possible d'estimer la vitesse de consommation de l'oxygène de manière quasi continue (*Ros .M et al. (1988 b)*). Mais la détermination au préalable du coefficient de transfert d'oxygène K_La est nécessaire (**Figure IV.4**).

$$\frac{d S_0}{dt} = K_L a \left(S_{OS} - S_O \right) - OUR_T$$
(Eq IV.4)

Cette technique présente l'avantage d'être applicable à des échantillons de forte activité, car la quantité d'oxygène disponible ne sera pas limitante, mais en revanche nécessite un dispositif expérimental beaucoup plus lourd.



Figure IV.4. Schéma du respiromètre type LFS

V.1.4.Respiromètre (LFF) (injection continue du gaz, alimentation continue en liquide)

Dans ce cas, le bilan massique total de ((**Eq IV.1**) est valable, afin d'estimer le taux de respiration total, les débits et les concentrations d'oxygène à l'entrée et à la sortie de la cellule

de mesure, doivent être mesurés, tandis que le coefficient de transfert d'oxygène et la concentration en oxygène à la saturation doivent être évalués (**Figure IV.5**).



Figure IV.5. Schéma du respiromètre type LFF

Ces techniques respirometriques peuvent être appliquées, tout en mesurant l'oxygène dissous dans la phase gazeuse du respiromètre, au lieu de la phase liquide. Cette disposition est appliquée afin de surmonter les difficultés associées aux interférences dans la mesure de l'OD dans la phase liquide (exemple la formation d'un film de biomasse sur le capteur de l'OD). (*Van Loosdrecht.M.CM et al (2016)*). Les mesures de l'oxygène dissous, dans la phase gazeuse, peuvent être déduites par la variation en volume de gaz ou de sa pression. Les bilans massiques relatifs à chaque type de respiromètre sont regroupés dans **AN.IV.1**.

V.2.Respirométrie en anoxie

Cette méthode consiste à suivre l'évolution de la consommation des nitrates et des nitrites par les bactéries hétérotrophes d'un mélange de boues et d'influent, en anoxie, dans un réacteur fermé (*Henze .M (1986), Naïdoo .V et al (1998)*), et d'estimer par la suite le **NUR** « nitrate uptake rate » (**Figure IV.6**).

L'avantage de cette méthode (par rapport à l'aérobiose), est que la respiration de la biomasse hétérotrophe, constitue le seul terme du bilan. Par contre, elle nécessite de nombreux prélèvements, qui sont suivis d'une analyse analytique fastidieuse.
Il faut également réussir à maintenir des conditions de stricte anoxie, pendant toute la durée du test, par l'injection de l'azote moléculaire (N_2), à la place de l'air.

$$\frac{dNO_3}{dt} = -NUR \tag{EqIV.5}$$



Figure IV.6. Schéma du respiromètre en anoxie

VI. La technique réspirométrique établie pour la présente étude

La technique adoptée est celle déterminant le taux de consommation d'oxygène (OUR) par les microorganismes hétérotrophes et autotrophes, dans un réacteur de **type LFS**. Cette technique a été sélectionnée malgré le temps long des expériences par rapport à celle de type **LSS** (*Contreras. E.M et al* (2008)), pour les raisons suivantes :

- Le nombre élevé des informations pouvant être acquises par l'interprétation des respirogrammes,
- ➤ La parfaite maitrise des expériences menées,
- L'opportunité de mener plusieurs expériences successives,
- > La possibilité d'ajuster et d'adapter cette technique aux études de dysfonctionnements.

VI.1. Bilans massiques régissant la détermination de la respiration totale et la respiration exogène

La vitesse de consommation d'oxygène dissous peut être subdivisée en deux parties (*EqIV.6*), l'une exogène (OUR_{exo}) induite par la biodégradation du substrat, qu'il soit rapidement ou lentement biodégradable, l'autre, endogène (OUR_{end}) correspondant à la respiration de la cellule vivante, utilisant le contenu de la cellule en guise de substrat, pour la formation de biomasse (concept de mort –régénération), de la consommation d'énergie de maintenance et la respiration des protozoaires.

$$OUR_T = OUR_{exo} + OUR_{end}$$
 (EqIV.6)

En condition endogène (absence de substrat exogène), et dans un respiromètre de type **LFS** on peut écrire que :

$$\frac{d S_0}{dt} = K_L a \left(S_{OS} - S_{end} \right) - OUR_{end}$$
(EqIV.7)

A l'état d'équilibre (à l'état stationnaire) et en absence de substrat exogène

$$K_L a \left(S_{OS} - S_{end} \right) - OUR_{end} = 0 \tag{EqIV.8}$$

De L'Eq IV.4 et L'Eq IV.8 on aura :

$$OUR_{exo} = K_L a \left(S_{end} \, S_O \right) - \frac{d \left(S_0 \right)}{dt} \tag{EqIV.9}$$

$$OUR_T = K_L a \left(S_{OS} \cdot S_O \right) - \frac{d \left(S_0 \right)}{dt}$$
(EqIV.10)

VI.2. Protocole opératoire pour la détermination de la respiration totale et la respiration exogène

Le réacteur est tout d'abord, rempli de l'inoculum fraîchement prélevé. Sous l'effet des deux processus antagonistes, aération (apport d'oxygène) et respiration endogène (consommation d'oxygène), un équilibre s'établit, qui se traduit par une ligne de base horizontale dans l'enregistrement de la concentration en oxygène dissous, en fonction du temps. L'injection d'une certaine quantité du substrat donne alors lieu à une augmentation de la consommation d'oxygène par les microorganismes, et donc à un pic respirométrique (**Figure IV.7**). Une fois le substrat oxydé, la concentration en oxygène dissous tend à revenir au niveau initial, sous l'effet de l'aération continue du respiromètre. Ces mesures permettent d'évaluer la vitesse de consommation d'oxygène (oxygen uptake rates OUR) par les bactéries, dans les conditions choisies (endogène, exogène, en présence ou non d'inhibiteurs spécifiques).

Dans ce type de respiromètre (LFS), la détermination des différents taux de respiration doit être précédée par une détermination du coefficient de transfert d'oxygène (Figure IV.7. (a)).



Figure IV.7. (*a*) Respirogramme obtenu après injection du substrat binaire synthétique, (*b*) Évolution de la respiration totale correspondante en fonction du temps, (*c*) Évolution de la respiration exogène et endogène en fonction du temps.

La respirométrie de type LSS sera exceptionnellement utilisée dans le choix du substrat synthétique.

VI.3. Protocole opératoire pour la détermination de la respiration endogène et du coefficient du transfert d'oxygène

Le coefficient de transfert d'oxygène doit être évalué selon les conditions opératoires utilisées lors des études respirométriques (débit et type d'aération, vitesse d'agitation, géométrie du réacteur) ; la technique utilisée consiste à exploiter la courbe de réaération ou de désaération obtenue après une perturbation imposée à la concentration en oxygène dissous (*Weiss.B et al (1998*)).

Après la période de stabilisation endogène (ligne de base), un arrêt brutal de l'injection d'air est imposé, la concentration en oxygène dissous est laissée diminuer au voisinage de **1 mg.L**⁻

¹(limite de stress en aération) ; puis l'injection de l'air est remise en marche et l'augmentation de l'**OD** est enregistrée (**Figure IV .8.**) ; la courbe de désaération obéira à la relation suivante:

$$\frac{d S_0}{dt} = -OUR_{end}$$
(EqIV.11)

La régression linéaire de la courbe de désaération permettra de déterminer la respiration endogène, et selon l'équation (*EqVI.12*), on peut déterminer le coefficient de transfert d'oxygène dissous.

$$K_L a = \frac{OUR_{end}}{(S_{OS} - S_{end})}$$
(EqIV.12)

La technique établie sera profondément discutée dans les prochaines parties de ce document.





VI.4.Interprétation des données respirométriques

L'interprétation des réponses respirométriques obtenues dépendra des différents processus biologiques considérés dans cette évolution (croissance, hydrolyse, stockage, respiration endogène.). Ces derniers dépendront du rapport initialement imposé S_0 / X_0 dans le respiromètre (rapport initial entre la concentration du substrat et la concentration de la biomasse), du type et de la composition du substrat injecté (facilement ou difficilement

biodégradable, rapidement ou lentement hydrolysable ...) et de l'activité microbienne des inocula utilisés.

L'interprétation dépendra aussi des conditions expérimentales imposées (cas des dysfonctionnements étudiés).

Une distinction entre l'activité respiratoire de la biomasse hétérotrophe, à l'origine de l'oxydation de la pollution carbonée et la biomasse autotrophe responsable de la nitrification est indispensable afin de mieux exploiter et interpréter les résultats obtenus.

VI.4.1.Interprétation des réponses respirométriques selon le modèle ASM1

Après un décalage temporel (phase de latence), la biomasse consomme de l'oxygène pour dégrader le substrat facilement biodégradable (S_S et S_{NH}), et ainsi assurer ses besoins propres de maintien et de croissance. La consommation d'oxygène s'accélère jusqu'à dégradation de tout le substrat facilement biodégradable. La biomasse continue à se développer en hydrolysant puis en dégradant le ou les substrats lentement biodégradables (X_S et X_{ND}). En conséquence, la consommation d'oxygène diminue régulièrement jusqu'à la disparition complète des substrats biodégradables. Cette explication peut être vérifiée lorsqu'il n'y a d'autre limitation que la disponibilité du substrat (l'oxygène est présent en suffisance, cas du respiromètre type LFS), puisque l'hydrolyse est considérée comme étape limitante et ne consomme aucune énergie, la forme du respirogramme après le premier plateau est régi par les taux d'hydrolyse k_h et K_X (*Orhon .D et al (2009)*).

Selon le modèle **ASM1**, le taux de consommation d'oxygène total (charge carbonée et nitrification), comprend, le taux de consommation de croissance utilisant les substrats facilement biodégradables et la respiration endogène (*EqIV.6*).

La respiration exogène totale sera :

Le terme $\left(\frac{S_0}{(K_{0,H}+S_0)}\right)$ est égal à l'unité puisque le respiromètre est de type **LFS** (l'oxygène dissous n'est pas limitant, So importante))

Et puisque :

$OURexo = OUR exo_H + OUR exo_A$

(*EqIV.14*)



Figure IV.9. Interprétation d'un respirogramme obtenu après une injection d'un substrat biodégradable par les hétérotrophes dans un respiromètre de type LFS, selon le modèle ASM1 (*Orhon. D et al* (2009))

On aura :

La respiration des hétérotrophes :

OUR $exo_H = \frac{1-Y_H}{Y_H} \cdot \frac{\mu_{mH}.Ss.X_{BH}}{(K_s+Ss)}$ (EqIV.15) OUR $end_H = (1-f_P) b_H.X_{BH}$ (Eq IV.16)

La respiration des autotrophes :

OUR
$$\operatorname{exo}_{A} = \frac{4.57 \cdot Y_{A}}{Y_{A}} \cdot \frac{\mu_{\text{mA}} \cdot SNH \cdot X_{BA}}{(K_{\text{NH}} + S_{\text{NH}})}$$
 (Eq IV.17)

OUR end_A =
$$(1-f_P) b_A X_{BA}$$
 (*Eq IV.18*)

VI.4.2.Interprétation des réponses respirométriques selon le modèle ASM3

La même courbe d'OUR peut être interprétée selon le modèle **ASM3** avec un point de vue complètement différent. Puisque les mécanismes biochimiques participant à l'utilisation de

l'oxygène dans le cas d'**ASM3** sont le stockage, la dégradation des produits de stockage, la croissance et la respiration endogène (*Orhon. D et al (2009)*).

En effet, le substrat rapidement biodégradable est partiellement transformé en substances de réserve qui sont ensuite lentement consommées ; de son côté, le substrat lentement biodégradable est hydrolysé en substrat rapidement biodégradable, avant d'être partiellement transformé en substance de réserve, les deux phénomènes (hydrolyse et stockage puis consommation) ayant des temps caractéristiques assez proches.

$$OUR_T = OUR_{sto} + OURcrois_{XSTO} + OURresp_{XSTO} + OURend$$
 (*EqIV.19*)

Dans le cas de la respiration des hétérotrophes :

OURsto =
$$(1 - Y_{sto}) \cdot k_{sto} \cdot \frac{SS \cdot X_{BH}}{K_s + Ss}$$
 (EqIV.20)

$$OUR_{crois XSTO} = \frac{1-Y_H}{Y_H} \cdot \mu_{mH} \frac{\left(\frac{A_{SEO}}{X_{BH}}\right)}{K_{STO} + \frac{X_{SEO}}{X_{BH}}} \quad X_{BH}$$
(EqIV.21)

$$OUR_{resp XSTO} = b_{sto} X_{STO}$$
 (EqIV.22)

$$OUR_{end} = (1-f_I) b_H X_{BH}$$
 (EqIV.23)



Figure IV.10. Interprétation d'un respirogramme obtenu après une injection d'un substrat biodégradable par les hétérotrophes, dans un respiromètre de type LFS, selon le modèle ASM3 (*Orhon .D et al (2009)*).

VI.5. La détermination des paramètres biocinétiques des processus des hétérotrophes en condition aérobie en utilisant les techniques respirométriques et la vision du modèle ASM1

Les techniques de détermination des paramètres bio-cinétiques, des différents processus fondamentaux, en conditions aérobies, pour la dégradation du substrat carboné et la nitrification, sont nombreuses. Elles se répartissent entre une interprétation directe des réponses réspirométriques, une interprétation des réponses respirométriques après des impulsions de concentration croissante et un calage du profil des réponses réspirométriques au modèle considéré et d'autres. *Ordaz. A et al (2012)*, par exemple ont pu déterminer certaines constantes biocinétiques de la dégradation d'un substrat synthétique dans un réacteur à biofilm fixé, en utilisant différentes approches respirométriques (**Tableau IV. 2**).

Tableau	IV.	2. Réca	pitulatif	des t	techniques	de de	étermination	de	quelques	constantes	bio-
cinétique	s en t	utilisant	les répor	nses r	respirométr	iques,	selon Orda	<i>z. A</i>	et al (201	2).	

Constantes bio-cinétiques	Méthodes	Modèles utilisés
Y _{O/S}	Interprétation direct du	
	respirogramme	ASM1/ASM3
	Interprétation direct du	
${ m Y}_{ m X/S}$	respirogramme	ASM1/ASM3
	Interprétation direct du	
${ m Y}_{ m Xsto/S}$	respirogramme	ASM3
	Interprétation direct du	
Y _{X/Xsto}	respirogramme	ASM3
	Impulsion de concentration	
Ks	croissante	ASM1/ASM3
	Impulsion de concentration	
OURexomax	croissante	ASM1/ASM3
k _{STO}	Calage au modèle	ASM3
K _{STO}	Calage au modèle	ASM3
t _r	calage au modèle	ASM1/ASM3
Х	calage au modèle	ASM3

VI.5.1. Détermination des paramètres caractérisant une réponse respirométrique

L'observation et l'estimation de certains paramètres géométriques, caractérisant les pics respirométriques jouent un rôle capital dans la détection et l'évaluation instantanée de la situation des STEPs, lorsqu'elles sont confrontées à certains dysfonctionnements (situations inhabituelles).

- a- La pente initiale du pic ;
- b- La hauteur du pic ;
- c- La surface du pic.

Après injection d'une certaine quantité de substrat exogène, et en présence des inhibiteurs sélectifs (inhibiteur de nitrification, de nitratation...),, la respiration maximum **OURexomax** (**mg d'O**₂. L⁻¹. **Min**⁻¹) des hétérotrophes et des autotrophes peut être estimée (hauteur du pic).

La quantité d'oxygène consommée Q_T (mg d'O₂. L⁻¹) par les microorganismes pour métaboliser le substrat injecté est estimée par le calcul de la surface délimitée par la courbe d'OUR_{exo} en fonction du temps, qui sera calculée par une simple méthode des rectangles sous **ORIGINE 6.0.** La quantité d'oxygène consommée par les autotrophes Q_{TA} sera estimée (après injection de l'inhibiteur de nitrification), par soustraction de la quantité d'oxygène consommée par les hétérotrophes Q_{TH} de la quantité totale Q_T (**Figure IV.11**).



Figure IV.11. Les différents paramètres caractérisant une réponse respirométrique

VI.5.2. Détermination du rendement cellulaire des hétérotrophes (Y_H)

Pour leur croissance, les bactéries hétérotrophes (X_{BH}) utilisent la matière organique (S_S) comme substrat. Une partie de cette matière organique est assimilée pour former la biomasse

(fraction Y_H) et la fraction restante (1 - Y_H) notée $Y_{O/S}$ est utilisée comme source d'énergie (*Chudoba. P et al (1992), Mezzanottea. V et al. (2004), Strotmann.U.J et al.(1998), Contreras. E.M et al (2008)*).

 Y_H sera déterminé en utilisant l'équation suivante :

$$Y_{\rm H} = 1 - Y_{O/s} = 1 - \frac{Q_{TH}}{\Delta Ss}$$
 (Eq IV.24)

 Δ **Ss** : La quantité de substrat carboné consommée, exprimée en DCOs.

Dans le cas de faible rapport initiale S_0/X_0 , Q_{TH} sera estimée comme cité plus haut, sans avoir recours au suivi de l'évolution relative de la dégradation du substrat carboné (le retour à l'endogène aura lieu dès la consommation totale du substrat injecté). Cependant, dans les cas de rapports S_0/X_0 fort ou moyen, un suivi de la dégradation du substrat carboné est nécessaire pour l'estimation de Q_{TH} , à cause de la multiplication bactérienne pouvant avoir lieu durant le test respirométrique. Le retour à l'endogène (valeur initiale de Send) nécessitera un temps additionnel, malgré la consommation totale du substrat injecté.

L'estimation $d'Y_H$ dépendra également du fractionnement du substrat synthétique ou de l'eau usée injectée. Ceci sera plus détaillé dans la troisième partie du chapitre V.

VI.5.3. Détermination du taux de croissance maximal des hétérotrophes μ_{mH}

Le taux de croissance maximum peut être évalué par plusieurs techniques respirométriques (*Ekama. G et al (1986*), *Kappeler. J et al (1992*), *Fall.C et al (2012)*). Ces techniques diffèrent principalement dans le rapport S_0/X_0 , initialement considéré dans les tests respirométriques.

La technique adoptée par *Kappeler*. *J et Gujer*. *W* (1992) ,permet l'estimation de ce paramètre dans un respiromètre de type LFS avec un fort rapport initial S_0/X_0 .

En se basant sur les équations (*EqIV.15*) et (*EqIV.16*), la respiration totale des hétérotrophes en condition de rapport initial S_0/X_0 élevé, sera alors :

$$OUR_{TH} = \mu_{mH} \left(\frac{1 - Y_H}{Y_H}\right) X_{BH} + (1 - f_P) b_H X_{BH}$$
 (*Eq IV.25*)

L'évolution de la concentration de la biomasse dans le respiromètre, en se basant sur l'approche du modèle **ASM1 (chapitre II)**, est exprimée par l'équation suivante :

$$\frac{\mathrm{dX}_{\mathrm{BH}}}{\mathrm{dt}} = \mu_{\mathrm{mH}} \left(\frac{\mathrm{S}_{\mathrm{S}}}{(\mathrm{K}_{\mathrm{S}} + \mathrm{S}_{\mathrm{S}})} \right) \left(\frac{\mathrm{S}_{\mathrm{O}}}{(\mathrm{K}_{\mathrm{O},\mathrm{H}} + \mathrm{S}_{\mathrm{O}})} \right) \mathrm{X}_{\mathrm{BH}} - \mathrm{b}_{\mathrm{H}} \mathrm{X}_{\mathrm{BH}}$$
(Eq IV.26)

Sous les mêmes conditions opératoires (respiromètre de type LFS et (S_0/X_0) élevé, l'équation (*Eq IV.26*) sera :

$$\frac{\mathrm{dX}_{\mathrm{BH}}}{\mathrm{dt}} = (\mu_{\mathrm{mH}} - b_{\mathrm{H}}) X_{\mathrm{BH}}$$
 (Eq IV.27)

On aura après réarrangement et intégration :

$$X_{BH} = X_{BH0} e^{(\mu_{mH} - b_H)t}$$
 (Eq IV.28)

L'équation (Eq IV.25) devient :

$$OUR_{TH} = \left[\mu_{mH} \left(\frac{1-Y_H}{Y_H}\right) + (1-f_P) b_{H.}\right] X_{BH0} e^{(\mu_{mH}-b_H)t}$$
(Eq IV.29)

En rapportant la valeur de la respiration totale des hétérotrophes à différents temps, à sa valeur initiale (pour t = 0), on aura :

$$\frac{OUR_{TH}}{OUR_{TH0}} = e^{(\mu_{mH} - b_H)t}$$
(Eq IV.30)

$$Ln \quad \frac{OUR_{TH}}{OUR_{TH0}} = (\mu_{mH} - b_H)t \qquad (Eq IV.31)$$

En traçant Ln $\frac{\partial UR_{TH}}{\partial UR_{TH0}}$ en fonction du temps on peut déterminer la pente qui sera égale à $(\mu_{mH} - \mathbf{b}_{H})$; connaissant le taux de décroissance \mathbf{b}_{H} préalablement déterminé ou considéré égal à 5% de μ_{mH} (*Tunay.O et al (2004)*), le taux de croissance maximal sera aisément déterminé.

Cette technique est fréquemment utilisée car elle permet la détermination de ce taux, sans la détermination préalable de la concentration des hétérotrophes dans le respiromètre (X_{BH}). Par contre les conditions de détermination (rapport initial de S_0/X_0 élevé) diffèrent de celles enregistrées dans les STEPs (faible rapport initiale S_0/X_0).

La technique adoptée par *Ekama*. *G et al (1986)* détermine μ_{mH} ,mais pour un faible rapport initial S_0/X_0 ; dans ces conditions, la respiration endogène est négligée et μ_{mH} sera déterminée en se basant sur la relation suivante :

$$\mu_{mH} = Y_H \left(\frac{1}{1 - f_{cv}Y_H}\right) \frac{OURmax1.24.(Vww+Vml)}{fav.Xv.Vml}$$
(Eq IV.32)

On note que :

fcv : facteur de conversion de la concentration des **MVS** d'une boue, en **DCO**_T fav: la fraction de la biomasse active dans la liqueur mixte injectée OUR_{max1} : la première valeur de la respiration maximale atteinte (mg. L⁻¹.h⁻¹) Vww : le volume de l'eau usée synthétique injecté dans le respiromètre (L) Vml : le volume de la liqueur mixte, injecté dans le respiromètre (L) Xv : Concentration de la liqueur mixte injectée (mg MVS.L⁻¹)

VI.5.4. Détermination des taux de décroissance des hétérotrophes b_H

La détermination du taux de décroissance bactérien des hétérotrophes peut être assurée principalement par deux techniques respirométriques de type LFS, soit en condition endogène *(Ekama. G et al (1986))*, ou exogène *(Avcioglu . E et al (1998))*, puisque ce métabolisme de base de la cellule microbienne est supposé être en action en permanence sur les microorganismes, non seulement lorsqu'ils sont privés de nourriture, mais aussi lorsqu'ils sont abondamment pourvus en substances nutritives.

Sous les conditions endogènes, ce taux sera estimé par l'enregistrement de la concentration de l'oxygène dissous, dans un respiromètre de type LFS, pour un temps suffisamment long (plusieurs jours). Dans ces conditions, la respiration endogène OUR_{end} n'est plus constante mais décroit lentement en fonction de la lyse bactérienne. *Ekama. G et al (1986)* ont proposé cette technique et ont considéré que **10%** de réduction de la respiration endogène initiale, peut être atteinte. Ce taux sera estimé en se basant sur le développement suivant :

En condition endogène l'Eq IV.26 devient :

$$\frac{dX_{\rm BH}}{dt} = -b_{\rm H} X_{\rm BH}$$
(Eq IV.33)

On aura après réarrangement et intégration :

$$X_{BH} = X_{BH0} e^{(-b_H)t}$$
 (Eq IV.34)

La respiration totale des hétérotrophes dans ces conditions endogènes sera :

$$OUR_{TH} = (1-f_P) b_H X_{BH}$$
 (Eq IV.35)

En substituant la valeur de X_{BH} estimée par l'équation (Eq IV.33) dans l'expression de $lnOUR_{TH}$ on aura :

$$\ln OUR_{TH} = ln[(1-f_{\rm P}) b_{\rm H}.X_{\rm BH0}] - b_{\rm H} t$$
 (*Eq IV.36*)

La pente de l'évolution de **ln OUR**_{TH} en fonction du temps permet l'estimation directe de ce taux de dépérissement b_{H} .

VI.5.5.Constante de demi-saturation des hétérotrophes K₈

Ce paramètre peut être déterminé après des injections croissantes en substrat, ces injections croissantes permettront aussi la détermination de la respiration maximale.

VI.5.6.Détermination des taux d'hydrolyse kh et KX

La fraction lentement biodégradable (**X**_S) largement présente dans les eaux usées urbaines et particulièrement les eaux usées industrielles, est hydrolysée en (**S**_S) afin d'être ingérée par les microorganismes. L'étape d'hydrolyse est une étape extrêmement importante dans la modélisation des systèmes de boues activées. Elle est modélisée comme une réaction de surface englobant l'adsorption du substrat, la désintégration enzymatique, le stockage, etc... L'estimation des constantes bio-cinétiques relatives à cette étape par des méthodes expérimentales est pour le moment impossible, vu qu'il est difficile de distinguer entre la fraction du substrat stockée et celle hydrolysée. Les constantes d'hydrolyse peuvent, toutefois, être déterminée par une procédure de calage, après avoir obtenu les autres constantes biocinétiques et le fractionnement de la charge carbonée, en utilisant des réponses respirométriques avec des rapports **S**₀/**X**₀ très élevés pour que le rapport (**X**_S/**X**_{BH}) soit à son maximum. Ainsi, la possibilité de déterminer les constantes relatives à l'hydrolyse, par l'interprétation des données du 2^{ème} plateau du respirogramme, est possible. Cependant, utiliser un rapport de S₀/**X**₀ élevé, résulterait d'une croissance de la biomasse, dès le 1^{er} plateau, ce qui changera les conditions opératoires initiales. (*Ekama. G et al. (1986*)).

Orhon. D et al. (1999b) ont argumenté qu'il est difficile et même parfois imprécis de définir les constantes bio-cinétiques relatives à l'hydrolyse, en considérant une seule étape d'hydrolyse, et ont proposé une estimation à double étapes d'hydrolyse ($X_S \longrightarrow S_H \longrightarrow S_S$).

VI.5.5.Estimation de l'inhibition et la toxicité

Une variété de composés inhibiteurs est susceptible de pénétrer de manière accidentelle dans la filière de traitement de la STEP, causant un recul dans le rendement d'épuration. Pour les risques qu'ils engendrent, ces composés peuvent être caractérisés par leurs effets (effet sur l'activité respiratoire, effet sur la floculation) et non par leur nature.

L'effet sur l'activité respiratoire peut être évalué par l'estimation du :

Pourcentage de réduction (exprimé en %) des pentes (P) (paramètre le plus rapidement mesurable) des pics respirométriques, en présence et en absence d'inhibiteurs :

$$\mathbf{P} = \frac{(pente)_0 - (pente)_I}{(pente)_0} \times 100 \qquad (eq IV.37)$$

Pourcentage de réduction (exprimé en %) de la quantité d'oxygène totale consommée (R_T), de la quantité d'oxygène consommée par les autotrophes (R_{TA}) et de la quantité d'oxygène consommée par les hétérotrophes (R_{TH}) en présence et en absence d'inhibiteurs.

$$\mathbf{R}_{\rm T} = \frac{\mathbf{Q}_{\rm T0} - \mathbf{Q}_{\rm T1}}{\mathbf{Q}_{\rm T0}} \times 100 \qquad (Eq \, IV.38)$$

$$\mathbf{R}_{\mathrm{TA}} = \frac{\mathbf{Q}_{\mathrm{TA0}} - \mathbf{Q}_{\mathrm{TAI}}}{\mathbf{Q}_{\mathrm{TA0}}} \times 100 \qquad (Eq \, IV.39)$$

$$\mathbf{R}_{\mathrm{TH}} = \frac{\mathbf{Q}_{\mathrm{TH0}} - \mathbf{Q}_{\mathrm{THI}}}{\mathbf{Q}_{\mathrm{TH0}}} \times 100 \qquad (Eq \, IV.40)$$

Partie 2 : Matériels et Méthodes d'analyse, Méthodologie et conditions opératoires des tests respirométriques

VIII.Principe et Présentation du respiromètre construit au laboratoire

Les mesures respirométriques mises en œuvre exigent l'établissement rigoureux des conditions opératoires pour que les protocoles expérimentaux soient reproductibles et les expérimentations soient comparables entre elles. Donc il faut se placer dans des conditions parfaitement uniformisées et bien étudiées.

Le respiromètre construit se présente sous forme d'un réacteur aéré et agité, placé dans une enceinte thermique pour le maintenir à température constante. Le réacteur respirométrique

Chapitre IV

sera destiné à mesurer l'activité respiratoire des micro-organismes hétérotrophes et autotrophes, dans deux conditions différentes : **LFS** et **LSS**. Les paramètres les plus importants à considérer dans un test respirométrique sont :

Le type des réacteurs

Deux réacteurs en pyrex ont été utilisés dans les différentes études respirométriques menées. Ils étaient de type à col réduit, afin de minimiser l'apport d'oxygène à travers la surface libre des échantillons, avec des capacités respectives de 1 L (900 ml de volume utile) et de 0.5 L (400 ml de volume utile) (Figure IV.12.). (*Guisasola. A et al (2005)*) ont démontré expérimentalement l'obligation de prendre en considération le transfert d'oxygène lié à l'échange atmosphère-liqueur mixte. Ceci dépend de la forme du réacteur et du type de respirométrie utilisée. Ils ont souligné que le transfert aura plus d'effet dans le cas de la respirométrie type LSS.





Figure IV.12. Réacteurs utilisés dans les études respirométriques : *(a)* réacteur de capacité de 0.5 L, *(b)* réacteur de capacité de 1.0 L

> La température

Le taux de consommation d'oxygène est dépendant de la température, généralement l'activité augmente avec la température (*Ros. M (1993)*; *Henze et al, (2002)*), la biomasse produira plus d'enzymes pour hydrolyser le substrat lentement biodégradable et par conséquent la vitesse de dégradation sera plus rapide. Pour cette raison, il est important de maintenir la température constante pendant toute l'expérience. Des expériences en laboratoire sont souvent réalisées à 20 ° C. Cependant, dans certains cas il est préférable de prendre la même température, pour l'expérience, que dans l'installation réelle. Ceci est particulièrement important lorsque les applications des résultats sont utilisées pour le contrôle opérationnel et

la modélisation des processus d'une station fonctionnant à une température différente de 20°C.

La température influence considérablement le transfert d'oxygène dans un respiromètre. Il faut souligner que le coefficient de transfert d'oxygène dans un respiromètre de type LFS est le paramètre clé dans l'estimation des autres éléments caractérisant la réponse respirométrique. Ce paramètre a été estimé pour différentes températures variant de 10 à 38°C (Tableau IV.3), où il a été trouvé que le coefficient de transfert d'oxygène passe presque du simple au double, quand la température augmente de 20 à 30 °C, et se réduit de moitié pour une diminution de 20 à 10°C.

Tableau IV.3. Effet de la température sur le coefficient de transfert d'oxygène KLa

Température °C	10	20	30	38
K _L a ((h ⁻¹)	0.78	1.68	3.9	4.14

La température sera maintenue constante à 20°C en utilisant une enceinte thermique.

L'aération

Le débit d'air doit être suffisant pour que l'oxygène ne devienne pas un facteur limitant, mais pas trop important pour éviter d'élever le pH de la solution, en purgeant le **CO**₂. Un diffuseur en céramique relié à une pompe d'aquarium a pu assurer une aération adéquate. Certains auteurs préconisent de contrôler le pH durant les expériences respirométriques (surtout dans le cas d'une nitrification), par l'ajout d'une solution tampon (*Strotmann U.J.et al (1998*)) ou par un ajustement acido-basique selon les fluctuations du pH (*Marsili-libelli S.et al (2002*)).

Pour s'assurer du bon choix du mode et du débit d'aération, un suivi de la variation du **pH** a été réalisé durant l'étape de détermination de la respiration endogène et du coefficient de transfert d'oxygène ; durant l'arrêt et la reprise de l'aération en absence de substrat exogène. Initialement le pH de la liqueur mixte prélevée a varié entre **8.21** et **8.34** à **20**°C,

Une faible diminution du pH (de **0.42**), dans la plage de **8.24** à **7.82**, durant l'arrêt de l'aération, a été constatée. Cependant, après la reprise de l'aération, une légère augmentation a été observée de **7.87** à **8.19** (de **0.32**), avec un retour au pH initial ((Figure.IV.13).

Ces petites flucuations ne sont pas significatives. Elles sont probablement dues aux flucuations de température durant les deux étapes de l'arrêt et la reprise de l'aération. le débit et le mode d'aération utilisés paraissant adéquats.



Figure IV.13. Variation du pH durant un test respirométrique (effet de l'aération)

> Agitation

L'agitation sera maintenue constante durant les expériences. Elle doit être suffisante pour éviter d'éventuels dépots sur les parois du réacteur, mais pas excessive pour ne pas perturber le fonctionnement de la sonde. Il faut donc mettre en place une agitation suffisante pour permettre le renouvellement des molécules d'oxygène à la surface, mais pas trop violente afin d'éviter de créer un vortex. L'agitation a été fixée entre **100 tr.min⁻¹** et **200 tr.min⁻¹** selon la capacité du réacteur utilisé.

Plusieurs montages ont été réalisés, ils dépendent des objectifs ciblés, comme montré par les photos suivantes :







Figure IV .14. Les montages expérimentaux utilisés dans les études respirométriques menées (*a*) premier montage respirométrique utilisant un enregistreur graphique (*b*) montage respirométrique utilisant des oxymètres à acquisition automatique (*c*) montage respirométrique utilisé dans les études comparatives.

> Acquisition des données

La mesure de la consommation en O_2 est préférée à celle de la production de CO_2 car cette dernière est sujette à une compétition de réactions physico-chimiques (dissolution, équilibre calco-carbonique), en plus de la dépendance de la solubilité de CO_2 du pH.

Dans les premières applications des tests respirométriques, un oxymètre **OXI 537 de WTW** a été utilisé. Cependant il ne permettait pas l'acquisition automatique des mesures et donc pour cela un enregistreur graphique a été utilisé. Dans la suite des études, deux autres oxymètres ont été utilisés (**OXI 730 de WTW**) et (**INOLAB-OXI 7310**), permettant l'acquisition et l'enregistrement automatique des valeurs mesurées. Leurs sondes à oxygène sont systématiquement séchées et calibrées périodiquement dans l'air saturé en eau.

Avant l'utilisation d'une sonde d'oxygène, son temps de réponse doit être vérifié. Il représente la durée nécessaire pour que la valeur mesurée de l'oxygène dissous passe de **0 à 90%** de la concentration de saturation. Il est déterminé en relevant le temps nécessaire pour passer d'une eau dépourvue d'oxygène (en barbotant de l'azote gazeux) à une eau saturée en oxygène (en barbotant de l'air) (**Figure IV.15**).

Il faut souligner l'importance de ce paramètre, qui doit être minutieusement déterminé afin d'éviter d'enregistrer des mesures décalées dans le temps et sur ou sous estimées. Certains auteurs préconisent de faire des corrections sur les mesures de l'oxygène dissous en fonction du temps de réponse de la sonde (*Guisasola*. A et al (2005)).

D'une part, les sondes présentant des temps de réponse élevés sont peu sensibles aux parasites, mais, d'autre part, ils sont très lents pour détecter les variations de la mesure de l'oxygène dissous.

Aucune correction n'a été prise en compte, pour la sonde utilisée avec l'oxymètre (**OXI 730 de WTW**), vu que son temps de réponse était de **16 s**, niveau inférieur à la limite de 1 minute, au-delà de laquelle la résistance de la sonde sera prise en considération (*Mariaux. D*). De plus le pas de temps utilisé dans l'acquisition des données de variation de l'OD est d'une minute. Pareillement, la sonde de l'oxymètre (**INOLAB-OXI-7310**) a présenté un temps de réponse de **6s**, niveau inférieur au pas de temps utilisé pour l'acquisition des données **10 s**.



Figure IV.15. Procédure expérimentale pour la détermination du temps de réponse des sondes d'oxygène utilisées

Détermination de la concentration de saturation de l'oxygène dissous dans la liqueur mixte

La concentration d'oxygène dissous de la liqueur mixte, à saturation, est souvent estimée à partir des valeurs tabulées pour l'eau claire, mais elle peut être mesurée par une sonde d'oxygène en aérant à la saturation une solution de liqueur mixte filtrée. Dans cette étude, la concentration de saturation était déterminée pour un échantillon ayant décanté plus de **24 h** (vue la difficulté de filtration de la liqueur mixte) et le surnageant est récupéré puis aéré à saturation.

Plusieurs expériences ont été menées sur la liqueur mixte décantée où la valeur mesurée à la saturation S_{Os} est de **8.98 mg O₂. L⁻¹** à la température de **20**°C ; or cette concentration est de **9.2 mg O₂. L⁻¹** pour une eau claire à la même température.

IX.Les inocula utilisés

La qualité et la source de l'inoculum microbien affectent énormément les résultats de la biodégradabilité et peut être prélevé dans différentes niches écologiques. Les sources de l'inoculum utilisées dans les méthodes respirométriques sont multiples : une boue activée d'une station d'épuration ou d'une usine, à partir d'un effluent secondaire, d'un éluât de compost, ou d'un sol, voire d'un mélange d'inoculum (*Ferrer. J et al (2002) ; Mezzanottea. V et al (2004)*), L'inoculum peut être introduit directement ou après un prétraitement par filtration ou décantation afin d'éliminer les grosses particules. Une aération est toujours nécessaire pour purger le système du carbone organique présent dans l'inoculum et de tous types de substrat exogène résiduel.

Il faut souligner que les réponses respirométriques dépendent de l'activité microbienne, qui elle-même dépend de l'état de minéralisation des boues, qui est fonction en grande partie de l'âge des boues, en plus d'autres conditions opératoires. Par conséquent, les caractéristiques des boues influencent grandement les réponses respirométriques.

Trois différents inocula ont été utilisés dans la première partie des études en batch :

- Les premiers types (de boues) d'ensemencement notés (ES1), sont des liqueurs mixtes collectées dans le dernier bassin d'aération (concentration résiduelle du substrat exogène minimale) de la chaine de traitement biologique de la station d'épuration des eaux usées 'IBN ZIAD', fonctionnant en aération prolongée.
- Les seconds types d'ensemencement notés (ES2,) sont des liqueurs mixtes collectées au niveau du dernier bassin d'aération de la chaine biologique de la station de 'CHELGOUM LAID', fonctionnant en faible charge.
- Le troisième type d'ensemencement noté (ES3) sont des liqueurs mixtes collectées au niveau du micro pilote utilisé, fonctionnant pour un âge des boues de 12 j.

Le prélèvement des liqueurs (*ES1*) et (*ES2*) est effectué à l'aide d'une bouteille à immersion, qui permet d'accéder à différentes profondeurs du bassin. Ces derniers sont effectués aux mêmes points de prélèvements pour garder le plus possible les mêmes caractéristiques. Ils sont effectués après une demi-heure de fonctionnement des agitateurs immergés pour s'assurer de l'homogénéité de la liqueur mixte

Les inocula sont ensuite récupérés après la mesure de la température, du pH, de la conductivité, de la salinité et du rapport **MES/MVS**, dans des bouteilles ombrées en verre de

01 L de capacité puis réfrigérées à $4^{\circ}C$ permettant ainsi de ralentir et même de freiner l'activité microbienne.

IX.1.Caractérisation microscopique et macroscopique des inocula utilisés

La caractérisation macroscopique et microscopique des inocula utilisés sera réalisée et interprétée pour les différents échantillons avant et après l'application du programme de dysfonctionnements prévus (**AN.IV.2**).

IX.1.1.Caractérisation macroscopique des liqueurs mixtes utilisées

a- Caractérisation physico -chimique

Les inocula *ES3* ont présenté une conductivité plus prononcée et un taux de salinité assez élevé par rapport aux deux autres *ES1* et *ES2* (**Tableau IV.4**). Ceci est dû principalement au mode de fonctionnement du micro pilote et à la composition du substrat alimentant ce dernier (**chapitre V**).

Les deux inocula *ES1* et *ES2* ont présenté un taux moyen de minéralisation, plus important que celui de l'inoculum *ES3*. Ceci dépend fortement des conditions opératoires du bassin biologique et particulièrement l'âge des boues qui est probablement supérieur pour les deux inocula.

Type de liqueur	Conductivité (µS/cm)	Salinité (%)	рН	% moyen de minéralisation (Rapport MM/MES)
ES1	1474-2140	0.5-0.9	6.83-8.22	48.76
ES2	1970-2080	0.8-0.9	7.66	40.812
ES3	2930-4100	1.4-2.1	7.28-7.71	30.245

Tableau IV.4.	Caractéristic	ues physico-	chimiques	des inocula	utilisés
I ubicau I v	Curactoristig	ues physico	chillingues	ues mocule	utilibes

b- Mesure de la turbidité du surnageant

La mesure de la turbidité du surnageant des différents inocula utilisés permet d'apprécier grossièrement l'état de floculation des édifices microbiens. Les mesures tubidimétriques après

une demi-heure de décantation, sont réalisées dans un turbidimètre **TURBIQUANT 1500 IR**. Les résultats sont exprimés en **NTU** (Nephlometric Turbidity Units).

c- Mesure du temps de succion capillaire

Cette mesure sera déterminée à l'aide d'un CST-mètre de marque **TRITON type 130** (TRITON Electronics Ltd.). (**Figure IV.16**) ; La cellule de mesure, (**Figure. 16 (b**)), comprend un réservoir cylindrique de quelques millimètres (**1cm** pour les boues rapides et **1.8 cm** pour les boues lentes) en contact avec un papier filtre spécifique (**AN.IV.3**)

La boue homogène sera déversée dans l'entonnoir approprié, lorsque la liqueur atteint la première paire de contact, un signal sonore retentit et le compteur commence le comptage du temps écoulé, une fois le liquide atteint le troisième contact, le chronomètre cesse et le temps de succion capillaire sera exprimé en secondes et dixième de secondes.

Le temps de succion capillaire moyen de l'eau distillée est de **11.3 s**, valeur similaire obtenue par (*Fenxia*. *Y et al* (2012)).





Figure IV.16. (*a*) Appareil de mesure du temps de succion capillaire (*b*) la cellule de mesure du CST, (*c*) tâche obtenue après la mesure.

d- Mesure de l'indice des boues

La capacité des boues à décanter représentée par l'indice des boues (**IB**), sera mesurée quantitativement en utilisant une éprouvette de **01 L** en verre, avec un diamètre interne de **06 cm** et une hauteur de **34.5 cm**. Ce paramètre sera analysé, pour caractériser l'état initial des différents inocula prélevés, ainsi que, pour le suivi des essais sur pilote de traitement à boues activées (**chapitre VI**).

La consultation des archives, des deux STEPs, concernant l'indice des boues, pour la période allant de **2009 à 2014**, a permis de constater qu'ils variaient de **30 à 100 mL.g⁻¹** pour *ES1* et de **48.7 à 171.5 mL. g⁻¹pour** *ES2* (Figure IV.17). Ces indices qui reflètent une décantation plus au moins bonne, pour certaines périodes et excellente pour d'autres, suggèrent que le problème de foisonnement n'est pas posé. Ceci ne concorde pas avec ce qui est rapporté dans les archives, d'une part, et les constatations sur terrain que nous avons rapporté, d'autre part (voire chapitre. I).

En effet, des mousses sous formes d'amas stagnants flottent à la surface des bassins biologiques de la station *d'IBN ZIAD*, pendant les huit dernières années, avec, toutefois, une variation dans la concentration où elles paraissent, parfois, peu concentrées. Cependant, à aucun moment elles n'ont disparu complètement. Elles ne sont pas détruites sous l'effet de la rotation des hélices des aérateurs. Elles sont seulement repoussées sur les côtés du bassin, mais dès que l'agitation est arrêtée le voile de boue flottante est reformé. Une prolifération notable de ces mousses a été constatée en **2014**. Cette non concordance entre les valeurs de **IB** (acceptable) et les constations macroscopiques relevées au niveau de la STEP *d'IBN ZIAD* est due, comme il a été noté préalablement, au fait que certains types de filaments, malgré leur présence en nombre important, ont peu ou pas d'influence sur la décantation (l'Indice des boues) (**AN III.4**).

Ces premières constatations visuelles (macroscopiques) ne sont pas suffisantes pour distinguer le type et l'effet des dysfonctionnements, elles doivent être complétées par des observations microscopiques.



Figure. IV.17. Indice mensuel des boues mesuré dans les deux stations étudiées pour la période 2009 à 2014

IX.1.2. Caractérisation microscopique des liqueurs utilisées

Au cours de ces dernières années, l'intérêt porté à l'analyse des images microscopiques des boues activées des STEPs s'est considérablement développé.

Plusieurs auteurs ont utilisé la visualisation microscopique et le traitement de l'image, comme outil : de recensement, de caractérisation, de suivi, de diagnostic et de remédiassions (*Jenné R et al (2002), Schmid M et al (2003), Eikelboom DH (2005), Lopez C et al (2005)*).

Plusieurs types de microscopes existent : citons le microscope optique, le microscope confocale multi-photons, le microscope confocale à balayage laser, et le microscope à épifluorescence. Cette variété de microscopes permet l'acquisition d'un bon nombre d'informations sur les édifices biologiques (étudier la composition des populations bactériennes, la morphologie des flocs, la quantification des filaments, la visualisation de la structure interne des agrégats).

Un microscope optique **OPTECH** a été utilisé pour toutes les visualisations microscopiques réalisées dans le cadre de cette recherche. Cet appareil d'observation permet d'obtenir des agrandissements jusqu'à (× 100), il est équipé d'un système de caméra couleur pour l'acquisition de l'image (Figure. IV.18).Le logiciel 'Infinity Analysis' (Lumenera Corporation) a été utilisé pour l'analyse des différentes images obtenues. Ce qui a permis de déterminer la morphologie générale des flocs et des bactéries, la taille des flocs (surface, diamètre et périmètre), la quantification de la microfaune (protozoaire et métazoaire) et

l'indice filamenteux (IF). Des photos de 10 -20 champs de vue, choisies au hasard pour chaque lame préparée ont été prises. Trois préparations microscopiques ont été utilisées

- À l'état frais : cette préparation permet de déterminer les différents paramètres morphologiques des flocs et des microorganismes filamenteux.
- À l'état sec : la fixation à chaleur douce permet de figer une situation et tue les microorganismes, sans modification de l'aspect morphologique.
- À l'état coloré : une coloration simple au bleu de méthylène permet de visualiser mieux les flocs et les filaments et de déterminer IF



Figure. IV.18. Vue du microscope optique 'OPTECH' utilisé

▶ ES1

La quasi-totalité des examens microscopiques, des deux échantillons de mousse et de liqueur mixte, ont révélé, la présence en grand nombre de microorganismes filamenteux dans la mousse, à des longueurs de squelettes relativement élevées (**Figure IV.18 (a)**), contrairement à l'échantillon de liqueur mixte où la densité de ces germes est moins élevée (**Figure IV.19 (b)**). Il s'agit donc d'une mousse biologique et d'un foisonnement non complet des boues. Les flocs sont plutôt ouverts, présentant des **IF**, fluctuant entre **4 et 5**.

► **ES2**

L'examen microscopique a indiqué une structure de flocs bien compacte, un bon équilibre entre les microorganismes floculants et les microorganismes filamenteux avec un **IF** de l'ordre de **2**. Les filaments contribuent à l'élaboration des ponts inter-flocs, formant ainsi des flocs très sains et un liquide interstitiel très limpide (**Figure IV .20**).

ES3

Selon les visualisations microscopiques réalisées, la liqueur se présente sous forme de flocs bien agglomérés. De plus, la présence de quelques filaments renforce l'ossature des flocs. L'**IF** est de l'ordre de **2**. Le liquide interstitiel n'est pas très clair avec la présence de micro-flocs et de débris de filaments (**Figure.IV.21**). Ceci est dû au mode de fonctionnement du micro-pilote (**chapitre V**).



Figure. IV.19. Visualisation microscopique des échantillons *ES1 (a)* prélèvement de la liqueur (Agrandissement ×20) *(b)* prélèvement de la mousse. (Agrandissement ×40) (Coloration bleu de méthylène).



Figure. IV.20. Visualisation microscopique des échantillons *ES2* (*a*) coloration bleu de méthylène (Agrandissement $\times 20$) (*b*) état frais (Agrandissement $\times 20$)



(a)





Figure.IV.21. Visualisation microscopique des échantillons *ES3 (a)* état frais (Agrandissement $\times 10$), *(b)* Visualisation du liquide interstitielle à l'état frais (Agrandissement $\times 10$).

IX.2.Préparation de l'inoculum

La préparation de la liqueur mixte pour les études respirométriques (la mise à l'endogène) varie nettement d'une étude à l'autre. Elles se rejoignent, cependant, pour la majorité des cas, dans la manière de la mise à l'endogène, l'utilisation de l'aération continue pour s'assurer que le substrat résiduel exogène a été complétement consommé, bien qu'elles différent sur la durée nécessaire pour la réaliser.

Voici quelques exemples confirmant la diversité des protocoles appliqués de mise à l'endogène.

Référence des travaux	Procédure	Temps appliqué
Spanjers .H et al. (1990)	sous aération continue	02 heures avant le test
Strotmann.U.J et al (1998)	sous aération et agitation	16 heures avant le test
	continue	
	Lavage de la boue jusqu'à la	-
Direcks.K et al (1999)	réduction de la DCO	
	résiduelle de 95%	
<i>Dispan J (2003)</i>	sous aération et agitation	2-5 jours avant le test
	continue	
<i>Cadoret</i> . <i>A</i> (2003)	Lavage de la boue par l'eau	-
	déminéralisée	
Baudouin.A (2004)	sous aération et agitation	La veille du test
	continue	
Olivera C. A.et al.(2007)	sous aération et agitation	30 min avant le test
	continue	
Alinsafi A et al. (2008)	sous aération et agitation	24 heures avant le test
	continue	
Gasmi . A (2012)	sous aération continue	24 heures avant le test
Delgado Zambrano .L.F	sous aération et agitation	2-3 heures minimums
(2009)	continue	

Tableau IV.5. Protocoles de mise à l'endogène de la boue dans les études respirométriques

Pour évaluer la durée nécessaire de mise à l'endogène et afin que la démarche expérimentale soit bien fondée, des essais utilisant la liqueur mixte (*ES1*) ont été réalisés. Les échantillons de liqueur mixte (*ES1*) ont été aérés et agités pour différents temps d'expérimentation avec le dosage respectif de la DCO soluble, avant et après chaque expérience. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le **Tableau IV.6.**

Tableau IV.6. Pourcentage de réduction de la DCOs pour différents temps d'aération de ES1

Durée	% de réduction ou d'augmentation de la DCOs					
d'aération	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	3 ^{ème} essai	moyenne		
03 heures	-23.51		-45.33	-34.42		
24 heures	- 56.83	-68.75	-93.75	-73.11		
48 heures	+ 8.53	00	+59.38	+33.95		

La durée préconisée pour la consommation du substrat exogène résiduel et surtout le substrat faiblement adsorbé sur la biomasse, dépend d'une part de l'âge des boues dans la station, et d'autre part du rendement de la station (**Figure I.10**) et plus précisément celui de la chaine biologique.

Selon les trois essais effectués pour des prélèvements distincts de *ES1*, il peut être noté que la durée de **24 heures** semble être la plus indiquée, vu que **73%**, en moyenne, du substrat exogène initialement présent en solution a été dégradé. Par rapport à la durée de **3 heures** qui parait insuffisante, vu que moins de la moitié du substrat présent initialement a, seulement, été dégradé. Pour la durée de **48 heures** qui semble être au-delà de ce qui est nécessaire, vu que la DCO soluble de la solution s'est vue augmenter à cause, surement, de la possible lyse de la biomasse. Une autre méthode, a été utilisée, dans la troisième partie des études en batch, afin de réduire la durée d'aération dans le protocole de mise à l'endogène des échantillons de liqueur mixte. Cette méthode consiste à réaliser un lavage de la boue par une eau de robinet (stockée depuis **24 H**) afin de lessiver la majorité du substrat exogène, suivie par une aération continue pendant une courte durée (ne dépassant pas **30 min**).

X.Le Choix des inhibiteurs

X.1.Inhibition des autotrophes

Lors des essais de respirométrie des eaux usées, la consommation totale de l'oxygène est due respectivement à la dégradation de la charge carbonée par les hétérotrophes et à la nitrification de l'azote par les autotrophes.

Pour pouvoir déterminer la vitesse de consommation de l'oxygène par les hétérotrophes seuls ($OURexo_H$), il est nécessaire de bloquer la respiration autotrophe en utilisant un des inhibiteurs de nitrification tels que l'allythiourée, noté **ATU** et le 2-chloro-6-(trichloromethyl) pyridine, noté **TCMP**.

Les concentrations de l'**ATU** utilisées dans des expériences de respirométrie différent. En effet, elles varient de **10 à 40 mg/L** (*Ning.Z.G et al.* (2000) ; Strotmann. U.J et al. (1997)). Le tableau **IV.7** récapitule quelques valeurs des concentrations d'**ATU** utilisées dans la littérature. Il est souligné que le choix de la concentration de l'inhibiteur dépend du temps d'inhibition recherché dans le réacteur ; de plus la mauvaise détermination de la dose à appliquer influence négativement la réponse respirométrique (*Benes.O et al.* (2002) ; *Hagman.M et al* (2007).

Tableau IV.7. Références des travaux	utilisant différente	s doses de l'inhibiteur	ATU
--------------------------------------	----------------------	-------------------------	-----

<i>Référence des travaux</i>	Inhibiteur utilisé	Concentration	Type de réspiromètre
Spanjers. H et al (1995)	ATU	10 mg/l	LFS
Strotmann.U.J et al (1998)	ATU	10 mg/l	LFS

Baudouin. A (2004)	ATU	20 mg/l	LFS
Hagman. M et al (2007)	ATU	12 mg/l	LSS
Catarina S.et al (2011)	ATU	10 mg/l	-
Gurkan S et al (2007)	ATU	20 mg/l	LFS

Plusieurs constatations ont été faites lors des premiers essais respirométriques en utilisant l'**ATU** à une concentration de **10 mg. L**⁻¹ :

- Les valeurs de la respiration endogène (OUR_{end}) et de la concentration de l'OD à l'endogène (S_{end}) se sont vu diminuer, lors de l'ajout de l'ATU (Figure. IV.22). Ce dépérissement est lié aux régulations métaboliques des autotrophes et des hétérotrophes, en carence de substrat. Les mêmes constatations ont été soulevées par *Safronieva C (2001)*, lors de l'étude de la variabilité temporelle des fractions biodégradables des eaux résiduaires urbaines. Pour plus d'exactitude, l'ATU devrait être injecté dans le respiromètre, avant l'étape de détermination de la respiration endogène et non après.
- La dose appliquée dépend de la concentration des autotrophes dans l'inoculum. Pour une population mixte, la fraction d'organismes nitrifiants dans la culture de boue activée, augmente avec le rapport N/DCO de l'eau usée (*Dinçer A. R et Kargi .F(2000)*), puisque les bactéries hétérotrophes, peuvent entrer en compétition pour l'azote qu'elles consomment pour leurs besoins anaboliques. *Hanaki et al., (1990a)* rapportent que de fortes charges organiques impliquent un pourcentage de nitrification plus faible. L'application de la même dose d'ATU (10 mg. L⁻¹) sur deux inocula distincts *ES1* et *ES2* avait donné des réponses respirométriques très différentes. L'ajout de la même dose à *ES1* avait réduit l'activité de 10.81 %; par contre l'ajout de la même dose à *ES2* avait stoppé complètement l'activité, et aucune réponse respirométrique n'était enregistrée, indiquant peut-être la prédominance des nitrifiants dans cet inoculum, bien que généralement, ce sont les hétérotrophes qui sont les prédominants. Par conséquent, la dose de l'ATU sera optimisée en fonction du type d'inoculum et de la durée des tests respirométriques (rapport S₀/X₀).

Pour optimiser la dose exacte de l'inhibiteur à injecter dans le respiromètre pour un inoculum X la démarche suivante sera appliquée :

- Prélèvement de l'inoculum ;
- La mise à l'endogène de l'inoculum selon le protocole défini précédemment ;
- L'estimation de la respiration endogène (Paragraphe VI.3) ;
- Injection de 10 mg. L⁻¹ ; 20 mg. L⁻¹ ; 40 mg. L⁻¹ de l'ATU dans le respiromètre ;
- Re-estimation de la respiration endogène après chaque injection de l'inhibiteur ;
- Estimation du pourcentage de réduction.



Figure. IV.22. Effet de l'ajout de 10 mg. L⁻¹ d'ATU sur la concentration de l'OD à l'endogène (S_{end}) (inoculum *ES1*)

Il faut souligner aussi que la présence de l'**ATU** en excès, peut avoir des effets inhibiteurs sur les hétérotrophes (*benes.O et al (2002), Melcer.H et al (2003)*) ; l'**ATU** peut aussi présenter une certaine biodégradabilité si la durée du test respirométrique est suffisamment longue. Ceci permettra une re-croissance ou une adaptation de la biomasse nitrifiante (Spanjers .H et Vanrolleghem .P (1995)).

Le **Tableau. IV.8** regroupe les résultats obtenus avec l'inoculum *ES1* et la **Figure. IV.23** les illustre. Les doses de **20** et **40** mg. L^{-1} d'**ATU** appliquées semblent avoir un effet proche, or la dose de **10 mg. L^{-1}** n'est pas suffisante pour inhiber tous les nitrifiants en solution, la dose de **20 mg. L^{-1}** sera par conséquent utilisée pour l'inoculum *ES1*.

La même procédure expérimentale sera appliquée à l'inoculum ES2 avec des concentrations en **ATU** inférieur à **10 mg. L**⁻¹.

Tableau IV.8. Pourcentage de réduction de la respiration endogène après ajout de différentes doses d'**ATU** (inoculum *ES1*)

Concentration de l'ATU utilisée	OUR _{end} avant ajout d'ATU (mg.L ⁻¹ .min ⁻¹)	OUR _{end} après ajout d'ATU (OUR _{endH}) (mg.L ⁻¹ .min ⁻¹)	% de réduction
10 mg .L ⁻¹	0.074	0.066	10.81%
$20 \text{ mg} \text{ .L}^{-1}$	0.061	0.043	29.50%
$40 \text{ mg} \text{ .L}^{-1}$	0.065	0.042	35.38%



Figure. IV.23. Influence des doses croissantes d'**ATU** injectées dans le respiromètre sur la respiration endogène : (*a*) : 10 mg .L⁻¹d'**ATU**, (*b*) : 20 mg .L⁻¹d'**ATU**, (*c*) :40 mg .L⁻¹d'**ATU**

(Inoculum **ES1**)

X.2.Inhibition des prédateurs

Dans les bassins biologiques, des stations d'épuration des eaux usées, règne un écosystème constitué essentiellement de bactéries, de protozoaires et de métazoaires. Les protozoaires sont représentés par des amibes, des flagellés et des ciliés.

Ces derniers sont les plus nombreux et sont divisés selon leur régime alimentaire en Carnivores et en bactériophages.

Les protozoaires représentent un grand problème dans les tests de respirométrie surtout pour les liqueurs mixtes provenant des stations d'épuration. Ils consomment de l'oxygène et se nourrissent avec de la biomasse présente, ce qui biaise les résultats expérimentaux.

Plusieurs inhibiteurs de prédateurs sont fréquemment utilisés, agissant seulement sur les organismes eucaryotes, tels que la metronidazo, le cycloheximide et la nystatine (*Novitsky* .*J.Aet al (1990); Lee .N.M et al (1994)*).

Mahendraker .M et al (1995) ont constaté une diminution de la période d'acclimatation de la biomasse en utilisant le cycloheximide et la nystatine, comme inhibiteurs des protozoaires. Selon leurs résultats, les échantillons avec des protozoaires consomment **5** % plus d'oxygène, tandis que ceux en présence d'inhibiteur consomment **30** % de moins, par rapport à un essai standard de DBO₅.

L'activité des prédateurs (protozoaires, métazoaires, rotifères et nématodes), peut être aussi inhibée par des chocs salins, la dose de NaCl et le temps de contact nécessaire pour l'immobilisation des prédateurs, sans affecter l'activité des autotrophes et des hétérotrophes est de **5 g/l** pendant **01**heure (*Moussa M.S. et al* (2005), *Bing-Jie Ni et al* (2011)).

Une visualisation microscopique peut renseigner sur l'abondance ou non des protozoaires dans les inocula utilisés. Une série de **20** images sont réalisées sur des lames à l'état frais des inocula (*ES1*), (*ES2*) et (*ES3*), (**Figure. IV.24**). L'ensemble des images ont révélé presque l'absence totale de protozoaires pour l'inoculum (*ES1*), mais la présence de quelques protozoaires se localisant à la surface du floc pour (*ES2*), le comptage à l'aide de la cellule de Thoma (**Figure. IV.25**.) a donné seulement **10³ protozoaires. L⁻¹ (AN.IV.4).** Par conséquent la précaution d'inhibition n'est guère utile pour les deux inocula (*ES1*), (*ES2*).

Par contre pour le cas de l'inoculum (ES3), selon les visualisations microscopiques, une présence assez importante de protozoaires est constatée ; mais suite à des contraintes expérimentales, le dénombrement n'a pas été réalisé et l'inhibition n'a pas été appliquée lors de l'étude menée avec (ES3).













Figure. IV.24. (*a*) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur mixte (*ES1*) (absence des protozoaires), (*b*) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur mixte (*ES2*) (présence minimale des protozoaires), (*c*) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur(*ES3*) (présence excessive des protozoaires) (Agrandissement $\times 20$).



(a)





XI.Le choix et le mode de détermination du rapport S_0/X_0 dans les études respirométriques

L'importance des conditions initiales et opératoires est grande dans les essais de respirométrie. En particulier le rapport initial, entre le substrat et la biomasse du mélange, noté S_0/X_0 , qui détermine la réponse respirométrique (*Chudoba. P et al (1992)*). En effet, ce rapport influence à la fois les processus métaboliques mis en jeu lors de la dégradation, l'identification des paramètres cinétiques ainsi que la dissociation des compartiments facilement et lentement biodégradables.

Le flux de matière organique assimilable par les bactéries alimente deux processus différents, le stockage de matériel intracellulaire et la croissance bactérienne ; l'intensité de ces deux processus sera fonction du rapport **So/Xo**.

- En effet, un faible rapport S₀/X₀ (<0.2 g DCO/g MVS) conduit à des cinétiques rapides au cours desquelles la croissance bactérienne est négligeable, devant la quantité de microorganismes présents dans le milieu. Selon de nombreux auteurs, ces conditions sont donc favorables à l'obtention de constantes cinétiques représentatives de la biomasse initiale et proches de celles obtenues sur des stations d'épuration où le substrat est généralement le facteur limitant (*Chudoba.P et al. (1992), Grady .C et al. (1996), Spérandio .M (1998)*).
- ✤ Au cours des cinétiques à fort rapport S₀/X₀ (>2 gDCO/gMVS) selon *Chudoba. P et al. (1992)*, la multiplication cellulaire devient importante et la vitesse de dégradation augmente exponentiellement. Ces cinétiques permettent d'identifier précisément les

paramètres caractérisant la croissance (*Grady* .*C* et al. (1989)). Cependant ces constantes cinétiques ne sont pas représentatives de la totalité de la biomasse initialement présente. En effet, dans le cas des cultures mixtes, l'excès de substrat favorise le développement des bactéries, dont le taux de croissance est le plus important (*Novàk. L et al.* (1994)) et induit des processus métaboliques spécifiques. Les constantes cinétiques sont alors des valeurs maximales « Intrinsèques » liées à la nature même du substrat et des micro-organismes.

Comme les deux conditions précédentes présentent des inconvénients et des avantages, trouver, par conséquent, un rapport S_0/X_0 optimal, suffisamment grand pour que l'oxydation de la DCO facilement biodégradable se prolonge durant au moins une demi-heure, mais suffisamment petit, également, pour pouvoir éviter une croissance bactérienne importante, serait très intéressant. Mais ce rapport est très variable, puisqu'il dépend de l'activité effective de la boue utilisée (activité des microorganismes) et de la composition de l'eau usée. Par conséquent, la réponse respirométrique varie largement d'une expérience à l'autre pour un même rapport.

Deux modalités expérimentales existent pour initier différents rapports S_0/X_0 , soit en variant la concentration de S_0 et en fixant X_0 , soit l'inverse (*Yu Liu (1996)*). Dans cette étude le rapport S_0/X_0 a été obtenu en variant les volumes du substrat et de l'inoculum injectés dans le respiromètre (AN.IV.5). Ce rapport est exprimé en g DCO/g MVS ou en g DCO/g DCOcellulaire selon le facteur de conversion f_{cv} rapporté en (AN.IV.6).

Dans les premières études respirométriques réalisées en batch, de faibles rapports ont été utilisés ($0.01 \le S_0/X_0 \le 0.04$), pour les raisons suivantes :

- Minimiser la durée de l'expérience (plus d'une demi-heure) afin de permettre la réalisation de plusieurs injections successives de substrats.
- Eviter de générer des croissances significatives lors des tests successifs menés dans le même respiromètre (éviter un changement significatif du rapport initial) (étude comparative).
- Quantifier l'effet des différents dysfonctionnements sous ces conditions.

Des rapports plus importants sont utilisés $(0.2 \le S_0/X_0 \le 0.4)$ dans la deuxième partie de l'étude en batch **pour** quantifier l'effet des dysfonctionnements dans des conditions proches de celles des bassins biologiques des STEPs.
XII. Choix des substrats synthétiques

Les expériences réalisées avec des effluents synthétiques sont considérées comme des études préliminaires sous des conditions « maîtrisées ». L'objectif du passage au substrat réel sera de valider les résultats obtenus avec des effluents synthétiques.

XII.1.Le choix de la source de carbone et d'azote

La matière organique réellement disponible pour les microorganismes est minime, la fraction soluble ne représentant qu'une faible partie de la matière organique totale. De fait, seuls **9 à 13** % de la matière organique sont directement assimilables par les micro-organismes (*Ohron. D et al (1997)*). Il s'agit de molécules de petite masse molaire (inférieure à **103 g. mole**⁻¹) comme les sucres simples, les acides aminés, les alcools et les acides gras volatiles (acétate). Les autres composés doivent être hydrolysés par les enzymes extracellulaires, avant assimilation.

En théorie, il serait idéal d'utiliser un substrat auquel la biomasse est déjà acclimatée, mais il est possible d'utiliser des substrats qui présentent des phases de latence très réduites, tels que l'extrait de levure, l'acétate de sodium et le glucose, pour les substrats carbonés et l'azote ammoniacal pour le substrat azoté.

L'extrait de levure a démontré sa biodégradabilité très rapide par rapport à celle de l'acétate de sodium et du glucose *(Kamen Pavlov Raev, (2010))*, puisqu'il contient des micronutriments favorisant la croissance bactérienne.

Le rapport **DCO/DBO** est utilisé comme indice de biodégradabilité des substrats bruts, l'eau usée brute alimentant la STEP *d'IBN ZIAD* a présenté un rapport moyen oscillant entre **1.66** et **2.41** pour les années entre **2009** et **2014** (Figure IV.26). Ces rapports indiquent un caractère moyennement biodégradable. Pareillement, l'eau brute alimentant la STEP de *CHELGHOUM LAID* a présenté un rapport moyen oscillant entre **1.44** et **1.96** pour les années entre **2009** et **2014** (Figure IV.27). Ces rapports indiquent un caractère facilement à moyennement biodégradable. Malheureusement le fractionnement de ces influents n'a pas été réalisé. Pour se fixer sur le choix du substrat carboné proche des effluents réels, différentes sources de carbone à caractère facilement à moyennement biodégradable, prélevé au niveau de la station *IBN ZIAD*.



Figure. IV.26. Distribution des rapports moyens mensuels **DCO_T/DBO₅** de l'eau usée brute alimentant la STEP *d'IBN ZIAD* (Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale)



Figure.IV.27.Distribution des rapports moyens mensuels DCO_T/DBO₅ de l'eau usée brute alimentant la STEP de *CHELGHOUM LAID*.(Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale)

Les différents substrats sont injectés dans un respiromètre de type LSS à faible rapport (S_0/X_0) , la respiration totale sera alors estimée selon l'équation (*Eq IV.3*).

L'influent prétraité a une cinétique de biodégradation très rapide, en comparaison avec les différents substrats carbonés testés (acétate de sodium, saccharose et urée) (**Figure. IV.28**).

Le taux de respiration totale de l'influent réel prétraité est de **0.22 mg. L⁻¹.min⁻¹**. Il peut être considéré comme assez important, en comparaison avec celui de l'acétate de sodium, du saccharose et de l'urée qui sont respectivement **0.11**, **0.064** et **0.048 mg.L⁻¹.min⁻¹**.

Il peut être constaté que l'acétate de sodium, d'après le graphe de la **Figure IV.28**, est le plus proche du substrat réel du point de vue cinétique de dégradation. Il sera par conséquent utilisé avec l'azote ammoniacal, dans les études respirométriques en batch (1^{ere} et 2^{eme} partie). Pour la 3^{eme} partie un substrat plus complet avec une adaptation préalable à la biomasse sera utilisé dans les études des dysfonctionnements en batch (chapitre V).





XII.2.Le choix du rapport DCO/N appliqué dans les études respirométriques

Le rapport **DCO/N** est étroitement lié au potentiel de dénitrification des eaux usées, avec des implications différentes pour les systèmes de pré ou postdénitrification. Ce rapport joue un rôle décisif dans la performance des systèmes de nitrification/dénitrification

Dans les tests respirométiques, ce rapport varie d'un auteur à l'autre (Weiss.B et al (1998),

Direcks . K.et al (1999), Oliveira.C.S et al (2012), Tugce K.Y et al (2012)). Ce rapport peut influencer nettement le rendement des microorganismes, en particulier celui des autotrophes.

Afin de bien mener les tests réspirométriques, plusieurs séries d'expériences ont été réalisées, en variant le rapport entre le substrat carboné et azoté dans la solution binaire synthétique injectée dans le respiromètre (expérience menée à faible rapport S_0/X_0) et en suivant le **pH** et la réaction de nitrification avant et après chaque injection, par le dosage des nitrate tout en quantifiant la quantité d'oxygène consommée dans chaque étape.

1. Effet des doses décroissantes en N (inoculum (ES1))

Pour les forts rapports **DCO/N**, des réponses respirométriques sont obtenues, mais la nitrification n'a pas eu lieu puisque :

- La concentration des nitrates est presque constante après chaque injection (cette concentration en nitrate est due au fait que l'inoculum injecté a été prélevé à partir du dernier compartiment (aéré) du bassin biologique de la STEP d'*IBN ZIAD*.
- Aucune diminution du pH n'a été constatée (La réaction d'oxydation de nitritation produit deux protons et entraîne une acidification du milieu), au contraire, une légère augmentation est relevée après chaque injection (Figure. IV.29 (b)).
- Dans la 3^{ème} injection, le rapport est très important, ou l'azote devient limitant pour les hétérotrophes, mais de même, une réponse respirométrique est obtenue avec presque la même quantité d'oxygène consommée. En parallèle, la dose des nitrates a diminué après la 3^{ème} injection, malgré qu'aucun processus de dénitrification n'ait lieu (respiromètre type LFS), l'azote des nitrates a probablement été utilisé dans l'anabolisme des hétérotrophes (Tableau IV.9).
- Donc tout en diminuant la quantité d'azote, dans la solution binaire injectée (en augmentant le rapport DCO/N) il y aura, une obstruction de l'activité des autotrophes (respiration) et de la synthèse des hétérotrophes et des autotrophes.
- Donc pour les rapports DCO /N élevés, l'ajout de l'inhibiteur de nitrification (ATU) sera inutile, au contraire, comme il a été cité précédemment, ce surplus d'ATU peut inhiber les hétérotrophes et conduirait à de faibles OUR mesurées et donc une estimation erronée des constantes bio-cinétiques.





Tableau IV.9. Résultats du dosage des nitrates et de la quantité d'oxygène consommée après chaque injection (doses décroissantes de N) (*ES1*)

	Concentration des nitrates	$Q_T (mg l^{-1})$
injection	(mg.l ⁻¹)	
Avant inj 01	31.5	-
Après inj 01	32.93	3.88445
Après inj 02	31.87	2.9956
Après inj 03	25.48	3.08564

2. Effet des doses croissantes en N (inoculum (ES1))

Pour confirmer ces conclusions, une autre étude est entamée, où des doses croissantes d'azote sont injectées dans la solution binaire puis dans le respiromètre (**Figure. IV.30**).

- Les mêmes constations ont été identifiées où lors de la 1^{ère} injection (substrat carboné seul) la réponse respirométrique obtenue montre une diminution des nitrates dû à l'anabolisme bactérien, en absence de l'azote ammoniacal, comme source d'azote (Tableau IV.10).
- En diminuant le rapport DCO/ N (ajout de l'azote) une nitrification est obtenue (augmentation des nitrates après la deuxième injection) (rapport DCO/ N égale à 5.73)

Une diminution de la quantité d'oxygène consommée est enregistrée, puisque la disponibilité de l'azote donnera une augmentation de la synthèse (multiplication bactérienne des hétérotrophes et des autotrophes), et donc une diminution de la respiration.

Tableau IV.10. Résultats du dosage des nitrates et quantité d'oxygène consommée après chaque injection (doses croissantes de N) (*ES1*)

injection	Concentration des nitrates	$Q_T (mg l^{-1})$
	$(mg L^{-1})$	
Avant inj 01	27.5	-
Après inj 01	23.85	6.54862
Après inj 02	32.01	6.0961
Après inj03	-	4.27324



Figure. IV.30. Effet des doses croissantes de N sur la réponse respirométrique et sur la réaction de nitrification (*ES1*)

3. Effet des doses croissantes en N (inoculum (ES2))

Selon l'étude menée pour l'optimisation de la dose de l'inhibiteur de nitrification, l'inoculum *ES2* est susceptible de contenir plus d'autotrophes que des hétérotrophes. La même

méthodologie doit être appliquée avec l'inoculum *ES2* afin d'identifier la gamme des rapports (*DCO/N*) pouvant générer une nitrification (**Tableau IV.11**).

- La concentration initiale des nitrates dans l'inoculum ES2 est plus importante (deux à trois fois plus grande que celle dans l'inoculum ES1, L'écart entre ces deux concentrations est dû à l'absence de dénitrification dans la STEP de Chelghoum Laid. (Voir chapitre I)).
- ➢ L'augmentation de la nitrification de 378.73 % est obtenue après la 2^{ème} injection (*DCO/N*: 9.5) avec une légère diminution du pH (inoculum *ES2*), par contre cette augmentation est de 34.21 % seulement après la 2^{ème} injection (inoculum *ES1*) pour un rapport moins important (*DCO/N*: 5.73), signifiant une concentration en azote plus importante. Ceci valide les conclusions tirées précédemment, que l'inoculum *ES2* est beaucoup plus riche en autotrophes que l'inoculum *ES1*.
- ➢ Le taux de nitrification a été stabilisé, puisqu'un léger écart entre la concentration des nitrates après les différentes injections testées, est enregistré (à partir de la 2^{ème} injection), malgré que la concentration de l'azote soit passée du double au triple dans les injections 02, 03, 04 et 05. Ceci peut être expliqué par la concentration fixe des autotrophes présents dans le respiromètre (test mené à faible rapport S₀/X₀, la multiplication est négligeable).

Tableau IV.11. Résultats du dosage des nitrates et du pH après chaque injection (doses croissantes de N) (*ES2*)

	Concentration des nitrates	pH
injection	$(mg.L^{-1})$	
Avant inj 01	70.6	7.54
Après inj 01	26.8	7.58
Après inj 02	128.3	7.52
Après inj 03	117.1	7.53
Après inj 04	96.8	7.56
Après inj 05	101.4	7.71

Inj01 : Substrat carboné, *Inj 02* : DCO/N : 9.5, *Inj 03* : DCO/N : 8,

Inj 04 : *DCO/N* : 5, *Inj* 05 : *DCO/N* : 3

Ces études permettent de réaliser les tests respirométriques tout en connaissant l'effet du rapport **DCO/N** sur la nitrification qui déterminera l'opportunité de l'injection de l'inhibiteur des autotrophes.

XII.3. Le choix des concentrations des substrats synthétiques

Afin d'établir d'éventuels liens entre les études menées en utilisant les substrats synthétiques, et l'état réel au niveau des deux stations d'épuration étudiées, il est impérativement important d'utiliser des concentrations proches du niveau de charge de pollution, alimentant l'étage biologique.

Un extrait des distributions de la charge carbonée (entre 2009-2014) est représenté sur la Figure IV.31 pour la station de *CHELGHOUM LAID* et la Figure IV.32 pour la station *d'IBN ZIAD*.

Ces données montrent que les concentrations moyennes en polluant carboné oscillent entre 262 et 482 mg. L⁻¹ de DCO pour l'influent brut de la station *d'IBN ZIAD* et entre 423.35 et 561.35 mg. L⁻¹ 'pour l'influent brut de la station de *CHELGHOUM LAID*. La valeur moyenne des six dernières années est de 318.66 mg. L⁻¹ et 468.83 mg. L⁻¹ pour la 1^{ère} et 2^{ème} station respectivement.

A la lumière de ce qui a été avancé concernant les concentrations à l'entrée des STEPs, des DCOs variant entre **300** et **400 mg. L**⁻¹ seront utilisées dans tous les tests menés, avec des influents synthétiques, l'influent synthétique azoté sera injecté selon le ratio **DCO/N** fixé.



Figure IV.31. Distribution des concentrations moyennes mensuelles de la charge carbonée à l'entrée de la STEP de *CHELGHOUM LAID* pour les six années de suivi (Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale).



Figure IV.32. Distribution des concentrations moyennes mensuelles de la charge carbonée à l'entrée de la STEP de *d'IBN ZIAD* pour les six années de suivi (Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale)

XIII. Conclusions

Des efforts particuliers ont été consacrés à ce chapitre pour détailler la technique respirométrique et faciliter son apprentissage et sa maitrise. Cette technique est d'une importance capitale dans le domaine des traitements biologiques, puisqu'elle permet de caractériser la biodégradabilité, l'activité microbienne, la toxicité et l'inhibition, le fractionnement suivant les modèles d'ASM, certaines constantes bio-cinétiques en temps réel. De même, nous attirons l'attention du lecteur sur le fait que l'interprétation des résultats de la respirométrie est contextuelle malgré que la technique soit plus ou moins directe. En effet, il est fondamental que le chercheur soit conscient du contexte expérimental et des éléments présents qui peuvent influencer l'expérience, autrement beaucoup de mésinterprétations peuvent s'infiltrer. L'effet de la température, l'aération, l'agitation, les inocula ainsi que la caractérisation des liqueurs mixtes, par des méthodes autres que la respirométrie telles que la visualisation au microscope, l'analyse chimique, la turbidité du surnageant, le temps de succion capillaire, l'Indice des boues. De même l'effet du choix de l'inhibiteur de la nitrification a également été considéré, ainsi que le rapport S_0/X_0 et le substrat synthétique. La revue des différents paramètres de caractérisation et les discussions développées, les accompagnants, seront utilisées dans l'analyse et la discussion des résultats obtenus dans les chapitres suivants (V et VI).

Références Bibliographiques

 \mathcal{A}

Abson. J. W, Furness. C. D et Howe.C (1967) Development of the Simcar respirometer and its application to waste treatment. Water Pollution Control, 607-621.

Alinsafi, A., Adouani, N., Beline, F., Lendormi, T., Limousy, L. et Sire, O. (2008) Nitrite effect on nitrous oxide emission from denitrifying activated sludge, Process Biochemistry 43: 683–689.

Arthur. R. M. (1964) An automated BOD respirometer. Proceeding of 19th. Purdue Industrial Waste Conference, W. Lafayette, Indiana, 628-638.

Arthur. R. M. et Hursta. W. N. (1968) Short term BOD using the automatic respirometre. Proceeding of 23rd Purdue Industrial Waste Conference, W. Lafayette, Indiana, 242-250

Arthur. R. M. (1979 a) On-line instruments and their use in activated sludge process control. Advances in Instrumentation. Proceedings of the ISA Conference and Exhibit. 34(1), 309-318.

Arthur. R. M., Kent. L. W. et Raymond. R. J. (1979 b) Automatic respirometry – a unique toolfor determining dign parameters for a cannery domestic wastewaters treatment plant. Proceeding of 34th Purdue Industrial Waste Conference, W. Lafayette, Indiana, 309-318.

Arthur. R. M. (1985) Twenty years on respirometry. Proceedings of the 39th Purdue Industrial Waste Conference, W. Lafayette, Indiana, 861-874.

Avcioglu . .E, Orhon .D et Sozen.S (1998) A new method for the assessment of heterotrophic endogenous respiration rate under aerobic and anoxic conditions, Water Sci.Tehnol.38 (8-9),95-103.

${\mathcal B}$

Baudouin. A (2004) 'Etude bibliographique, économique et essais sur différentes méthodes de fractionnement de la demande chimique en oxygène d'un effluent urbain 'Ecole des Mines D'ALBI, France.

Block. J..C, Nouvion N, Cahen . JM, Lesty .Y et Faup. GM. (1988) Fixed biomass activity in aerobic biological reactors used for wastewater treatment. Water Sci. Technol. **20:**489–491.

Bridie. A. L (1969) Determination of biochemical oxygen demand whit continuous recording of oxygen uptake. *Water Research*. 3, 157-165.

Bing-Jie Ni, Guo-Ping Sheng et Han-Qing Yu.(2011) Model-based characterization of endogenous maintenance, cell death and predation processes of activated sludge in sequencing batch reactors. Chemical engineering science 66: 747-754.

Benes, O., Spanjers, H. et Holba, M. (2002) Respirometry techniques and activated sludge models. Wat. Sci. Tech., 46(4–5), 1–6.

Berkun M et Onal A (2004) Effects of inorganic metals on respirometric oxygen uptake and related Sag curve formations in streams. Water S.A. 30 :273–278.

С

Cadoret, A. (2003) Activités enzymatiques extracellulaires des agrégats bactériens de stations d'épuration d'eaux usées urbaines. Thèse de doctorat, École doctorale biologie santé environnement, Nancy.

Caravelli.A , Giannuzzi .L et Zaritzky.N (2004) Effect of chlorine on filamentous microorganisms present in activated sludge as evaluated by respirometry and INT-dehydrogenase activity, water Research 38: 2395-2405.

Catarina S. Ol, Ordaz . A, Eugénio .C. Ferreira, M .A et Thalasso .F (2011) In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities. Biochemical engineering journal 58-59 (2011) 12-19.

Choi .EH, Klapwijk. B, Mels .A et Brouwer. H (2005) Evaluation of wastewater characterization methods. Water Science and Technology 52: 61–68.

Chudoba P., Capdeville B. et Chudoba J. (1992) Explanation of biological meaning of the S_0/X_0 ratio in batch cultivation. Wat. Sci., Tech. 26(3-4), 743-751.

Cokgor. EU, Karahan .O et Orhon D (2008) The effect of mixing pharmaceutical and tannery wastewaters on the biodegradation characteristics of the effluents. Journal of Hazardous Materials 156: 292–299.

Contreras. E.M , Albertario. M.E , Bertola .C.N et Zaritzky .N.E (2008) Modeling phenol biodegradation by activated sludges evaluated through respirometric techniques, Journal of Hazardous Materiels 158 366-374.

\mathcal{D}

Dispan , J. (2003) Développement d'une méthodologie pour le fractionnement de la matière organique en classes de Biodégradabilité. . Thèse de doctorat, Ecole nationale des ponts et chaussées.

Delgado Zambrano, L. F., (2009) 'Bioréacteur à membrane externe pour le traitement d'effluents contenant des médicaments anticancéreux, élimination et influence du cyclophosphamide de ces principaux métabolites sur le procédé, '. Thèse de doctorat, université Toulouse.

Dinçer A. R. et Kargi .F (2000) Kinetics of sequential nitrification and denitrification processes. Enzyme and Microbial , Technology **27**, pp 37-42.

Direcks . K., Pind .P. F., Mosbaek. H. et Henze, M. (1999) Yield determination by respirometry –the possible influence of storage under aerobic conditions in activated sludge x, water SA vol. $25N^{\circ}$.1.

 ${\mathcal F}$

Edwards. G. L. et Sherrard. J. H. (1982) Measurement and validity of oxygen uptake as an activated sludge process control parameter. Journal WPCF. 54(12), 1546-1552.

Eikelboom. D.H (2005) process and control of activated sludge plants by microscopic investigation, English edition publishing by IWA.

Ekama .G, Dold. P et Marais. G (1986) Procedures for determining influent COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems. Water Science and Technology 18: 91–114.

F

Fall.C , Hooijmans .C.M , Esparza-Soto.M , Olguin.M.T et Ba.K.M (2012) Initial –rate based method for estimating the maximum heterotrophic growth rate parameter (μ_{Hmax}).bioressource technology 116 : 126-132.

Fenxia.Y , Xinwen L et Ying.L. (2012) effects of potassium ferrate on extracellular polymetric substances (EPS) and physicochemical properties of excess activated sludge , Journal of Hazardous Materials 199-200: 158-163.

Ferrer J, Lo´ pez I, Moreno A et Berna JL (2002) Anaerobic biodegradation of LAS. Effect of inoculum source on biodegradation rate and assessment of individual homologues removal. Society of environmental toxicology and chemistry (SETAC); 12th Annual Meeting in Europe, Vienna.

G

Gasmi . Aicha (2012) Intérêt d'un bioréacteur à membranes immergées pour le traitement de la pollution azotée dans une eau usée carencée en matière organique. Thèse de doctorat, Institut Européen des Membranes, Montpelier. France.

Grady .C.P .L.JR, Dang .J.S , Harvey .D.M (1989) Determination of biodegradation kinetics through use electrolytic respirometry . Water science and technologie vol 21, N°8-9 , pages 957-968.

Grady .C.P .L.JR, Smets.B.F , Barbeau .D.S (1996) Variability in kinetic parameters estimates: a review of possible causes and a proposed terminology. Wat. Res., 30 (3), 742-748.

Gurkan .S et Vanrolleghem P A.(2007) Extention to modeling aerobic carbon degradation using combined respirometric-titremetric measurements in view of activated sludge model calibration, water research 41: 3345-3358.

Guisasola. A , Jubany. I, Beaza. J, Carrera. J et Lafuente. J.(2005) Respirometric estimation of the oxygen affinity constants for biological ammonium and nitrite oxidation, chemical technology and biotechnology ,80: 388-396.

\mathcal{H}

Hagman M, Jansen J .C (2007) Oxygen uptake rate measurements for application at wastewater treatment plants, VATTEN 63:131–138.

Hanaki K., Wantawin C. et Ohgaki S. (1990a) Effects of the activity of heterotrophs on nitrification in a suspended-growth reactor. Water Research 24, pp 289-296

Henze .M (1986) Nitrate versus oxygen utilization rates in wastewater and activated sludge systems. Wat Sci Tech; 18 p: 115-122.

Henze. M (1992). Characterization of wastewater for modeling of activated sludge processes. Water Science and Technology 25: 1–15.

Henze M., Harremoës P., la Cour Jansen J. et Arvin E. (2002), Wastewater Treatment Biological and Chemical Processes, 3^{ème} ed, Springer-Verlag, Berlin.

Hoffmann. J, Reznicéková. I, Vanóková .S et Kupec. J (1997) Manometric determination of biological degradability of substances poorly soluble in aqueous environments. International Biodeterioration and Biodegradation 39: 327–332.

Huang, J. Y. C., Cheng, M. D. et Mueller, J. T. (1985). Oxygen uptake rates for determining microbial activity and application. Water research. 19(3), 373-381.

J

Jenkins. D (1960). The use of manometric methods in the study of sewage and trade wastes. Waste Treatement-Proceedings of the Second Symposium of Wastewaters, Ed, Issac, P.C.G., Pergamon Press, 97-125.

Jenné. R , Cenens. C ,Geerard .AH et Van Impe .JF (2002) . Towards on line quantification of flocs and filaments by image analysis biotechnol let, 24: 931-935.

Jorgensen PE, Eriksen T, Jensen BK. (1992). Estimation of viable biomass in wastewater and activated sludge by determination of ATP, oxygen utilization and FDA hydrolysis. Water Res. 26:1495–1501.

${\mathcal K}$

Kamen Pavlov Raev (2010). Développement d'une méthode respirométrique visant à mesurer l'activité biologique sur du charbon actif en poudre, thèse, Département De Génie Civil, école Polytechnique Géologique et des Mines de Montréal.

Kappeler .J et Gujer .W (1992) Estimation of kinetic parameters of heterotrophic biomass under aerobic conditions and characterization of waste water for activated sludge modeling .water.Sci.Technol.25(6),125-139.

Kim C .W ,Koopman .B et Bitton.G (1994). INT-dehydrogenase activity test for assessing chlorine and hydrogen peroxide inhibition of filamentous pure cultures and activated sludge.Water Res ,28 (5) : 1117-21.

Kungolos A. (2005). Evaluation of toxic properties of industrial wastewater using online respirometry. Journal of Environmental Science and Health, Part A 40: 869–880.

\mathcal{L}

Le Bihan .Y, Lessard .P. (1998). Influence of operational variables on enzymatic tests applied to monitor the microbial biomass activity of a biofilter. Water Sci. Technol. 37:199–202.

Lee, N.M.et Welander, T. (1994). Influence of predators on nitrification in aerobic biofilm processes. Water Sci. Technol. 29, 355–363.

Lee .SE et Suh. YS (1995). Biochemical characterization of wastewater by electrolytic respirometer. Water Science and Technology 31: 91–100.

Lopez .C, Pons .MN et Morgenroth. E (2005). Evaluation of microscopic techniques (epifluorescence microscopy, GLSM, TPE-LSM) as a basis for the quantitative image analysis of activated sludge, water res 39: 468-546.

\mathcal{M}

Madden, M. et Tittlebaum, M. (1984). Oxygen uptake rates associated whit biological treatment of pentachlorophenol wastewater. Journal Environ. Sci. Health. 321-335.

Mahendraker. Met Viraraghavan. T (1995). Respirometry in the Environmental Engineering. Environ. Sci. Healt. 30(4),713-734.

Marsili-libelli .S et Tabani.F (2002) .Accuracy analysis of a respirometer for activated sludge dynamic modelling , water research 36 , 1181-1192.

Mathieu. S et Etienne. P (2000). Estimation of wastewater biodegradable COD fractions by combining respirometric experiments in various S_0/X_0 ratios. Water Research 34:1233–1246.

 $\begin{array}{l} Melcer.H\ ,\ Dold.P.L\ ,\ Jones.R\ ,\ Bye.C.M\ ,\ Takacs.I\ ,\ Stensel\ .H.D\ ,\ Wilson.A.W\ ,\ Sun.P\ et\ Bury\ .S\ (\ 2003)\ Methods\ for\ wastewater\ characterization\ in\ activated\ sludge\ Modeling\ ,\ Water\ Environnment\ Research\ Foundation\ .IWA\ Publishing\ ,\ London\ ,\ UK\ ,\ 575pp. \end{array}$

Meriaux .D. Les performances des systèmes d'aération des stations d'épuration ' ministère de l'agriculture ' centre technique du génie rural des eaux et des forets.

Mezzanottea .V, Bertania .R, Degli Innocentib. F et Tosinb. M (2004). Influence of inocula on the results of biodegradation tests, Polymer Degradation and Stability.87 :51-56.

Moussaa b M.S, Hooijmansa .C.M., H.J. Lubberdinga, H.J. Gijzena, M.C.M. van Loosdrechtb.(2005), Modeling nitrification, heterotrophic growth and predation in activated sludge. Water Research 39 5080–5098.

Mytelka. A.I. et Brenner.W.E (1970). An automatic recording respirometre. ISA Transactions, 9(1), 17-21.

${\mathcal N}$

Naïdoo .V, Urbain .V, Buckley .CA (1998). Characterization of wastewater and activated sludge from European municipal wastewater treatment plants using the NUR test. IAWQ 19th biennal Conf,Vancouver, Canada.

Ning. Z. G. Patry .G et Spanjers H. (2000). Identification and quantification of nitrogen nutrient deficiency in the activated sludge process using respirometry. Water Res., 34 (13), 3345-3354.

Novitsky, J.A.et Dalhousie. U. (1990), Protozoa abundance, growth, and bacteriovory in the water column, on sedimenting particles, and in the sediment of Halifax Harbor. Geograph. Rev. 36, 859–863.

Novàk L., Larrea, L. et Wanner, J. (1994) 'Estimation of maximum specific growth rate of heterotrophic and autotrophic biomass: a combined technique of mathematical modeling and batch cultivations'. Wat. Sci. Tech, *30 (11)*, 171-180.

0

Ordaz .A , Oliveira.C.S , Quijano.G Ferreira.E.C ,Alves .M ,Thalasso.F (2012), Kinetic and stoichiometric characterization of a fixed biofilm reactor by pulse respirometry , Journal of biotechnologie;157(1):173-9.

Oliveira.C.A., M.Araujo. C. V, Nascimento. R.B, Strotmann. U. J et Da Silva. E. M, (2007). Utilization of respirometry to assess organic matter reduction of effluents from the camaçari industrial complex (Brazil), Brasilian Archives of Biology and Technology, vol: 50 N: 2 pp: 311-319.

Oliveira.C.S, Ordaz .A, , Ferreira.E.C , Alves .M ,Thalasso.F (2012) In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities , biochemical engineering 58-59,12-19.

Orhon. D. et Çokgor. E.U. (1997). COD fractionation in wastewater characterization-The state of the art, J. Chem. Tech. Biotechnol., 68, 283-293.

Orhon .D, Genceli. EA et Cokgör .EU (1999 a). Characterization and modeling of activated sludge for tannery wastewater. Water Environmental Research 71: 50–63.

Orhon .D, Genceli. EA et Cokgör .EU (1999 b). Experimental basis for the hydrolysis of slowly biodegradable substrate in different wastewaters. Water Sci. Technol 39(1), 87-95.

Orhon .D , Germirli Babuna .F et Karahan.O (2009).Industrial Wastewater treatment by activated sludge .IWA publishing .London-New York

\mathcal{R}

Ros. M, Dular. M et Farkas. P (1988). Measurement of respiration of activated sludge. Water Research. 22(11), 1405-1411.

Ros. M. (1993) Respirometry of activated slud ge. Basilea, Suiza: Technomic Publishing Co., Inc.

Rössle. W et Pretorius. W (2001) A review of characterization requirements for in-line prefermenters. Paper 1: Wastewater characterization. Water S.A. 27: 405–409.

Roeleveld . PJ et Van Loosdrecht. MCM (2002) Experience with guidelines for wastewater characterisation in the Netherlands. Water Science and Technology 45 : 77–87.

S

Safronieva.C (2001). Variabilité temporelle des fractions biodégradables des eaux résiduaires urbaines de la ville de Meaux. Mémoire de Stage de Diplôme d'Etudes approfondies de Sciences et Techniques de l'Environnement.

Schmid. M , Thill .A , purkhol. U , Walcher. M, Bottero. JY , Ginestet .P , Nielsen .PH , Weetz. S et Wagner. M (2003) , characterization of activated flocs by confocal laser scanning microscopy and image analysis , Water Res , 37: 2043-2052.

Shogren. RL, Petrovic. Z, Liu. Z et Erhan. S. Z (2004). Biodegradation behavior of some vegetable oil-based polymers. Journal of Polymers and the Environment 12: 173–178.

Shulan. XU et Hasselblad. S (1996) A simple biological method to estimate the readily biodegradable organic matter in wastewater. Water Research 30: 1023–1025.

Sierp, F. (1928). A new method for determining biochemical oxygen demand. Industrial and Engineering Chemistry, 20(3), 247.

Sollfrank.U et Kappeler, Gujer.W (1992). Temperature effects on wastewater characterization the release of soluble inert organic material. Wat Sci Tech; 25(6) p: 33-41.

Spanjers.H .et klapwijk.A (1990). on line meter for respiration rate and short term biochemical oxygen demand in the control of the activated sludge process, in advance in water pollution, control, proc 5 th IAWPRC workshop, 26 july - 3 august, yokohama and Tokyo, Japan.

Spanjers .H et Vanrolleghem .P (1995) Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. Water Science and Technology 31: 105–114.

Spanjers .H, Vanrolleghem .P, Olsson .G et Dold. P (1996) Respirometry in control of the activated sludge processes. Water Science and Technology 36: 117–126.

Spanjers, H., Vanrolleghem P.A., Olsson G. et Dold P.L. (1998). Respirometry in control of the activated sludge process: Principales. Scientific and technical report no.7. IAWQ, London. ISBN : 1-900222-04-3.

Spérandio .M (1998) Développement d'une procédure de compartimentation d'une eau résiduaire urbaine et application à la modélisation dynamique de procédés à boues activées. Thèse de doctorat, Génie des procédés, INSA Toulouse.

Strotmann .U.J et Windecker .G (1997). Kinetics of ammonium removal with suspended and immobilized nitrifying bacteria in different reactor systems. Chemosphere, 35 (12), 2939-2952.

Strotmann. U.J., Geldem. A., Kuhn. A., Gending . C. et Klein. S (1998). Evaluation of respirometric test method to determine the heterotrophic yield coefficient of activated sludge bacteria , chemosphere,vol.38,N°.15, pp.3555-3570.

Surmacz-Gorska .J, Gernaey.K, Demuynck .C, Vanrolleghem .P et Verstraete .W (1996) Nitrification monitoring in activated sludge by oxygen uptake rate (OUR) measurements. Water Research 30: 1228–1236.

\mathcal{T}

Tardat .M.H. (1984).Chimie des eaux 1^{ère} édition .1984.

Tebbutt . T. H. Y et Berkun. M (1976). Respirometric determination of BOD. Water Rescherch, 10(7), 613-617.

Therien. N, Le Calve. P et Jones. P (1984). A respirometric study of the influence of aliphatic alcohols on activated sludges. Water Research. 18(7), 905-910.

Tugce K.Y; Ubay C.E; Insel C; Derine . O (2012). Is ammonification the rate limiting step for nitrification kinetics, bioresource technology, Bioresour Technol.114:117-25.

Tunay.O , Zeigine .G.E , Kabdasli.I et Karahan.O (2004), Performance of magnesium ammonium phosphate precipitation and its effect on biological treatability of leather tanning industry waste waters .J.environ.Sci.Heal.A.39 (7),1891-1902.

\mathcal{V}

Van Loosdrecht.M. C. M., Nielsen P.H., Lopez-Vazquez. C.M., Brdjanovic. D. (2016). Experimental Methods in Wastewater Treatment, IWA Publishing.

W

Weiss.B ,Roche.N , Potier.O , Pons.M.N , Gauthier.S et Prost.C (1998). Apport des mesures respirométriques à la gestion d'une station d'épuration à boues activées. Can.J. Civ. Eng.25 :353-359.

Wooldridge.W. R. et Standfast.A. F. B. (1936). The use of the Barcroft differential manometer in the estimation of the oxygen absorption of sewage. Biochemical Journal. 30, 141-148.

У

Young. J. C. et Baumann. E. R. (1976). The electrolytic respirometer - I factor affecting oxygen uptake measurements. Water Research. 10 (11), 1031-1040.

Yu Liu (1996). Bioenergetics interpretation on the S_0/X_0 , ratio in substrate-sufficient batch culture, Water Research Vol 30 N° 11, pp 2766-2770.

Liste des illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure	Page
1	Différentes conceptions des respiromètres, (a) 1 ^{ère} configuration type LSS utilisé dans les bassins biologiques (b) 2 ^{ème} configuration type LSS (c) 1 ^{ère} configuration type LFS (d) 2 ^{ème} configuration type LFS. (Van Loosdrecht.M. C. M et al. (2016))	112
2	Schéma du respiromètre type LSF	118
3	Schéma du respiromètre type LSS	118
4	Schéma du respiromètre type LFS	119
5	Schéma du respiromètre type LFF	120
6	Schéma du respiromètre en anoxie	121
7	 (a) Respirogramme obtenu après injection du substrat binaire synthétique, (b) Évolution de la respiration totale correspondante en fonction du temps, (c) Évolution de la respiration exogène et endogène en fonction du temps. 	123
8	Évolution temporelle de l'oxygène dissous pour la détermination de la respiration endogène et du coefficient de transfert	124
9	Interprétation d'un respirogramme obtenu après une injection d'un substrat biodégradable par les hétérotrophes dans un respiromètre de type LFS selon le modèle ASM1 (<i>Orhon .D et al (2009)</i>)	126
10	Interprétation d'un respirogramme obtenu après une injection d'un substrat biodégradable par les hétérotrophes dans un respiromètre de type LFS selon le modèle ASM3 (<i>Orhon .D et al (2009)</i>).	127
11	Les différents paramètres caractérisant une réponse respirométrique	129
12	Réacteurs utilisés dans les études respirométriques : (<i>a</i>) réacteur de capacité de 0.5 L , (<i>b</i>) réacteur de capacité de 01L	135
13	Variation du pH durant un test respirométrique (effet de l'aération)	137

14	Les montages expérimentaux utilisés dans les études respirométriques menées (<i>a</i>) premier montage respirométrique utilisant un enregistreur graphique (<i>b</i>) montage respirométrique utilisant des oxymètres à acquisition automatique (<i>c</i>) montage respirométrique utilisé dans les études comparatives.	138
15	Procédure expérimentale pour la détermination du temps de réponse des sondes utilisées	139
16	(<i>a</i>) Appareille de mesure du temps de succion capillaire (<i>b</i>) la cellule de mesure du CST, (<i>c</i>) tache obtenue après la mesure.	142
17	Indice des boues mensuel mesuré dans les deux stations étudiées pour les années de 2009 à 2014	144
18	Photo du microscope optique 'OPTECH' utilisé	145
19	Visualisation microscopique des échantillons ES1 (<i>a</i>) prélèvement de la liqueur (Agrandissement ×20) (<i>b</i>) prélèvement de la mousse. (Agrandissement ×40) (Coloration bleu de méthylène).	146
20	Visualisation microscopique des échantillons $ES2$ (a) coloration bleu de méthylène (Agrandissement ×20) (b) état frais (Agrandissement ×20)	147
21	Visualisation microscopique des échantillons <i>ES3 (a)</i> état frais (Agrandissement $\times 10$), <i>(b)</i> Visualisation du liquide interstitielle à l'état frais (Agrandissement $\times 10$).	147
22	Effet de l'ajout de 10 mg . L'd'ATU sur la concentration à l'endogène (S_{end}) (inoculum <i>ES1</i>)	151
23	Influence des doses croissantes d'ATU injectées dans le respiromètre sur la respiration endogène : (<i>a</i>) : 10 mg. L ⁻¹ d'ATU, (<i>b</i>) : 20 mg. L ⁻¹ d'ATU, (<i>c</i>) :40 mg. L ⁻¹ d'ATU (Inoculum t <i>ES1</i>)	152
24	 (a) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur (ES1) (absence des protozoaires), (b) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur(ES2) (présence minimale des protozoaires), (c) Exemple d'une visualisation microscopique de la liqueur(ES3) (présence excessive des protozoaires) (Agrandissement ×20). 	154
25	(<i>a</i>) Cellule de Thoma utilisée dans le comptage des protozoaires, (<i>b</i>) <i>et</i> (<i>c</i>) prises microscopiques pour la numérisation (Agrandissement ×20).	155
	Distribution des rapports moyens mensuels DCO _T /DBO ₅ de l'eau usée	
26	brute alimentant la STEP <i>d'IBN ZIAD</i> (Valeur Minimale, Valeur	158
	Moyenne, Valeur Maximale)	
27	Distribution des rapports moyens mensuels DCO_T/DBO ₅ de l'eau usée brute alimentant la STEP de <i>CHELGHOUM LAID</i> .(Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale)	158
28	Etude comparative des cinétiques de consommation de l'OD (vitesse de	150
	biodegradation) d'une variete de substrats	159

29	(<i>a</i>) effet des doses décroissantes d'azote sur la réponse respirométrique et sur la réaction de nitrification (<i>ES1</i>), (<i>b</i>) Suivie du pH après chaque injection pour les doses décroissantes en azote	161
30	Effet des doses croissantes de N sur la réponse respirométrique et sur la réaction de nitrification(<i>ES1</i>)	162
31	Distribution des concentrations moyennes mensuelles de la charge carbonée à l'entrée de la STEP de <i>CHELGHOUM LAID</i> pour les six années de suivi (Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale).	165
32	Distribution des concentrations moyennes mensuelles de la charge carbonée à l'entrée de la STEP de <i>d'IBN ZIAD</i> pour les six années de suivi (Valeur Minimale, Valeur Moyenne, Valeur Maximale)	165

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau				
1	Classification des différentes techniques respirométriques	110			
2	Récapitulatif des techniques de détermination de quelques constantes bio-cinétiques en utilisant les réponses respirométriques <i>selon Ordaz</i> . <i>A et al (2012).</i>	128			
3	Effet de la température sur le coefficient de transfert d'oxygène K_La	136			
4	Caractéristiques physico- chimiques des inocula utilisés	141			
5	Protocoles de préparation de la boue dans les études respirométrique	148			
6	Pourcentage de réduction de la DCOs pour différents temps d'aération	148			
7	Références des travaux utilisant différentes doses d'inhibiteur de l'ATU	149			
8	Pourcentage de réduction de la respiration endogène après ajout de différentes doses d'ATU (inoculum <i>ES1</i>)	152			
9	Résultats du dosage des nitrates et la quantité d'oxygène consommée après chaque injection (doses décroissantes de N) (<i>ES1</i>)	161			
10	Résultats du dosage des nitrates et quantité d'oxygène consommée après chaque injection (doses croissantes de N) (<i>ES1</i>)	162			
11	Résultats du dosage des nitrates et pH après chaque injection (doses croissantes de N) (<i>ES2</i>)	163			

Chapitre V

Etude des dysfonctionnements dans des réacteurs batchs « L'excellence est un chemin, non une fin »

Anne Marquier

Sommaire -

I.Introduction

Partie 1 : Déroulement des essais respirométriques

II.Réponse respirométrique après injection du substrat synthétique

III. Réponses respirométriques pour différents rapports initiaux (S_0/X_0)

IV. Détermination du taux de dépérissement et de la concentration de la biomasse hétérotrophe active (inoculum ES1)

V. Etude comparative de l'activité respiratoire des inocula ES1 et ES2

VI. Déroulement des tests de respirométrie pour une eau usée urbaine

Partie2 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la première approche, identification du phénomène de défloculation VII.Les effluents non conformes

VIII. Effet du stress d'aération

Partie 3 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la deuxième approche, identification du phénomène de défloculation

XI. Modélisation des effets des dysfonctionnements

XI. Conclusions

I.Introduction

Puisque les problèmes biologiques et les problèmes de décantation vont de paire, la respirométrie sera utilisée dans le cadre de ce mémoire pour l'estimation quantitative et qualitative de l'effet de ces problèmes biologiques sur l'activité microbienne et sur les différents processus biologiques considérés, tout en évaluant l'état de la floculation microbienne dans les différents cas étudiés.

Dans cette recherche, la respirométrie a été utilisée suivant deux approches, la première consiste à utiliser la cellule respirométrique, comme un réacteur batch, pour l'expérimentation des différents dysfonctionnements en utilisant la boue en l'état (telle que prélevée du Bassin biologique). En effet, la biomasse prélevée du bassin biologique est placée dans la cellule respirométrique et suivie en fonction du temps, sans dysfonctionnement puis en déclenchant différents dysfonctionnements. L'essai, en premier, permet de caractériser l'activité de la biomasse en l'état et représente l'état de référence pour évaluer l'effet du dysfonctionnement considéré. L'état de référence, dans ce cas, ne peut pas être considéré pour d'autres essais vu

que la boue utilisée pour ces derniers est obligatoirement différente, même si elle est prélevée d'un même bassin biologique. Par ailleurs, il a été constaté que l'utilisation de la biomasse en l'état a une très faible activité microbienne et elle était très minéralisée (faible taux des MVS) surtout pour la boue provenant de la STEP d'*IBN ZIAD*.

Une deuxième approche a été utilisée pour palier au problème de la référence des tests respirométriques et améliorer l'activité de la biomasse prélevée, en cultivant cette dernière dans un réacteur sous des conditions bien définies. Ceci permet d'avoir un stock de (biomasse) boue de même qualité et ainsi s'assurer que la référence est la même pour tout le programme expérimental, concernant l'étude des dysfonctionnements *Ubay*.*E.C et al (2007)*. Les échantillons prélevés de ce stock pourront être utilisés pour réaliser des essais respirométriques sous différentes conditions de dysfonctionnements (l'ajout de sel, du chrome, manque d'air etc.) qui sont imposées au niveau du respiromètre.

Partie 1 : Déroulement des essais respirométriques

Cette partie est consacrée aux essais respirométriques sur les deux boues *ES1* et *ES2* en l'état. Ces dernières ont été considérées vu que les différents dysfonctionnements recensés pour les deux STEPs n'étaient pas similaires (chapitre I), particulièrement leur état de défloculation (chapitre IV). En effet, leur respiration respective a été déterminée en considérant, l'OUR, le temps de dégradation Tr, la constante de conversion Y et le taux de croissance spécifique maximum μ_{max} .

De part l'influence de la valeur du coefficient de transfert global d'oxygène K_La , dans la détermination des autres paramètres caractérisant la respiration, la problématique de sa détermination à partir des données de désaération endogène, a été considérée.

II-Réponse respirométrique après injection du substrat synthétique

La Figure V.1 (a) représente le respirogramme obtenu en utilisant un substrat synthétique binaire (C+N) sur l'inoculum *ES1* avec un rapport initial S_0/X_0 (0.04 (mg COD (mg MVS)⁻¹)).Les paramètres qui peuvent être déterminés directement à partir de l'interprétation du respirogramme sont le K_La, l'OURend, le temps de dégradation (Tr), le temps pour atteindre la respiration maximale (Trmax) et Q_T, tandis que les paramètres tels que la respiration totale (OUR_T), la respiration exogène (OURexo), la respiration des hétérotrophes, des autotrophes et les constantes bio-cinétiques peuvent être déterminés indirectement après calcul en utilisant les paramètres déterminés directement à partir du graphe.

Le coefficient global de transfert d'oxygène K_La et la respiration endogène OURend, sont déterminés avant chaque injection du substrat lors, des tests respirométriques, dans cette recherche. Toutefois, certains auteurs déterminent des valeurs moyennes pour les deux paramètres quand l'approche 2 est utilisée (*Insel .G et al (2006), Tugce K.Y et al (2012)*).Par ailleurs, leur détermination devient obligatoire quand l'approche 1 est utilisée sur des boues en l'état, prélevées à partir des STEPs.

La courbe de la **Figure V.1** (a) montre que l'ajout du substrat provoque une augmentation de la vitesse de consommation d'oxygène où au bout de **40 min**, la respiration maximale est atteinte, puis revient progressivement à l'état endogène, après consommation totale du substrat injecté, au bout de **75 min**.

En se basant sur les équations (**IV.9**) et (**IV.10**) et les résultats obtenus de l'évolution temporelle de l'oxygène dissous, la variation de la respiration totale et de la respiration exogène des bactéries hétérotrophes et autotrophes, en fonction du temps, peuvent être déterminées. De même la respiration des hétérotrophes seuls, peut également être déterminée si un inhibiteur de nitrification tel que l'**ATU**, est utilisé, ou si le rapport **DCO/N** dans la solution synthétique injectée est augmenté (**Figure V.1 (b**)).

II.1.Difficultés rencontrées lors de la détermination de l'OURend et du KLa

Le calcul du coefficient de transfert d'oxygène et de la respiration endogène, était réalisé selon le protocole décrit préalablement. L'allure de la courbe de désaération illustrée dans la 1^{ère} partie de la **Figure V.1. (a)** varie d'un prélèvement à l'autre et dépend principalement de l'activité microbienne. *Vashitz .O et al (1989)* ont rapporté que le coefficient de transfert d'oxygène augmente avec la consommation d'oxygène par les microorganismes. *Djelal .H et al (2006)* ont pu estimer ce coefficient en utilisant la méthode dynamique, donnant une valeur de **0.0026 s⁻¹ (9.36 h⁻¹)** en présence de biomasse, mais qui s'est vue réduite à **0.0018 s⁻¹(6.48 h⁻¹)**, en absence de biomasse, dans un milieu stérile. l'activité microbienne conditionnera l'allure de la courbe de désaération.la **Figure V.2** en représente différents exemples pour les courbes de désaération endogène obtenues lors de différents tests respirométriques. Il peut être remarqué que certaines courbes peuvent être considérées comme linéaires, tandis d'autres sont loin de l'être. Comme il a été noté précédemment, la détermination de ces deux paramètres est effectuée à partir de la valeur de la pente de la courbe de régression linéaire de la désaération endogène, selon les équations (**IV.11)** et (**IV.12)**.



Figure .V.1. (*a*) Respirogramme obtenu à 20° C, après injection du substrat binaire synthétique,(*b*) oxygen uptake rate (OURt_H) et (OURexo_H) obtenus en fonction du temps .



Figure .V.2. Evolution temporelle de la courbe de désaération, obtenue pour différents prélèvements de l'inoculum *ES1*.

La pente de la courbe de désaération est calculée entre deux seuils fixés, la concentration à l'endogène **Send**, et une limite inférieure notée S_{FIN} ; la linéarité de la régression linéaire dépend directement de la concentration limite inférieure S_{FIN} ; les valeurs calculées de K_La et de **l'OURend** conditionneront le calcul des paramètres caractérisant le respirogramme obtenu.

Pour illustrer l'influence du calcul de ces deux paramètres, la linéarisation de la courbe de désaération est effectuée en considérant différentes valeur de S_{FIN} . Les résultats obtenus sont représentés dans le Tableau V.1.

Il peut être remarqué que la valeur de l'OURend varie considérablement selon la valeur de S_{FIN} . Une réduction de 56.15% est enregistrée pour l'OURend quand S_{FIN} change de 6 (7.3-6) à 1 (7.3-1).

Tableau. V.1. Résultats de la régression linéaire pour la détermination de la respiration endogène et du coefficient de transfert pour différentes valeurs de S_{FIN}

Intervalle de la concentration d'oxygène ICO	Regression linéaire	Coefficient de Correlation (R) ²	Deviation Standard SD	$OURend$ $mg.l^{1}.h^{1}$	К ₁ а h ⁻¹
7.3-6	7.31 -53.13 10 ⁻³ .X	0.991	39.03 10 ⁻³	3.1878	1.992
7.3-5	7.24 - 47.15 10 ⁻³ .X	0.993	54.7310-3	2.829	1.764
7.3-4	7.13 - 41.88 10 ⁻³ .X	0.9909	9.27 10 ⁻²	2.5129	1.566
7.3-3	6.98 -36. 98 10 ⁻³ .X	0.9864	144.99 10 ⁻³	2.2188	1.386
7.3-2	6.67–30. 3710 ⁻³ . X	0.9706	262.06 10 ⁻³	1.8228	1.134
7.3-1	6.19 – 2. 33 10 ⁻² .X	0.9395	426.42 10 ⁻³	1.398	0.87

Pour essayer de comprendre l'allure de la courbe de désoxygénation en phase endogène, il nous parait nécessaire de formuler explicitement la variation de l'oxygène dissous. Pour cela il est fondamental de revoir comment la matière biodégradable résultant du processus endogène est métabolisée par les microorganismes, bien que la disparition est considérée constante et proportionnelle à la concentration de la biomasse.

La première hypothèse considère que la fraction biodégradable issue de la respiration endogène est utilisée uniquement dans le catabolisme (la production d'énergie).

La disparition due à la respiration endogène est exprimée comme (b_H . X_{BH}) et la partie biodégradable est égale à ((1-fp) b_H X_{BH}), en termes de MVS et en termes de DCO ; la fraction biodégradable peut être écrite (f_{CV} (1-fp) b_H X_{BH}), avec f_{CV} (DCO/MVS), puisqu'il est considéré pour cette approche que le matériau biodégradable est uniquement converti en énergie. Par conséquent, l'équivalent DCO représente les besoins en oxygène et par conséquent le taux de disparition de la biomasse est égal à l'opposé du taux de consommation de l'oxygène dissous. L'équation **IV.34** sera écrite comme suit :

$$\frac{dO2}{dt} = -(-) f_{CV} (1 - f_{EH}) b_H X_{BH0} e^{-bHt}$$
 (Eq V.1)

Donc l'expression de l'OURend en fonction du temps est de forme exponentielle

$$OUR_{end}(t) = A e^{-bHt}$$
(Eq V.2)

Si la courbe de l'équation V.2 est tracée, sa forme sera semblable à celle de la 1^{er} partie de la Figure V.1. (a). Cependant ce développement n'explicite pas les interactions dynamiques de X, S et ; mais si le modèle de 'mort- régénération' (deuxième hypothèse) est considéré dans le modèle ASM1, les effets seront très explicites. Ce modèle consiste à considérer la matière organique biodégradable issue des débris des microorganismes disparus (morts), comme substrat utilisable par la biomasse active restante, pour sa croissance. De plus, les équations de croissance des microorganismes hétérotrophes et de la variation de l'oxygène, sont considérées et écrites comme suit :

$$\frac{dX_{\rm BH}}{dt} = \mu_H \left(\frac{S_{\rm S}}{(K_{\rm S}+S_{\rm S})}\right) \left(\frac{S_{\rm O}}{(K_{\rm O,H}+S_{\rm O})}\right) X_{\rm BH} - b_{\rm H} X_{\rm BH}$$
(Eq V.3)

$$\frac{dX_{s}}{dt} = \left(1 - f_{p}\right) b_{H} X_{BH} - k_{h} \left(\frac{\frac{X_{s}}{X_{BH}}}{K_{X} + \left(\frac{X_{s}}{X_{BH}}\right)}\right) \left(\frac{S_{0}}{(K_{0,H} + S_{0})}\right) X_{BH}$$
(EqV.4)

$$\frac{dS_{s}}{dt} = -\left(\frac{\mu_{H}}{Y_{H}}\right) \left(\frac{S_{S}}{(K_{S}+S_{S})}\right) \left(\frac{S_{O}}{(K_{O,H}+S_{O})}\right) X_{BH} + k_{h} \left(\frac{\frac{X_{S}}{X_{BH}}}{K_{X}+\left(\frac{X_{S}}{X_{BH}}\right)}\right) \left(\frac{S_{O}}{(K_{O,H}+S_{O})}\right) X_{BH} \qquad (Eq \ V.5)$$

$$\frac{dS_{O}}{dt} = -\mu_{H} \left(\frac{1-Y_{H}}{Y_{H}}\right) \left(\frac{S_{S}}{(K_{S}+S_{S})}\right) \left(\frac{S_{O}}{(K_{O,H}+S_{O})}\right) X_{BH}$$
(Eq V.6)

Les équations ci-dessus décrivent le processus de boues activées sous des conditions endogènes et une cinétique de Monod à deux substrats **S** et **O**. L'équation (*Eq V.3*) décrit la croissance nette des microorganismes hétérotrophes, alors que l'équation (*Eq V.5*) décrit le bilan massique du substrat biodégradable qui est utilisé par la biomasse hétérotrophe et fourni par hydrolyse, du substrat lentement biodégradable de forme particulaire. L'équation (*Eq V.4*) considère le substrat lentement biodégradable de forme particulaire et est augmenté par les microorganismes morts et diminué par hydrolyse. L'équation (*EqV.6*) montre la variation de l'oxygène dissous dans la solution d'eau usée qui est due à la fraction du substrat, issue de la respiration endogène qui a été convertie en énergie, en utilisant l'oxygène comme accepteur final d'électrons. L'équation montre que l'OURend dépend des concentrations du substrat carboné provenant de la respiration endogène, de la biomasse et de l'oxygène dissous. Mathématiquement, la réduction des concentrations du substrat Ss et de l'OD réduit le taux de consommation de l'OD et par conséquent l'OURend. Bien que la concentration du substrat à l'endogène n'a pas été mesurée, les conditions opératoires choisies assurent que sa valeur est assez réduite (**paragraphe IX-2 du chapitre IV**) d'une part, et d'autre part son effet sur l'OURend est atténué par le fait que la valeur de Ks est relativement très importante par rapport à Ss. Par conséquent la variation de l'OURend est due principalement à la variation de la concentration de l'OD.

Quand les concentrations des substrats diminuent en solution, l'OURend est réduit en conséquence. Donc, dans quelles conditions l'OURend sera évalué ?

S'il est évalué au début de l'expérience de la respiration endogène, les concentrations des substrats (S_S et S_O) (et seulement So si Ss ne varie pas beaucoup), sont à leur maximum, l'OURend sera aussi à son maximum et sera proportionnel à la concentration de la biomasse (similaire à une croissance exponentielle avec un substrat exogène), puisque $\left(\frac{S_S}{(K_S + S_S)}\right)$ et $\left(\frac{S_O}{(K_{O,H} + S_O)}\right)$ sont le plus proche possible de un. Cependant, lorsque les concentrations des substrats diminuent en solution, les valeurs de $\left(\frac{S_S}{(K_S + S_S)}\right)$ et $\left(\frac{S_O}{(K_{O,H} + S_O)}\right)$ s'éloignent de un et OURend diminue par conséquent.

II.2. Effet de l'OURend et du $K_{\rm L}a$ sur l'estimation des paramètres spécifiques du respirogramme

A partir des différentes valeurs calculées de l'**OURend** et du K_La , en considérant différentes valeurs de S_{FIN} , les variations correspondantes de l'**OURexo_H** avec le temps, ont été calculées et les courbes sont retracées comme sur la **Figure.V.3.** De plus, la quantité d'oxygène consommée Q_{TH} pour la dégradation du substrat exogène, a été déterminée par l'estimation de la surface sous la courbe **OURexo_H** en fonction du temps. Les résultats sont regroupés dans le **Tableau V.2**.

De même les pourcentages de réduction entre les différentes valeurs obtenues et la première valeur sont également représentés dans le **Tableau .V.2**; elles sont par exemple **56.15%**, **56.33%**, **14.83%** et **7.61%** pour OURend, K_La, OURexo_H et Q_{TH} respectivement, entre la première et la sixième régression.

Les résultats ont montré que le choix du seuil inférieur a une grande influence sur l'estimation de l'OURend et du K_La , bien que l'influence devienne relativement faible, sur Q_{TH} . Les valeurs de l'OURend et l'OURexomax sont quelque peu proches, surtout quand la valeur de S_{FIN} est élevée. Pour la valeur de (6) le rapport entre les deux OUR est de (2). Il faut rappeler que l'OURexomax correspond à la dégradation du substrat injecté, alors que l'OURend correspond à la phase de la respiration endogène, ce qui parait assez aberrant, vu que le taux de consommation a seulement doublé, quand le substrat a été injecté. Ceci peut être expliqué par le fait que la biomasse est peu active, comme rapporté par (*Huang .J .Y.C et al (1985)*). De plus, quand l'activité des microorganismes est importante, le gradient de l'OD entre la solution et le floc reste important, ce qui assure un fort transfert d'oxygène.

Tableau.V.2. Paramètres spécifiques du Respirogramme estimés dans la mêmeexpérimentation, en utilisant différentes régressions linéaires

Régression Linéaire	1 st	2 ^{ème}	3 ^{ème}	4 ^{ème}	5 ^{ème}	6 ^{ème}
$\frac{S_{FIN}}{(mg.L^{-1}O_2)}$	6	5	4	3	2	1
OURend (mg L-1 h1)	3.1878	2.829	2.5129	2.2188	1.8228	1.398
R_R (%)	-	11.26	21.17	30.40	42.84	56.15
$K_L a (h^{-1})$	1.992	1.764	1.566	1.386	1.134	0.87
R_{K} (%)	-	11.45	21.39	30.42	43.07	56.33
$OURexo max_H$ $(mg L^{-1}h^{-1})$	6.051	5.868	5.71	5.566	5.364	5.153
$R_M(\%)$	-	3.01	5.63	8.01	11.34	14.83
Quantité d'oxygène consommée QTH (mg L ¹)	7.128	7.018	6.922	6.835	6.714	6.586
R ₀ (%)	-	1.55	2.89	4.11	5.82	7.61

 $\mathbf{R}_{\mathbf{R}}$: % de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'OURend

 $\mathbf{R}_{\mathbf{K}}$: % de réduction par rapport à la première valeur déterminée de K_La

 $\mathbf{R}_{\mathbf{M}}$: % de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'OURexo max_H

 $\mathbf{R}_{\mathbf{Q}}$: % de réduction par rapport à la première valeur déterminée de Q_{TH}



Figure.V.3. Evolution de la respiration exogène des hétérotrophes en fonction du temps pour différentes valeurs de K_La et **OURend** dans le même test.

II. 3. Effet de l'OURend et du K_La sur l'estimation de $Y_{O\!/\!s}$ et $\,Y_H$

Le calcul de $Y_{O/s}$ et d' Y_H est effectué selon L'Eq IV.24 où ces deux paramètres seront également estimés en considérant les différentes valeurs de S_{FIN} .

Les résultats du **Tablau.V.3**, montrent que le rendement de conversion Y_{H} , ne semble pas être influencé par les conditions, de détermination de K_La et OURend

L'effet maximal des différentes régressions linéaires sur les valeurs d' Y_H est de **5.58%**. En fait, le rendement (Y_H) exprime la conversion moyenne du substrat en biomasse, pendant toute la durée de l'expérience. Le niveau de variation du rendement est proche de celui du Q_{TH} . En effet ils expriment indirectement la même chose.

Il est très important de noter que l'effet des différentes régressions sur les paramètres globaux (n'a pas une très grande incidence, contrairement aux paramètres locaux. En se basant sur la linéarité, on peut avancer que la première régression ($S_{FIN} = 6 \text{ mg.L}^{-1}$) est la plus valable, avec un coefficient de corrélation le plus élevé. Par conséquent, il est suggéré que le K_La devrait être estimé aux fortes valeurs de S_{FIN}. Bien qu'à ces niveaux il semble qu'il y ait une légère surestimation.

L'évaluation du rendement hétérotrophe et d'autres constantes bio-cinétiques à l'aide des études respirométriques nécessite la détermination préalable de l'OURend. Bien que

fondamentalement ce paramètre varie avec le temps, si le transfert d'oxygène est dû à la diffusion dans le floc bactérien, on le trouve pour certains cas, pratiquement constant.

L'hypothèse que l'OURend est constant, facilite sa détermination à partir des données d'OD par rapport au temps. Pour utiliser cette procédure de détermination de l'OURend, les données de l'OD en fonction du temps qui peuvent être supposées linéaires, sans erreur significative, peuvent être utilisées à cette fin (premier tronçon de la courbe de désaération)

En interprétant directement les données de cette expérimentation, plusieurs paramètres peuvent être déterminés et regroupés dans le **Tablau.V.4**.

Tablau.V.3. Les rendements de conversion des hétérotrophes Y_H estimés pour le substrat synthétique en utilisant différentes régressions linéaires obtenues dans la même expérimentation

Régression			E	S1		
Linéaire	1 ^{ère}	2 ^{ème}	3 ^{ème}	4 ^{ème}	5 ^{ème}	6 ^{ème}
Yo/s	0.427	0.421	0.415	0.410	0.40	0.395
R ₀ (%)	-	1.41	2.81	3.98	6.32	7.49
Y _H	0.573	0.579	0.58	0.59	0.6	0.605
R_H(%)	-	1.05	1.22	2.97	4.71	5.58

 $\mathbf{R}_{\mathbf{O}}$: % de réduction par rapport à la première valeur déterminée d'Yo/x

 R_{H} : % de réduction par rapport à la première valeur déterminée d' Y_{H}

 Tableau V.4.Paramètres caractérisant la réponse respirométrique après injection du substrat

 synthétique (ES1)

	ES1								
Paramètres	Send	OURend	K _L a	Tr	Trmax	OURexo max _H	Q _{TH}	Yo/s	Y _H
Valeur	7.3	2.512	1.566	75	40	5.71	6.922	0.415	0.58
Unité	mg.L ⁻¹	$(mg L^{-1} h^{-1})$	<i>h</i> ⁻¹	min	min	(mg L ⁻ h ⁻¹)	mg.L ⁻¹	mgO ₂ /mgDCO	mgMVS /mgDCO

III. Réponses respirométriques pour différents rapports initiaux (S₀/X₀)

Il faut souligner que le rapport S_0/X_0 conditionne la croissance microbienne, par conséquent évaluer son effet sur les réponses respirométriques permettra d'établir des hypothèses avisées concernant la croissance lors de ces tests d'une part, et de comprendre le métabolisme d'autre part.

Il faut noter en premier que le substrat utilisé dans ces deux expériences est de forme soluble et facilement biodégradable, par conséquent il n'y a pas de processus d'hydrolyse. Les résultats obtenus seront donc interprétés suivant le modèle **ASM3** qui considère que le transfert de la pollution passe par une phase de stockage, avant sa dégradation.

De plus (*Chudoba .P et al. (1992), Dispan , J. (2003)*) avancent que pour les rapports S_0/X_0 élevés, le processus de croissance est prépondérant, contrairement aux faibles rapports S_0/X_0 où le processus de stockage le devient,Contrairement à ce qui est avancé par *Ordaz .A et al* (2012).

La croissance bactérienne consomme plus d'énergie que le stockage intracellulaire (*Chudoba* .*P et al.* (1992), *Dispan*, *J.* (2003)), par conséquent le rendement de croissance bactérien global ($Y_{X/S} = Y_{X/XSTO} * Y_{XSTO/S}$) est plus important aux faibles rapports S_0/X_0 comparativement aux valeurs élevées (*Chudoba* .*P et al.* (1992), *Dispan*, *J.* (2003)).

Ce test a été mené afin d'observer expérimentalement les réponses respirométriques pour les deux échantillons. Malgré que les deux rapports S_0/X_0 peuvent être considérés faibles, il n'en demeure pas moins que les conclusions avancées plus haut peuvent être constatées. Les réponses respirométriques obtenues sont illustrées sur la **Figure.V.4** et les paramètres spécifiques relatifs aux deux échantillons injectés dans le respiromètre sont regroupés dans le **Tableau V.5**.

Les résultats du **Tableau V.5** montrent, en effet, qu'Y_H pour le rapport **So/Xo : 0.0118** est plus important (**0.61**) que pour le rapport **So/Xo : 0.0251 (0.383**) indiquant que le stockage est plus faible pour le rapport le plus élevé. Ceci est corroboré par les courbes de variation de l'OURexo où il apparait sur la **Figure V.4 (b)** une phase de stockage suivie, d'une deuxième phase de croissance. Par contre sur la **Figure V.4 (a)** la séparation entre les phases de stockage et de croissance n'est pas clairement distinguée. Ceci est probablement dû à la faible concentration du substrat injecté.

ES1						
Paramètres	So/Xo : 0.0118 gDCO/gMVS	So/Xo : 0.0251 gDCO/gMVS				
Send $(mg.L^{-1})$	7.3	7.8				
OURend $(mg L^{-1} h^{-1})$	3.12	4.14				
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a}\ (h^{-1})$	1.95	3.76				
Tr (min)	50	78				
Trmax (min)	13	15				
$OURexo max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	7.26	19.62				
$\mathbf{Q}_{\mathbf{TH}}(mg.L^{-1})$	6.53	20.055				
Yo/s (mg d'O ₂ (mg DCO) ⁻¹)	0.39	0.616				
$\mathbf{Y}_{\mathbf{H}} (\text{mg MVS} (\text{mg DCO})^{-1})$	0.61	0.383				
fav	0.43	0.43				
fcv	1.88	1.88				
$\boldsymbol{\mu}_{\mathbf{m}\mathbf{H}}(\boldsymbol{j}^{-1})$	0.449	0.51				

Tableau V.5. Paramètresspécifiques et constantes bio-cinétiques correspondants aux deuxrapports S_0/X_0 considérés

La concentration du substrat dans le deuxième échantillon a doublé par rapport au premier, cependant la consommation totale (Q_{TH}) a plus que triplé. Ceci peut en effet suggérer que la croissance est plus importante, vu qu'elle a besoin de plus d'énergie (oxygène). Toutefois, le niveau de consommation d'oxygène reste en deçà des niveaux généralement rencontrés pour les boues activées, qui sont situées dans l'intervalle de (*OURexo max_H = 30-40 mg.L⁻¹.h⁻¹*) (*Ekama .G et al (1986)*), pour une activité convenable, bien qu'elle peut être supérieure. Ceci est attribué, dans ce cas, à une activité microbienne réduite, due à la forte minéralisation des boues utilisées (âge des boues élevé, minéralisation moyenne de **48.76%**).

Ceci nécessite l'estimation de la biomasse active qui peut être faite en utilisant les relations empiriques proposées par *Ekama*. *G et al* (1986) et qui sont comme suit :

$$fav = 1.41 (R_S)^{-0.53} \text{ pour une eau usée brute}$$
(Eq V.7)
$$fav = 1.57 (R_S)^{-0.43} \text{ pour une eau usée décantée}$$
(Eq V.8)

On, note que **Rs** est l'âge des boues et fav est la fraction de la biomasse active dans la liqueur mixte.



Figure.V.4. (*a*) et (*b*) réponses respirométriques obtenues et respiration exogène pour deux injections différentes.

Pour un âge des boues de **20 jours** (*ES1*), *fav* est de **0.43**, signifiant que **43%** des MVS sont actives.

Au sein des STEPs, le pourcentage de viabilité dépend largement de l'âge des boues (*Huang* .J .Y.C et al (1984)). En effet, avec l'augmentation de ce dernier, les microorganismes inactifs (dormants, morts etc..) s'accumulent dans le système. *Walker .I et Davies .M* (1977) ont rapporté que le taux net de croissance est moins que **0.125 j**⁻¹ pour des âges de boues supérieurs à **8 j**, et que **60 %** de la respiration est attribuée aux cellules inactives. En comparant avec les résultats du **Tableau V.4**, le taux de croissance de **0.125 j**⁻¹ parait très faible bien que l'âge des boues des résultats du **Tableau V.4** est de **20 jours**. Ceci est dû au
fait que le taux de croissance des résultats du **Tableau V.4**, soit global, tandis que celui de **0.125 j⁻¹** soit net (sans stockage).

IV. Détermination du taux de dépérissement et de la concentration de la biomasse hétérotrophe active (inoculum ES1)

Les échantillons de boues prélevés de la STEP d'*IBN ZIAD* ont montré en général une très faible activité à travers le faible taux de croissance μ_{mH} (**Tableau V.4**) et la forte minéralisation. Ceci nous a poussés à essayer d'évaluer, le taux de dépérissement afin de déterminer la fraction active de la biomasse hétérotrophe. Il est déterminé en se basant sur l'équation (*Eq IV.35*), la **Figure.V.5** illustre l'évolution temporelle de la concentration de l'OD d'*ES1* en condition endogène, pour un temps suffisamment long (2.77 jours). Ceci a donné un taux de dépérissement de **0.37** j⁻¹ et la concentration de la biomasse active hétérotrophe est de **644.73 mg MVS.L**⁻¹. Elle représente seulement **12.98 %** de la fraction organique initialement présente. Il faut souligner que la valeur du taux de dépérissement obtenue est acceptable, vu que le modèle **ASM1** l'évalue à **0.61** j⁻¹ et à **0.2** j⁻¹, pour l'**ASM3** à 20°C.



Figure.V.5. Evolution temporelle de l'oxygène dissous en condition endogène dans un respiromètre de type **LFS** (inoculum *ES1*)



Figure .V. 6. Evolution temporelle de ln OUR_{TH} pour la détermination du b_H et de X_{BH0.}

V. Etude comparative de l'activité respiratoire des inocula ES1 et ES2

Au départ, l'objectif de cette partie était de déterminer les activités héterotrophiques et autotrophiques des deux échantillons, *ES1* et *ES2*. Cependant en utilisant l'inhibiteur de nitrification sur l'échantillon *ES2*, l'activité microbienne totale s'est vue arrêter. Par conséquent l'activité différenciée ne peut pas être utilisée pour la comparaison, mais elle se basera sur l'activité totale (autotrophe et hétérotrophe). L'échantillon *ES1* est composé de **29.50 à 35.38** % d'autotrophes et le reste des hétérotrophes ; par contre la composition de l'inoculum *ES2* n'a pas pu être déterminée vu l'effet de l'inhibiteur de la nitrification, décrit ci-dessus.

Par conséquent la comparaison de l'activité des deux inocula sera faite par rapport à l'activité respiratoire totale exogène.

Deux injections à faible rapport (So/Xo: 0.01 g DCO/g MVS) du substrat binaire, ont été pratiquées en utilisant les deux types d'inoculum.

Le Tableau V. 6 rassemble les paramètres identifiés et caractérisant l'activité respiratoire des deux inocula, avec l'illustration sur les Figure V.7 et Figure V.8.

En plus de la caractérisation morphologique nettement différente des deux inocula, leur activité respiratoire est également distincte. Ceci peut être constaté à travers la quantité d'oxygène consommée et l'OURexomax atteint pour l'*ES2* qui est le double de celui pour *ES1*.Notons également que le taux de minéralisation de l'inoculum *ES2* est moins important que l'inoculum *ES1*; en effet les âges des boues sont différents (STEP de *CHELGHOUM LAID* fonctionnant à moyenne charge et celle d'*IBN ZIAD* à aération prolongée).

	So/Xo : 0.01 gDCO/gMVS	
Paramètres	ES1	ES2
Send $(mg.L^{-1})$	6.1	7
OURend $(mg L^{-1} h^{-1})$	22.2	18.06
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a}\;(h^{-1})$	7.92	9.505
Tr (min)	53	57
Trmax (min)	15	15
$OURexo max (mg L^{-1}h^{-1})$	28.65	60.544
$\mathbf{Q}_{\mathbf{T}}(mg.L^{-1})$	20.52	42.72



Figure V.7. Réponse respirométrique des deux inocula *ES1* et *ES2* à une injection à faible rapport S_0/X_0





Pour conclure, l'activité respiratoire de l'inoculum ES2 est nettement plus importante que celle de l'inoculum ES1, ceci aura un impact très important sur les potentialités des deux édifices microbiens à répondre aux différents dysfonctionnements qui seront imposés dans les prochaines parties de cette étude.

VI. Déroulement des tests respirométriques pour une eau usée urbaine

Afin de confirmer que l'eau usée synthétique utilisée dans ce travail est proche de l'eau usée urbaine de Constantine, des tests respirométriques ont été réalisés sur cette même eau usée urbaine. En effet, un échantillon d'eau usée urbaine prétraitée a été collecté de la STEP *d'IBN ZIAD* et injecté dans le respiromètre à faible rapport S_0/X_{0} ; une faible réponse respirométrique a été obtenue et illustrée sur la **Figure V.9**.

Les constantes bio-cinétiques caractérisant l'eau usée sont regroupées dans le **Tableau V.7**, elles sont très proches de celles déterminées pour l'eau usée synthétique utilisée, avec le même rapport S_0/X_0 (0.04 mg DCO/mg MVS)(Tableau V.4). Ceci nous permettra de généraliser les conclusions, à l'eau usée urbaine de Constantine, arrivant à la STEP d'*IBN ZIAD*.

So/Xo: 0.048 gDCO/gMVS							
Paramètres	ES1						
Send $(mg.L^{-1})$	7						
OURend $(mg L^{-1} h^{-1})$	2.82						
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a}\;(h^{-1})$	1.48						
Tr (min)	59						
Trmax (min)	14						
$OURexo max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	6.56						
$\mathbf{Q}_{\mathbf{T}}(mg.L^{-1})$	5.56						
Yo/s (mg d' O_2 (mg DCO) ⁻¹)	0.328						
$\mathbf{Y}_{\mathbf{H}} (\text{ mg MVS} (\text{mg DCO})^{-1})$	0.67						
$\boldsymbol{\mu}_{\mathbf{m}\mathbf{H}}(\boldsymbol{j}^{-1})$	0.59						

Tableau V.7. Paramètres identifiants l'activité respiratoire de l'inoculum *ES1* après injection

 d'une eau usée urbaine prétraitée



Figure V.9.Réponse respirométrique et évolution temporelle de la respiration exogène de l'inoculum *ES1* après injection d'une eau usée urbaine

Partie2 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la première approche : identification du phénomène de défloculation

Les eaux usées domestiques ont généralement une composition constante et contiennent rarement des composés inhibiteurs de la biodégradation. En revanche, les effluents industriels sont caractérisés comme des mélanges complexes avec des concentrations variables de polluants et de substances inhibitrices, tels que les métaux lourds, les sels, les composés organiques volatils, les substances organiques poly-aromatiques et poly-chlorées, pouvant affecter les performances du système (*Kungolos A (2005)*).

Parmi les anomalies constatées lors des différentes visites et l'étude des archives des deux STEPs considérées, le by-pass des effluents non conformes vers le milieu récepteur représente en termes temps de fonctionnement, un fort pourcentage. Il vient en premier, suivi des perturbations de l'aération qui sont évaluées à partir des données concernant les arrêts dus à la maintenance et aux coupures de l'alimentation électriques.

Le by-pass des effluents non conformes est une pratique qui est normalement interdite par la loi, cependant elle est admise en cas de force majeure. Cependant, au vu de son taux une solution radicale doit être trouvée. Elle représente elle-même un dysfonctionnement, de même si cet effluent est admis dans la STEP, il causera probablement des dysfonctionnements du système de traitement des eaux usées.

Les dysfonctionnements dus à ces deux causes principales seront étudiées en batch en utilisant les biomasses *ES1* et *ES2*.

VII. Les effluents non conformes

Les effluents industriels présentent souvent un large spectre de polluants chimiques : composés à l'état solide ou dissous, matières organiques et minérales, métaux, hydrocarbures, solvants, polymères, huiles, graisses, sels, etc. Cette grande diversité requiert une approche spécifique dans le traitement pour chaque type d'effluent. Les innovations technologiques sont déterminantes pour optimiser la dépollution de ces effluents industriels multiples et complexes, avec une attention particulière pour les effluents salins, qui tiennent une part importante dans de nombreuses industries et sont très complexes à traiter.

Ces effluents industriels peuvent affecter énormément les performances du traitement lors des déversements accidentels ou directs dans les réseaux d'assainissement, alimentant les STEPs.

A partir des statistiques mentionnées au **chapitre I**, la non-conformité des effluents a représenté sur une période de **06 ans**, un pourcentage annuel variant de **0** à **12.05%** pour la STEP de *CHELGHOUM LAID* et de **4.38%** à **10.51%** pour celle d'*IBN ZIAD (Figure V.10)*. Il sera considéré dans cette étude, deux cas de déversements de composés susceptibles d'avoir un effet néfaste sur le système de traitement des eaux usées, à savoir le chrome et le sel.



Figure V. 10. Nombre des heures annuel recevant des influents non conformes dans la station *d'IBN ZIAD* et la station de *CHELGHOUM LAID*.

VII.1.Effet du déversement des effluents riches en chrome

Comme il a été cité dans le **chapitre II**, au pH proche de la neutralité, les PEC portent des charges négatives dues à l'ionisation de certains groupes fonctionnels anioniques, tels que les groupements carboxyliques et phosphoriques, sulfuriques et hydroxyles.

Les métaux agissent généralement comme des cations multivalents, s'adsorbant sur les sites négatifs ou anioniques, à la surface de la cellule bactérienne (**chapitre II**). En moyenne, la plupart des métaux sont adsorbés dans les cellules bactériennes au bout de **30 minutes**, entrainant une augmentation du poids et de la densité (*Gerardi M.H .,(2002)*). (**Figure V.11**).A l'intérieur de la cellule bactérienne (après absorption), les métaux attaquent les enzymes cellulaires. Cette attaque se produit souvent à l'endroit du groupe thiol (-**SH**) dans certains des acides aminés qui composent les enzymes protéiniques (*Gerardi M.H .,(2002)*).

Les métaux lourds, dans le processus de boues activées, inhibent les hétérotrophes et les autotrophes où les bactéries Nitrosomonas responsables de la conversion des ions ammonium en ions nitrites, sont plus tolérantes à la toxicité des métaux lourds que les bactéries Nitrobacters, ce qui provoque une accumulation des nitrites en solution (*Gerardi* M.H.,(2002)).

La toxicité des métaux lourds affecte non seulement les bactéries, mais aussi les protozoaires ciliés, les rotifères et les nématodes à vie libre. Cette attaque entraîne une diminution de l'activité ou une perte d'activité de ces organismes et une diminution du nombre de ces organismes lorsqu'ils sont transportés dans l'effluent final. Le chrome est une substance minérale susceptible d'inhiber le traitement et le rejet principal de nombreuses industries telles que les tanneries, les raffineries de pétrole, les industries de transformation des métaux, du verre et la photographie.

VII.1.1 Méthodologie expérimentale établie

Le chrome se trouve dans l'eau essentiellement sous forme oxydée ou à l'état ionique libre : le chrome trivalent (\mathbf{Cr}^{+3}) et le chrome hexavalent (\mathbf{Cr}^{+6}). Malgré que les normes de rejets liquides de ces industries existent et codifiées dans le journal officiel (*J.O(2006)*), des déversements illégaux dans les réseaux d'assainissement peuvent avoir lieu. Leurs effets sur le traitement biologique des eaux usées ont été évalués par la respirométrie selon le protocole ci-dessous :



Figure V.11.Mécanisme d'adsorption de métaux lourds (M^{+X}) sur le floc bactérien (*Gerardi M.H.*,(2002)).

- Après la mise à l'endogène pour éliminer le substrat exogène résiduel, la respiration endogène et le coefficient de transfert d'oxygène sont initialement déterminés ;
- Dés le retour à l'état endogène, une injection du substrat binaire sera effectuée à faible rapport S₀/X₀ et la respiration exogène est alors déterminée ;
- Une fois le substrat injecté est consommé par la biomasse, la concentration de l'OD tend à revenir à la concentration endogène ;
- Dés que l'état endogène est de nouveau atteint, le chrome sera introduit dans le respiromètre, sous forme de chlorure de chrome hexa hydraté (Cr Cl₃, 6H₂0), un temps de contact de 15 min est assuré avant la deuxième injection du substrat binaire.

VII.1.2. Présentations et interprétations des résultats obtenus

VII.1.2.1.Effets sur l'activité microbienne

Dans l'étude de l'effet du chrome, les tests ont été réalisés en utilisant le premier montage respirométrique à enregistrement graphique (**Figure IV .14 5 (a**)). Le calcul de la respiration exogène avant et après injection du chrome, sera déterminé manuellement à partir du respirogramme, sous format papier. L'enregistrement sur papier millimétré influencera certainement la précision des calculs établis. Un exemple du respirogramme obtenu est représenté sur la **Figure V.12**.



Figure V. 12. Respirogramme obtenu avant et après injection de 4 mg. L⁻¹ de Cr⁺³

L'inhibition est apparente dans tous les respirogrammes obtenus après injection du chrome (**AN.V.2**). Au début, la respiration exogène était estimée en utilisant les valeurs de la respiration endogène et du coefficient de transfert d'oxygène, déterminés dans les conditions de non inhibition. Les résultats sont représentés ci-dessous, bien qu'après ils aient été déterminés sous les mêmes conditions d'inhibition.

Les résultats obtenus à travers l'enregistrement sur papier ont montré une suroxygénation lors du retour à l'endogène, dépassant la concentration initiale à l'endogène, de **0.3** à **1.4** mg/L. Ceci est peut être dû au mode d'acquisition des données de l'oxygène dissous (enregistrement graphique très sensible aux variations de l'intensité d'électricité).

Pour les deux cas où les concentrations du chrome étaient de 0.5 et 4 mg.L⁻¹, la concentration de l'OD initiale à l'endogène, enregistrée, dépasse la concentration de saturation correspondante à la température de 20° C. L'erreur est certainement due au système d'enregistrement. Par conséquent, la respiration exogène ne pouvait pas être déterminée pour ces deux cas, mais, d'une manière générale, la réduction due à l'inhibition, était bien visible sur les respirogrammes enregistrés.

L'évaluation de l'effet des différentes doses testées sera réalisée en estimant le pourcentage de réduction \mathbf{R}_{T} selon (**Eq IV.37**). Les résultats obtenus sont regroupés dans le **Tableau V.8**.

L'injection de **0.1 mg/l** de chrome, ne réduit nullement l'activité microbienne au contraire à ce niveau de concentration, une légère augmentation est enregistrée. Lors de l'augmentation de la dose du chrome injecté (à partir de **1 mg.L**⁻¹), la réduction de l'activité s'est arrêtée autour de **50%**, comme montrée sur le **Tableau V.8**. Bien que cette réduction s'est

relativement atténuée avec l'augmentation de la dose de chrome injectée. A faible rapport S_0/X_0 , similairement au graphe de la **Figure V.12** ci-dessus, l'effet de l'ajout du chrome a réduit la respiration maximum et la consommation totale d'OD. La pente au début ne semble pas être affectée par l'ajout du chrome.

Tableau V.8. Pourcentage de réduction de la respiration totale en fonction des différentes doses de chrome injectées

Concentration du Cr^{+3} dans le respiromètre (mg.L ⁻¹)	0.1	1	10	30
R _T (%)	+18.75	-54.43	- 45.077	- 39.10

On rappelle que généralement à fort rapport S_0/X_0 , l'inhibition n'est pas apparente vu qu'elle est masquée par le processus de croissance de cellules, non affectées par l'inhibiteur.

Malgré la difficulté de l'enregistrement, les résultats obtenus sont relativement cohérents avec la littérature où *Ubay Cokgor .E.et al (2006)* ont estimé une toxicité de **50%** (EC50) pour une concentration de chrome de **60 mg.L⁻¹**. Ce niveau de toxicité est déterminé pour un rapport S_0/X_0 égal à **0.24 mg DCO/ mg MVS** et un temps de contact de **30 min**; EC50 déterminé dépend fortement du type de substrat injecté (facilement ou lentement biodégradable), par exemple EC50 déterminé après injection de Nickel, a augmenté de **33 mg.L⁻¹** en utilisant un substrat complet de peptone et d'extrait de viande, à **180 mg.L⁻¹** en utilisant une solution de glucose (*Ubay Cokgor .E.et al (2006)*).

Les expériences réalisées dans le cadre de l'évaluation de l'effet du chrome comportent beaucoup de contraintes et d'anomalies ce qui a réduit la fiabilité des résultats obtenus et nous a poussé à les considérer d'une manière plutôt qualitative.

VII.1.2.2. Effets sur la floculation microbienne

L'état de floculation /défloculation de la biomasse avant et après ajout de Cr^{+3} , a été apprécié uniquement à travers la visualisation microscopique, vu qu'en **2011** lors du lancement de ces expériences, le laboratoire ne disposait pas du CST mètre.

L'état de l'édifice microbien *ES1* durant cette période d'étude semble moins foisonné (faible taux de perturbation en aération et du déversement des effluents non conformes en (2011) par rapport aux autres années (**Figure V. 10**) et (**Figure V. 14**).

Les flocs microbiens peu denses et fermes présentent un **IF** variant entre 0 et 1. L'aspect est plutôt ouvert et irrégulier avec un liquide interstitiel moins limpide (présence de flocs de petite taille). L'ajout de 30 mg.L⁻¹ de Chrome, par exemple, ne semble induire aucune défloculation. La surface moyenne des flocs est inchangée, elle varie entre 122.3 μ m² et 31411.35 μ m²; de même l'état de floculation est semblable avant et après ajout de chrome, avec le même degré de porosité.

La forte présence des métaux lourds influe énormément sur l'état de floculation, les particules de floc peuvent devenir ovales, comme rapporté dans la littérature (*Gerardi M.H* .,(2002)). Ceci se produit parce que les bactéries chargées négativement sur la surface de la particule de floc, sont tirées plus étroitement ensemble. Ce phénomène n'a pas été constaté, pour les doses testées, dans la présente étude.





Figure V. 13. Visualisation microscopique de l'état de l'édifice microbien avant et après ajout de **30mg.L**⁻¹ de Cr⁺³ (état frais : agrandissement ×10) (inoculum *ES1*).

En présence de métaux lourds, l'activité et le nombre de protozoaires diminuent. Comme il a été cité précédemment dans le **chapitre IV**, l'inoculum *ES1* n'est pas riche en protozoaires malgré que la prolifération de ce type de microorganismes est plus importante dans le cas des STEPs fonctionnant en faible charge ou en aération prolongée (**Tableau II.2**).

VII.2. Effet du déversement des effluents riches en sel

La salinité d'un liquide se définit comme la somme des cations et des anions qu'il contient. Le principal sel présent, en quantité quasi inépuisable dans les mers, les océans, les lacs salés et les gisements de sel est le chlorure de sodium (NaCl).

Le sel est en effet un produit de première nécessité. Il est utilisé pour la conservation des aliments autant que pour la fabrication de produits chimiques tels que l'acide chlorhydrique, l'hydroxyde de sodium (soude caustique), le bicarbonate de sodium, etc. Les secteurs industriels de l'agro-alimentaire, de la chimie/pharmacie, du cuir, du textile et du pétrole sont de grands consommateurs de sel mais aussi d'importants auteurs de pollution saline.

La dégradation des effluents salins est donc une problématique qui touche à la fois le milieu industrialisé et l'environnement périurbain.

Le traitement des effluents salins s'effectue par voie physico-chimique, mais la voie biologique utilisée pour le traitement de la matière organique des effluents salins pourrait permettre de réduire le coût de la finition physico-chimique. L'épuration biologique de tels effluents ne peut s'effectuer qu'au moyen de micro-organismes tolérant les fortes concentrations en sel (halophiles). Ces micro-organismes de l'extrême, sont présents dans les océans, mais aussi dans des environnements hypersalins, tels que les marais salants ou les lacs alcalins (*Dincer.A.R et al (2001); Mariangel .L et al. (2008)*).

La survie et la diversité de ces microorganismes dans les effluents industriels hypersalins ainsi que leur capacité à dégrader la pollution organique carbonée, azotée et phosphorée, a été l'objet de nombreuses études ((*Intrasungkha. N et al. (1999*); *Dincer.A.R et al (2001*), *Campos. J.L et al. (2002)*; *Yu.S. M et al. (2002)*).

Différentes stratégies ont été utilisées pour améliorer l'efficacité du traitement et dépasser les problèmes causés par la présence de sel, principalement le problème de décantation, mais peu d'études ont quantifié l'effet du choc salin sur l'activité microbienne (activité endogène et exogène) (*Ingram, M (1940); Penertti, M.et al (2005)*).

Il faut différencier entre les bactéries halophiles et les bactéries halotolérantes. En effet, le terme « halophile » désigne les micro-organismes nécessitant la présence de sel (NaCl) dans le milieu pour leur croissance. En revanche, le terme « halotolérant » signifie que les microorganismes tolèrent différentes concentrations en sel durant leur croissance (**Tableau.V.9**). Le but de cette étude est d'évaluer l'effet des chocs salins injectés en pulsion dans le respiromètre, sur la respiration endogène des microorganismes puis sur la respiration exogène, après introduction du substrat binaire synthétique, donc d'évaluer la tolérance des microorganismes halotolérants à des déversements accidentels ou directs des effluents salins ; ceci simule les cas souvent rencontrés dans les STEPs sujettes à plusieurs fraudes .

	Na	aCl (M)	$NaCl(gL^{-1})$			
Catégories	Marge	Optimum	Marge	Optimum		
Halotolérant (non halophiles)	0–1	0 <0,2	0–60	<10		
Légèrement halophiles	0,2–2,0	0,2–0,5	10–115	10–30		
Moyennement halophiles	0,4–3,5	0,5–2,0	25-200	30–115		
Extrêmement halophiles "limite "	1,4–4,0	2,0–3,0	80–230	115–175		
Extrêmement halophiles	2,0–5,2	>3,0	115–300	>175		

Tableau. V	/.9.	Classification	des	microor	ganismes	Halophiles
------------	------	----------------	-----	---------	----------	------------

VII.2.1.Méthodologie expérimentale établie

Afin de quantifier les effets de l'ajout de sel sur l'activité microbienne, la démarche expérimentale utilisée sera basée sur ce qui suit :

- Après la mise à l'endogène, les respirations endogène (OURend) et exogène (OURexo) seront initialement déterminées après injection du substrat binaire à faible rapport S₀/X₀.
- Des doses croissantes de sel sont introduites dans le respiromètre avec un temps de contact de **15 min** avant de reprendre l'expérience respirométrique.
- Une ré-détermination de l'OURend puis une deuxième injection est appliquée et l'OURexo est de nouveau estimée. En effet les calculs utilisent l'OURend inhibé contrairement à l'étude de l'effet du chrome où l'OURend non inhibé a été utilisé.

La Figure V.14 illustre la démarche expérimentale adoptée.

VII.2.2.Présentations et interprétations des résultats obtenus

VII.2.2.1.Effets du stress salin sur l'activité microbienne

L'évaluation de la respiration endogène et la quantité d'oxygène consommée avant et après ajout du sel permet d'apprécier l'effet de l'ajout des différentes doses sur l'activité globale endogène et exogène des microorganismes autotrophes et hétérotrophes.



Figure .V.14. Respirogramme obtenu avant et après ajout du sel

VII.2.2.1.1.Effets du stress salin sur l'activité microbienne de la biomasse (ES1)

L'analyse des résultats expérimentaux obtenus a permis d'évaluer la capacité des microorganismes à supporter les différents niveaux de concentration de sel utilisés.

La **Figure V.15** représente des exemples de respirogrammes illustrant l'effet de l'injection de différentes doses de sel testées sur la consommation d'oxygène et la **Figure V.16** illustre les respirations exogènes correspondant aux données de la **Figure V.15** avant et après chaque injection.

Le mode d'inhibition du sel est différent de celui du chrome, les sels affectent l'activité microbienne en agissant sur le milieu et sur le microorganisme :

- En réduisant la solubilité maximale de l'oxygène et de son taux de transfert (*Van't Riet .K et al (1991)*), ce qui limite sa disponibilité et, donc, une réduction de l'activité microbienne.
- Les sels s'adsorbent sur les parois cellulaires (porines) et bloquent, par conséquent, l'adsorption et la diffusion des substrats nécessaires pour l'activité, la croissance et la viabilité microbienne.



Figure V.15. Exemples des Respirogrammes obtenus avant et après injection de différentes doses de sel $1g.L^{-1}$ et $3 g.L^{-1}$ (inoculum *ES1*)

L'ajout de sel a réduit significativement l'activité microbienne :

- Un affaiblissement de la quantité d'oxygène consommée s'amplifie quand la concentration de sel augmente. La réduction de la respiration exogène des microorganismes passe de 21.22% à 98.1 %, quand la dose augmente de 1 g.L⁻¹ à 10 g.L⁻¹ respectivement. Une inactivité presque totale a été constatée pour une concentration de 10 g.L⁻¹ de sel.
- Aucune lyse ou relargage des constituants des PEC ou des constituants des microorganismes n'a été enregistrée, du fait qu'aucune augmentation dans la respiration endogène n'a été constatée (Tableau V.10), ainsi qu'aucune défloculation n'a été visualisée. L'effet sur la respiration endogène ne suit pas une forme régulière, contrairement à la respiration exogène, à cause de la variété des ajustements métaboliques dus à l'état des microorganismes (dormance, lyse, sporulation, ect.),contrairement à la respiration exogène où seuls les microorganismes actifs y participent (*Lavallée .B. (2000)*).
- L'effet de l'ajout de sel sur le pourcentage de réduction de la respiration maximale est important (91.55 % pour une injection de 10 g.L⁻¹), avec une forte corrélation (Figure V.17).
- L'ajout de sel affecte également le temps Tr. En effet, il a augmenté de 41.42% et 45.65 %, par rapport à l'échantillon sans sel, quand les doses de sels injectées sont respectivement de 7 et 10 g.L⁻¹.



Figure V.16. Effets des différentes injections de sel ($1g.L^{-1}$, $3 g.L^{-1}$, $7 g.L^{-1}$) sur la respiration exogène de l'inoculum *ES1*

Tableau V. 10. Effets des différentes injections en sel sur les respirations endogène etexogène de (*ES1*)

Dose de sel injecté (g.L ⁻¹)	1	3	7	10
Salinité correspondante (%)	1.6	4.1	7.9	12.7
R _{end} (%)	-20.23	0	- 0.99	-74.53
R _{exo} (%)	-21.22	-24.62	- 60.11	-98.1



Figure V.17.Effets des différentes injections de sel sur la réduction de la respiration maximale de l'inoculum *ES1*

VII.2.2.1.2.Effets du stress salin sur l'activité microbienne de la biomasse (*ES2*)

La même procédure expérimentale que précédemment (Paragraphe **VII.2.1.**) a été appliquée pour *ES2* où la biomasse *ES2* semble être plus résistante au choc salin que *ES1* du fait que :

- La respiration endogène augmente légèrement pour les deux premières concentrations testées (1 g.L⁻¹ et 3 g.L⁻¹) (Tableau V. 11).
- La courbe de désaération perd complètement de sa linéarité quand la dose de sel injectée augmente. Ceci est nettement apparent pour la dose de 15 g.L⁻¹. En effet, la linéarité de la courbe de désaération est influencée par l'activité microbienne (Figure.V.18) comme développé dans le paragraphe (II.2) du présent chapitre.
- Pour un niveau de concentration de 10 et de 15 g.L⁻¹, la réduction de la respiration exogène n'atteint que 54.36 % et de 78.41 % respectivement (Figure.V.19) alors que pour *ES1* à 10 g.L⁻¹l'activité est presque nulle.
- De même pour la respiration maximale,, qui est moins influencée que pour *ES1*. Elle a atteint, pour *ES2*, une réduction de 67.29 % pour la concentration de 15 g.L⁻¹ (Figure V.20).
- Par contre l'effet sur le temps **Tr** est ambivalent, où pour certains cas la réduction de ce dernier est constatée et pour d'autres cas, une augmentation en résulte.



Figure.V.18.. Exemples des Respirogrammes obtenus avant et après injection de différentes doses de sel 3 g.L^{-1} , 7 g.L^{-1} et 15 g.L^{-1} (inoculum *ES2*)





Figure V.19. Effets des injections de sel 1 g.L^{-1} , 3 g.L^{-1} et 7 g.L^{-1} en sel sur la respiration exogène de l'inoculum *ES2*



Figure V.20. Effets des différentes injections de sel sur la réduction de la respiration maximale de l'inoculum ES2

Tableau V. 11. Effets des différentes injections en sel , sur les respirations endogènes et exogènes de (ES2)

Dose de sel injectée (g. L ⁻¹)	1	3	7	10	15
Salinité correspondante (%)	1.9	4.3	7.9	12.7	17.7
R _{end} (%)	+ 6.06	+ 6.45	- 2.91	-26.13	-19.19
R _{exo} (%)	-35.67	-35.35	-57.14	-54.36	-78.41



Figure .V.21. Évolution temporelle de l'oxygène dissous et la respiration exogène correspondante avant et après injection de 10 g L⁻¹ de sel, à la boue *ES1* et *ES2* (étude comparative).

Le niveau de réaction au sel est différent pour les deux inocula *ES1* et *ES2* et la **Figure** .V.21. illustre clairement cette distinction qui peut être due à :

- La nature de l'inoculum *ES1* ,plus riche en filaments qu'*ES2* (surface d'échange plus importante dans le cas des filaments) ;
- L'activité des édifices où l'inoculum ES2 est initialement plus actif que l'inoculum ES1.
- La constitution des édifices, l'inoculum *ES1* est plus riche en hétérotrophes qu'*ES2*, qui est plutôt de constitution majoritaire en autotrophes.

Pour améliorer la pertinence de toutes ces interprétations, les caractérisations par visualisation au microscope, la mesure de la turbidité du surnageant et les mesures du temps de succion capillaire par le CSTmètre ont été réalisées pour cette étude en batch.

VII.2.2.1.3 .Effets du temps de contact de la salinité avec la biomasse, sur l'activité microbienne de la biomasse (*ES2*)

Vu qu'à la concentration de **15 g.L⁻¹** de sel, *ES2* n'a pas atteint l'inactivité totale, il a été jugé utile d'augmenter le temps de contact de **15 min**, déjà testé, à **24H**. Les résultats sont comme suit :



Figure .V.22. Effet du temps de contact sur l'activité respiratoire après injection de **15** g.L⁻¹ de sel (inoculum *ES2*).

L'effet instantané après injection de **15 g.L**⁻¹ de sel réduit les activités endogènes et exogènes de **19.19 %** et **78.41 %** respectivement. Cette réduction s'accentue après un temps de contact de **24H** et atteint **45.45 %** et **89.94 %** pour les respirations endogène et exogène respectivement, bien que la forme du respirogramme n'a pas été très influencée.

En effet, en plus des effets cités précédemment et causés par la présence de sel, la différence de concentration en soluté des deux côtés de la membrane cytoplasmique génère un gradient de pression osmotique. Le libre passage des molécules d'eau à travers la membrane cellulaire, permet alors de réduire le gradient de concentration. En plus du passage des molécules d'eau, les bactéries peuvent augmenter leur concentration interne de soluté, par exemple par la production de potassium ou de sucre. Cet ajustement métabolique augmente avec la concentration de sel introduite et le temps de contact qui entrainerait un assèchement de la cellule microbienne et donc à une inactivation progressive.

VII.2.2.2.Effet du stress salin sur la défloculation des agrégats

L'état de floculation avant et après l'ajout de sel a été évalué principalement par trois paramètres, la turbidité du surnageant après une demi heure de décantation, les dimensions moyennes des flocs microbiens et le temps de succion capillaire (**chapitre III et IV**).

Les plus faibles valeurs du temps de succion capillaire et de la turbidité du surnageant correspondent à la meilleure qualité de boue.

L'équation (**III.1**) permet de quantifier la capacité de floculation. En revanche, en condition de dysfonctionnement, une défloculation peut se produire avec un pourcentage de défloculation pouvant être estimé selon l'équation (Eq V.9).

Le pourcentage de défloculation =
$$(\frac{TUR_E}{TUR_R} - 1) \times 100$$
 (Eq V.9)

Le pourcentage de déshydratation, résultant de l'agrégation des flocs est estimé selon l'équation (III.4) et donc le pourcentage d'hydratation en condition de désagrégation sera évalué selon l'équation (Eq V.10).

Le pourcentage d'hydratation =
$$\frac{CST_E - CST_R}{CST_R} \times 100$$
 (Eq V.10)

CST_R: Temps de succion capillaire de référence (s)

CST_E : Temps de succion capillaire de l'échantillon (s)

La présence de sel limite la décantation à une multitude de stades. Premièrement, la densité de l'eau salée est plus élevée que celle de l'eau douce, créant ainsi une plus grande résistance à la décantation par des forces de flottabilité plus élevées. Deuxièmement, des concentrations élevées de sels provoquent la plasmolyse cellulaire et la mort des microorganismes habituellement présents dans les eaux usées, en raison de l'augmentation de la pression osmotique, ce qui entraîne une réduction de la taille et de la densité des particules (*Kargi .F et al (1997)*). Troisièmement, l'hypersalinité est également connue pour réduire la quantité de bactéries filamenteuses qui jouent un rôle dans l'intégrité mécanique et la structure des flocons. Enfin, l'absence de protozoaires peut également influencer la turbidité des effluents. En effet, les protozoaires réduisent la turbidité des effluents en pâturant les micro-organismes,

mais il a été démontré que leur résistance aux chocs de salinité est limitée, ne survivant pas plus de **24 H** après un choc salin supérieur à **40 g**. L^{-1} (*Salvado.H et al. (2001)*).

a- Mesure de la turbidité et du pourcentage de défloculation

La turbidité initiale du surnageant après une demi heure de décantation avant injection de sel varie entre 23.1 et 49.9 NTU avec une valeur moyenne de 31.36 NTU et 27.97 NTU pour les biomasses *ES2* et *ES1*, respectivement.

L'introduction brusque de doses de sel a induit une augmentation significative de la turbidité du surnageant atteignant une défloculation de **238.44%** pour une concentration de sel de **15 g.L**⁻¹. En effet, pour l'inoculum *ES2* La défloculation augmente corrélativement avec la concentration de sel introduite dans le respiromètre (Figure V.23. (b)). Par ailleurs, pour l'inoculum *ES1*, l'état de défloculation est moins prononcé et moins corrélatif avec les doses de sel introduites et sera mieux interprété et bien compris, en procédant aux visualisations microscopiques (Figure V.23. (a)).



Figure .V.23.Pourcentage de défloculation en fonction de la dose de sel injectée, (a) : ES1,
(b) : ES2.

b- Mesure du temps de succion capillaire et du pourcentage d'hydratation

Différentes doses de sel sont ajoutées aux échantillons de liqueur mixte avec mesure du temps de succion respectifs en utilisant le CSTmètre. Ainsi, plus les boues seront dé-floculées, plus la diffusion du liquide interstitiel sera bloquée au travers du papier filtre, ce qui donne une valeur de CST de plus en plus grande, jusqu'à atteindre la valeur limite qui est celle de la défloculation totale des flocs.

La concentration initiale des matières en suspension des différents prélèvements effectués de l'inoculum *ES1* est 6.012 g.L⁻¹ et celle d'*ES2* varie entre 2.63 et 2.87 g. L⁻¹. Les valeurs du temps de succion capillaire seront standardisées par rapport à leurs concentrations en MES , puis les pourcentages d'hydratation seront estimés en se basant sur les valeurs du temps de succion capillaire standardisé moyennes qui sont de 3.02 s.L.g⁻¹ et 10.82 s.L.g⁻¹ pour *ES1* et *ES2* respectivement . Les CST standardisés moyens initiaux de l'inoculum *ES1* étaient très différents de ceux de l'inoculum *ES2*.

L'ajout de sel entraine une défloculation, donc, une diminution de la taille des flocs qui peut induire le colmatage du papier filtre et ainsi contribuer à l'augmentation de la valeur du CST, concomitamment, augmentant l'hydratation du milieu inter-particulaire.

En effet, selon les valeurs du pourcentage d'hydratation, il peut être avancé que l'hydratation d'*ES2* est plus importante que celle de *ES1*.



Figure .V.24.Pourcentage d'hydratation en fonction de la dose de sel injectée (*a*) : *ES1*, (*b*) : *ES2*.

c- Corrélation entre le pourcentage de défloculation et le pourcentage d'hydratation

Plusieurs travaux (*Turchiuli .etFargues .C (2004), More T.T et al (2012),...)* ont étudié l'effet du mécanisme de floculation sur le degré de compression et de réarrangement des flocs dans l'espace inter-particulaire et donc sur la déshydratation. Plusieurs corrélations ont été établies liant par exemple l'habilité à la floculation, au temps de succion capillaire, et au pourcentage de l'eau liée, le temps de succion capillaire et l'hydrophobicité, l'indice filamenteux et le pourcentage de l'eau liée ,etc. Cependant, toutes ces corrélations restent fortement dépendantes de la composition du floc et de sa morphologie (Bo Jin et al. (2004)).

Le pourcentage d'hydratation et la capacité de défloculation sont positivement corrélés dans le cas de l'effet de l'ajout de sel à l'inoculum *ES2* (coefficient de corrélation \mathbf{R} : 0.999) comme montré sur la Figure.V.26. Cependant, celle concernant le cas de l'inoculum *ES1*, est légèrement inversement corrélée (coefficient de corrélation \mathbf{R} : - 0.67) comme représenté sur la Figure V.25.



Figure.V.25.Corrélation entre les pourcentages de défloculation et d'hydratation pour les différentes doses de sel injectées (*ES1*)



Figure .V.26 Corrélation entre la capacité de défloculation et d'hydratation pour les différentes doses de sel injectées (*ES2*).

d- Visualisations microscopiques et calcul des dimensions des flocs

Le changement de densité et de forme du floc a été observé par coloration au bleu de méthylène. Des séries de **15-20** images ont été réalisées sur chaque échantillon de boue prélevée et les images acquises analysées à l'aide du logiciel ' **Infinity Analysis' (lumenera coorporation).**

> Pour l'inoculum ES1

La totalité des prises réalisées pour l'inoculum *ES1* durant cette période d'étude révèle un état des flocs semblables à celui décrit par *(Gerardi M.H .,(2002))*. Les particules chargées négativement à la surface du floc sont attirées plus étroitement ensemble. Ceci peut se produire lors de l'ajout de coagulants (sulfate d'aluminium ou chlorure ferrique ou autre), ou à cause d'un déversement important de métaux chargés positivement. La présence importante des filaments augmente l'ossature de ces flocs.

La station d'épuration, durant la réalisation de cette partie d'étude, a connu l'arrivée d'effluents non conformes, pendant une durée annuelle de **921 Heures.**

Les flocs sont de forme ovale, fermes ou denses avec un bleu foncé et ne présentent aucune ouverture ni pore (FigureV. 27 (a), (b),(c)). Des bactéries individuelles ou de petits flocons sont observés dans le liquide interstitiel, avant l'ajout du sel.

L'ajout de sel a induit peu de défloculation, en apparence, avec toutefois une forme linéaire maillée qui s'est allongée en remontant à la surface, due probablement à l'augmentation de la densité de l'eau induite par l'ajout de sel. Le liquide interstitiel devient plus limpide (**FigureV.27(d)**, où la turbidité du surnageant est assez importante, due essentiellement à la remontés des flocs, à constitution en majorité filamenteuse (**IF** égale à **5**) et non à la défloculation de ces flocs (**FigureV.27 (e)**). Ceci explique aussi les valeurs du pourcentage d'hydratation, peu influencées par l'ajout de sel.

La présence en excès de filaments dans l'inoculum *ES1* a, d'une part réduit significativement l'activité à cause de l'importance du rapport surface / volume (A/V) par rapport aux flocs, et d'autre part, moins influencé la défloculation (l'hydratation), par rapport à l'inoculum *ES2*.



(a) ×10





(d) ×10



(c) ×10

(e) ×20

Figure .V.27. Visualisations microscopiques de la liqueur et du surnageant après une demi heure de décantation (inoculum *ES1*) (*a*), (*b*), (*c*) état initial avant addition de NaCl (liqueur), (*d*) après addition de **05 g. L⁻¹** de NaCl (liqueur), (*e*) après addition de **05 g. L⁻¹** de NaCl (surnageant) (coloration bleu de méthylène).

> Pour l'inoculum ES2

Initialement les diamètres moyens des agrégats avant ajout de sel varient entre 33 et 106 μ m avec prédominance des grands agrégats et un liquide interstitiel très limpide (Figure .V.28 (a) et (d)).

La taille des flocs s'est réduite après ajout des différentes doses de sel, mais elle est moins marquée pour les concentrations allant jusqu'à **10 g.L**⁻¹.

Par contre elle est plus apparente dans le cas de l'ajout de 15 g.L⁻¹ (Figure .V.28 (b)) où les diamètres moyens des agrégats varient entre 0.25-48 μ m et le liquide interstitiel est encombré par les petits flocs de diamètre moyen entre 0.25-6 μ m.

Parallèlement les visualisations microscopiques du surnageant après une demi heure de décantation témoignent de la présence de très nombreuses particules colloïdales dans le surnageant (**Figure .V.28** (c)), Les modifications engendrées sont plutôt la conséquence de

modifications d'ordre structurelle, la diminution de la taille des flocs essentiellement. Ceci concorde avec les résultats obtenus des pourcentages de défloculation et d'hydratation estimés. La composition des édifices biologiques conditionne fortement leurs réponses aux différents niveaux de stress salin imposés.



Figure.V.28 .Visualisations macroscopiques et microscopiques de la liqueur et du surnageant après une demi heure de décantation (inoculum *ES2*), (*a*) avant addition de NaCl (liqueur), (*b*) après addition de **15 g. L**⁻¹ de NaCl (liqueur), (*c*) après addition de **15 g. L**⁻¹ de NaCl (surnageant), (*d*) avant addition de NaCl (surnageant) (coloration bleu de méthylène. (Agrandissement \times 20)).

VIII. Effet du stress d'aération

Le deuxième facteur déclenchant ou aggravant un dysfonctionnement biologique est la sousaération au niveau des bassins biologiques où les aérateurs de surface assurent l'oxygénation en plus du brassage et de l'homogénéisation du réacteur. Toute sous aération ou arrêt prolongé (supérieur à **02 heures**) de l'aération, engendrent d'immenses problèmes au niveau des décanteurs secondaires.

Le nombre des heures de perturbation de l'aération durant les six années de suivi pour les deux STEPs étudiées, est représenté sur la **Figure V. 29**. Les troubles en aération réduisent significativement la concentration de l'OD, à des niveaux même inférieurs à **01 mg**.L⁻¹, dans les bassins aérobies. Différents impacts ont été constatés, qui dépendent principalement de la durée et de la cadence de ce stress.

La station *d'IBN ZIAD* a connu des perturbations annuelles variant entre **190 H** et **672 H**, qui sont causées principalement par les coupures en électricité et les pannes électromécaniques, qui présentent des taux annuels variant entre **2.16** et **7.67 %**. Les perturbations en aération peuvent être, aussi, causées par le mode d'exploitation des aérateurs de surfaces, basé sur un programme d'aération alternée (air-on/air-off) (chapitre I) et non sur des automatisations à l'aide de sondes d'oxygène intégrées (seuil min et max). Ce mode d'exploitation imprécis peut induire des sous-aérations. Les conditions d'aération doivent être optimisées pendant les heures de pointe et en fonction de la charge à traiter.

La station de *CHELGHOUM LAID* a présenté des perturbations en aération plus importantes variant de **576** et **1440** H, équivalentes à des taux annuels variant entre **6.57** et **16.43** %.

Plusieurs études ont été menées, quantifiant l'effet des stress d'aération sur les performances des stations d'épuration (dégradation du substrat carboné, la nitrification, ect.) en utilisant différents types de réacteurs biologiques (*Mosquera-Corral .A et al (2005), Jianhua.G et al (2009)*).

Atteindre une certaine performance d'épuration avec peu de consommation d'oxygène a été le souci de plusieurs chercheurs, vu que des concentrations en oxygène dissous de **2 mg/l** ou plus, doivent être assurées pour éviter la prolifération de microorganismes filamenteux (*Chachuat .B et al (2005)*). En revanche l'augmentation incontrôlée de l'OD implique un gaspillage de la consommation d'électricité pour l'aération qui représente **40 à 50%** de la consommation totale d'électricité de la STEP (*Jian-Hua .G et al (2010)*).

Les longues périodes de stress en oxygène (OD entre 0.5 et 2 mg.L⁻¹) (des jours ou des semaines), mènent à la prolifération de bactéries filamenteuses (*jenkins.D et al (1993), Gaval* .*G et al (2003)*), par contre la défloculation des flocs microbiens est la conséquence des courtes périodes de stress (*Starkey .JE et al (1984)*, *Wilen. BM et al (1998)*.

Les filaments pouvant proliférer à des faibles concentrations en oxygène ((*Gerardi M.H*,(2002)) sont les suivants :

- Haliscomenobacter hydrossis
- Microthrix parvicella
- Sphaerotilus natans
- Type 1701

Les microorganismes ont développé des mécanismes de survie qui leur permettent en pénurie de substrat, de maintenir leur activité, mais avec un taux de croissance beaucoup plus faible. Ces mécanismes sont conceptualisés sous les termes de maintenance, de respiration endogène ou de mort - régénération de la biomasse.



Figure V.29.Nombre annuel d'heures de perturbation en aération dans la station *d'IBN ZIAD* et la station de *CHELGHOUM LAID*.

Le premier concept exprime l'utilisation du substrat exogène ou endogène par la biomasse pour produire une énergie de maintenance , le processus de respiration endogène correspond à une oxydation des composés intracellulaires par la biomasse, issus du substrat exogène ou des constituants même de la cellule ; or le concept mort - régénération correspond à la lyse des cellules entrainant d'une part le relargage des produits inertes (fraction minimale) et d'autre part, la production du substrat hydrolysable utilisé pour la production de nouvelles cellules.

Le concept de respiration endogène n'a pas été introduit initialement par *Monod.J (1949)*, car il considérait ce problème tout à fait différent de la croissance et insistait sur le fait qu'il devait être analysé de façon indépendante.

Le concept de respiration endogène fut introduit par *Herbert.D (1958)*. Il tire son origine d'expérimentations effectuées en chémostat. La méthode expérimentale utilisée se réfère aux caractéristiques générales de la biomasse, c'est-à-dire, le suivi de la concentration de la biomasse et du substrat.

La constante de dépérissement est identifiée par \mathbf{K}_{d} pour l'ensemble de la biomasse (*Tchobanoglous .G et al (1991); Desjardins,MA(1986)*), soit par \mathbf{b}_{H} ou \mathbf{b}_{A} pour la biomasse active hétérotrophe ou autotrophe respectivement (*Grady .P.C.L et al (1974); Henze .M et al (1986*)).

Les méthodes d'évaluation du taux de dépérissement sont basées principalement sur la mesure de la respiration endogène. *Lavallée .B. (2000)* a démontré que cette respiration et par conséquent le taux de dépérissement des hétérotrophes, sont largement influencés par la concentration ou par la présence du substrat. *Lavallée .B. (2000)* a également pu distinguer entre le taux de dépérissement en carence de substrat (\mathbf{b}_{Hend}) et en présence de substrat (\mathbf{b}_{Hend}) malgré que l'accès expérimental n'a pas été achevé.

Différents ajustements métaboliques se produisent au cours de la respiration endogène, la constante de dépérissement mesurée inclut plusieurs phénomènes. Ces derniers ne constituent pas nécessairement une diminution de la quantité de biomasse vivante, mais incluent potentiellement une réduction du pouvoir respiratoire de la biomasse et différents processus de sporulation ou de dormance des bactéries. La respiration endogène est fortement conditionnée par l'origine de la boue et donc des conditions de fonctionnement de la STEP.

Dans la présente étude, la respirométrie sera utilisée pour quantifier l'effet de ces perturbations en aération sur l'activité microbienne, mais en condition endogène, puisque la détermination de la respiration endogène ne perturbera pas le programme expérimental de l'étude de l'effet du stress de l'aération.

Les questions qui se posent sont : est ce que la respiration endogène pratiquée en permanence par les microorganismes sera-t-elle influencée par les perturbations en aération, et à quel niveau, ces perturbations entraineront-elles une réduction du pouvoir respiratoire, une inactivation totale de la biomasse ou une lyse bactérienne ?

VIII.1.Méthodologie expérimentale établie

Un volume de **900 ml** de liqueur *ES1* fraichement prélevée, est placé dans la cellule respirométrique et est mis à l'endogène (carence en substrat exogène). Puis la respiration endogène est initialement déterminée (*R.Zamouche-Zerdazi et al (2014)*) (Figure V.30) (régression sur le tronçon linéaire seulement, pas toutes les données), un stress d'aération est appliqué en injectant de l'azote pur pour atteindre des concentrations en oxygène dissous OD $\leq 0.1 \text{ mg/l}$. En appliquant différents programmes de stress, la respiration endogène est de nouveau re-déterminée. Les taux de réduction de la respiration endogène dans le respiromètre seront également évalués selon l'équation (*Eq IV.36*).

Le taux de réduction sera estimé et représente une indication sur les différents ajustements métaboliques qui se sont produits au cours de la respiration endogène des autotrophes et des hétérotrophes en parallèle.



Figure.V.30. Représentation graphique pour l'estimation de la respiration endogène (OURend)

VIII.2.-Etablissement des conditions opératoires

Un essai a été réalisé dans le but d'apprécier la variation du pH lors de l'injection de l'azote à faible pression **1.5 bars**. L'introduction de ce gaz inerte, inodore et incolore entraîne une diminution de la température de la liqueur, ce qui abaissera le pH. Cependant une légère

augmentation de l'ordre de 0.5 a été constatée et qui résulte apparemment de la purge de CO_2 par le flux de gaz, qui a pour conséquence une diminution de la concentration en bicarbonates. (**Figure.V.31**). Cette légère augmentation du pH ne justifiera donc pas l'ajout de solution tampon.



Figure. V.31. (*a*) Variation de la température en fonction du temps lors de l'injection d'azote, (*b*) Variation du pH en fonction du temps lors de l'injection d'azote.

VIII.3. Présentations et interprétations des résultats obtenus

VIII.3. 1.Effets sur l'activité microbienne

VIII.3.1.1.Effet de la durée des stress d'aération sur la respiration endogène totale (ES1)

Les respirations endogènes ont été estimées sous des conditions endogènes et non sous des conditions exogènes.

Avant l'application de ces différents programmes d'expérimentation, il semble nécessaire de vérifier si les ajustements métaboliques, en condition endogène sans stress d'aération, exercent une influence significative sur l'évaluation de la respiration endogène (**Figure** .V.32). La respiration endogène par exemple de la 3^{ème} régression linéaire effectuée ne diffère de la première que de 8.5 %, malgré que le temps écoulé soit plus de 4 heures. Cette légère augmentation est due à la respiration exogène du substrat piégé dans la matrice cellulaire en condition aérobie, contribuant à l'augmentation par la suite de la respiration endogène.

Donc après sa mise à l'endogène, la respiration endogène de l'inoculum *ES1* est initialement déterminée ; il est par la suite soumis à une aération stable et continue pendant une longue période, sans ajout de substrat, avec la ré-estimation de la respiration endogène.



Figure .V.32. Respirogrammes obtenus pour la détermination de la respiration endogène en conditions non stressées



Figure .V.33. Respirogrammes obtenus pour les différentes durées de stress appliquées *(ES1)* Une durée de stress variant de **1** à **17** heures a été appliquée et les résultats de la réduction de la respiration endogène sont regroupés dans le **Tableau V.12**.

Le phénomène d'affaiblissement de la pente (respiration endogène) s'amplifie rapidement lorsque la durée dépasse une heure de temps (**Figure V.33**). Pour de très longues durées (**17H**), la respiration augmente soit à cause de la lyse bactérienne accompagnée de la libération de composés intracellulaires, ou à la désorption des constituants des **PEC** dans le liquide interstitiel.

|--|

Durée de stress	1h	2 h.30 min	5h	17h
R _{end} (%)	- 29.03	- 30.52	- 75.28	+ 36.309

Li .B et al (2004) assurent que la diffusion de l'oxygène dissous dans un biofilm est **20 %** plus faible que dans une eau pure. *Yong Li et al (2005)* rapportent que la diffusion de l'oxygène est beaucoup plus influencée par la morphologie microbienne (diamètre du floc) dans les systèmes aérés, que la diffusion du substrat. En effet, pour un rayon de floc de **0.1 mm,** la diffusion dans le floc bactérien, de l'oxygène et du substrat considéré, est complète. Par contre la diffusion de l'OD devient limitée pour des rayons dépassant les **0.5 mm.**

La profondeur de pénétration de l'**OD** diminue de **280** à **100** μ m pour une augmentation du rayon du floc de **0,1** à **1 mm** (*Yong Li et al. (2005)*).

Des constations similaires ont également été rapportées par *(Eikelboom, D. H. (2000))*, où les flocs de rayons inférieurs à **0.4 mm** sont aérobies, jusqu'à leurs centres, pour des concentrations en oxygène dissous égales à **2 mg.L**⁻¹, dans les bassins d'aération. Par contre pour des flocs plus grands, les centres sont dépourvus d'oxygène et par conséquent, une dénitrification peut avoir lieu. Une réduction de la concentration en oxygène dans les bassins d'aération, augmentera cette portion anaérobie.

VIII.3. 1.2.Effet du nombre de répétition des stress d'aération sur la respiration endogène totale (*ES1*)

La même démarche expérimentale a été adoptée (paragraphe VIII.1, chapitre V,) mais en variant le nombre de répétitions du stress de 1 H de temps. Cette démarche simule le cas souvent rencontré dans les STEPs (coupures successives d'électricité dans la même journée) (Figure .V.34).Les constations permettent de déduire que la durée du stress d'aération a moins d'effet que la répétition successive de ce dernier, sur la réduction de l'activité des

microorganismes en condition endogène. La répétition du stress d'aération engendre plus rapidement la lyse des microorganismes ou le relargage des constituants des PEC. En effet trois stress consécutifs de **1H** de temps causent déjà une lyse ou un relargage important des constituants des PEC. L'effet de ces derniers est proche de celle causée par une très longue période de stress (**17H**) (**Tableau V. 13**).

Tableau	V.	13.	Effet	du	nombre	de	répétition	des	stress	ď	aération	sur	la	respiration	endog	ène
							1							1	0	,

Cadence de stress	1 seul stress de	2 stress consécutifs de	3 stress consécutifs de		
	01heure	01heure	01heure		
R _{end} (%)	- 29.03	- 17.47	+26		



Figure .V.34. Respirogrammes obtenus pour les différents programmes de stress appliqués (effet de la répétition de stress) *(ES1)*
VIII.3. 1.3.Effet du stress d'aération sur la respiration endogène totale (ES2)

Le même protocole expérimental a été appliqué avec l'inoculum *ES2* pour deux durées de stress de **1 heure** et **20 heures** respectivement (**Figure .V.35**). Les courts et les longs stress d'aération semblent avoir un effet minimal sur l'activité microbienne et un taux de réduction ne dépassant pas **4%** est enregistré (**Tableau V. 14**). L'écart entre les valeurs du pourcentage de réduction de la respiration endogène de la biomasse *ES1* et *ES2* obtenu, pourra nous donner une indication de l'influence de l'état de floculation et de la constitution des édifices microbiens sur les ajustements métaboliques pouvant avoir lieu en situation de carence d'aération.

La biomasse *ES2* est plus résistante à ce type de stress ; l'état déjà stressé de la biomasse *ES1* la rend plus sensible à n'importe quel autre dysfonctionnement pouvant avoir lieu.

Tableau	V. 14.	Effet de	la durée	des stress	d'aération	sur la respirati	on endogène (ES2)
---------	---------------	----------	----------	------------	------------	------------------	-------------------

Durée de stress	1 seul stress de 01heure	1 seul stress de 20 heures
R _{end} (%)	- 3.97	- 3.66



Figure .V.35. Respirogrammes obtenus pour les différentes durées de stress appliquées (*ES2*)VIII.3. 2.Effets sur la floculation microbienne

Zang .Y (2008) rapporte que des stress relativement courts de **6 H**, peuvent mener à une défloculation microbienne entrainant une augmentation de la turbidité, des MES, un relargage des constituants des PEC sous forme de protéines, d'acides humiques et des polysaccharides.

Les conditions anaérobies dans le floc, entraineront la production d'acides organiques et de biogaz à l'intérieur du floc (*Yong.Li* (2008)), qui auront pour conséquence la diminution de la stabilité du floc et donc son ouverture ou sa cassure. De même, une portion significative des PEC peut être dégradée par leusr propres générateurs, en condition anaérobie, ceci entrainera un état plus poreux, donc faible, des structures microbiennes (*Wang.ZWet al* (2007)).

L'inoculum *ES1* se présente sous forme d'agrégats plus ouverts et filamenteux par rapport à l'inoculum *ES2*, selon la théorie de la diffusion (chapitre III, paragraphe V.2.5). Les filaments en situation de stress transpercent à l'extérieur du floc et prolifèrent hors de l'agrégat bactérien, pour accéder au substrat ou à l'oxygène. Cette carence en oxygène semble accentuer cet état d'ouverture de l'inoculum *ES1* (Figure .V.36), d'une part, à cause de la présence d'un bon nombre de filaments et, d'autre part, à cause de la libération des constituants piégés dans la matrice des PEC. Ceci est en concordance avec les valeurs de la respiration endogène obtenues après l'application du stress. L'état de floculation est presque perdu, les pores sont plus larges pour des stress en aération prolongé (17 H).

L'inoculum *ES2* est un flocage plus ferme, la présence minime de filaments ne conduit pas à son ouverture en situation de carence d'oxygène et donc à un relargage des constituants des PEC (**Figure .V.37**). De plus, les flocons fermes permettent un stockage plus important du substrat (couleur bleue foncée dans les flocs, après coloration au bleu de méthylène) et donc une respiration exogène minimale (condition endogène) des hétérotrophes, en condition d'anoxie.



(a)



Figure .V.36. (*a*) Aspect morphologique des flocs bactériens (*ES1*) avant stress, (*b*) Aspect morphologique des flocs bactériens (*ES1*) après un stress en aération de 17 heures (état sec, agrandissement $\times 20$)







(b)

Figure .V.37. (a) Aspect morphologique des flocs bactériens (*ES2*) avant stress, (b) Aspect morphologique des flocs bactériens (*ES2*) après un stress en aération de 20 heures (état sec, agrandissement $\times 10$)

Partie3 : Tests de dysfonctionnement en batch suivant la deuxième Approche, identification du phénomène de défloculation

IX. Effet du déversement des effluents riches en sel (approche2)

Comme il a été annoncé au début du chapitre, l'utilisation de la deuxième approche visera à réétudier l'effet de la salinité en considérant une boue bien conditionnée dans un micro-pilote afin de s'assurer de son uniformité (substrat synthétique, masse acclimatée, température...) pendant tous les tests entrepris.

L'utilisation d'un micro pilote alimentant les tests respirométriques permettra :

- d'éviter la variation de la composition de la flore microbienne utilisée dans les essais respirométriques;
- d'avoir un inoculum sein ayant une bonne activité ;
- de fixer les paramètres de fonctionnement du micro pilote tels que l'âge des boues, concentration des substrats, temps de séjour hydraulique...;
- d'utiliser un substrat synthétique complet ;
- appliquer des rapports S_0/X_0 proches de ceux utilisés dans les STEPs

IX.1. Méthodologie expérimentale établie

La méthodologie appliquée dans cette partie de l'étude est un peu différente de celle appliquée dans les expériences précédentes et les points de différence se résument principalement dans :

- Le sel sera introduit après l'ajout du substrat et non avant ;
- Un inhibiteur de nitrification autre que l'ATU sera utilisé ;
- Le suivi de la consommation du substrat durant les tests réspirométriques est assuré par l'intermédiaire de l'estimation de la **DCO**_S.
- La mise à l'endogène est réalisée par la procédure de lavage et non par une aération continue de la liqueur, vu que la durée d'expérimentation peut se prolonger de 10 à 15 H (rapport S₀/X₀ plus important égal à 0.2 mg DCO/mg MVS).

IX.2.Description du micro pilote

Le micro pilote consiste en un réacteur parfaitement agité et aéré, de **8** L de capacité. Il a été initialement ensemencé par une liqueur mixte prélevée au niveau de la station d'épuration locale. Ce réacteur était périodiquement alimenté de façon semi-continue par le mélange nutritionnel de composition constante (**AN.V.3**). Il fonctionnait avec un âge des boues de **12 j** et un temps de séjour hydraulique de **1.6 j** durant toute la période des tests.

Après la période d'adaptation, il fallait attendre que le fonctionnement du micro pilote atteigne l'état stationnaire pour pouvoir entamer l'expérimentation avec la boue (ES3). Elle était utilisée pour constituer la biomasse initiale de toutes les expérimentations en cuvées, dans le respiromètre.



Figure .V. 38. Photo du micro pilote utilisé pour l'alimentation des tests respiromètriques

IX.3.Mesure respirométrique

Les mesures respirométriques ont été réalisées dans un respiromètre de même type (LFS) (Applitek-Ra-Combo-lab) permettant l'acquisition instantanée de la respiration exogène des microorganismes considérés, un pas d'acquisition de 1 min est fixé (30 secondes pour la

mesure de chacune des concentrations de l'**ODin** et de l'**ODout**. La respiration sera estimée au bout de **1 minute**). L'étalonnage périodique de l'oxymètre intégré au respirométre avant chaque expérience est recommandé.



(a)



Figure .V. 39. (*a*) photo du respiromètre Applitek-Ra-Combo-lab , (*b*) Panneau d'affichage du respiromètre

IX.4.Inhibiteur de nitrification

Comme il a été noté dans le **chapitre IV**, l'ATU est en effet bien approprié pour inhiber la respiration autotrophique. En effet l'ATU intervient directement sur un cytochrome complexé avec un CU⁺ de la souche *Nitosornonas*. L'ATU bloque la respiration en occupant le site actif de l'enzyme en formant ainsi un complexe cytochrome-Cu-ATU (*Wood.B et al. (1981)*; *Bédard*.*C et al (1989)*), même pour une exposition prolongée à ce produit.

Toutefois 1'ATU n'a aucun effet sur la population hétérotrophe. Mais il semble qu'une exposition prolongée de la biomasse hétérotrophe à ce produit semble induire une adaptation métabolique qui débouche sur la dégradation de l'ATU par la biomasse (*Lavallée .B. (2000*)).

L'utilisation d'un produit inhibiteur non biodégradable semble plus indiquée pour des essais respirornétriques prolongés (**10-15 H**). L'inhibiteur de nitrification ' **formula 2533** ' noté aussi **TCMP** de constitution sulfate de sodium et de 2-chloro-6-trichlorornéthy1-pyridine sera utilisé .Cet inhibiteur intervient sur le même site du cytochrome que **1'ATU** (*Campel N. E. R. et al* (1965) ; *Bédard* .*C et al* (1989)).

Toutefois, les doses requises pour inhiber entièrement la respiration autotrophe est de **0.16 g** pour **300 ml** de liqueur (*Lavallée .B. (2000)*).

IX.5.Présentation et discussion des résultats

IX.5.1.L'expérimentation de référence

Une expérimentation de référence, sans ajout de sel, a été réalisée préalablement à celles effectuées avec l'ajout de sel, en vue de comparer les résultats obtenus dans les deux situations et ainsi évaluer l'effet de l'ajout de sel.

La Figure .V.40 illustre la concentration d'ODin et l'ODout pour un temps t et la respiration totale relative. Le substrat utilisé dans cette partie de l'étude (mélange peptone) consiste en un substrat assez complexe. Des études antérieures ont pu déterminer son fractionnement, qui est constitué essentiellement de 9.5 % de substrat facilement biodégradable (S_S), de 55.8 % de substrat rapidement hydrolysable (S_H) et de 34.7 % de substrat difficilement hydrolysable (X_S) (*Tugce K.Y et al (2012)*). Une étude semblable a pu fractionner le peptone seulement, il est respectivement constitué de 16 %, 40% et 44% des substrats difficilement, facilement et lentement biodégradable (*Insel .G et al (2006*)).



Figure .V.40 (a) Evolution de la concentration de l'oxygène dissous en fonction du temps,
(b) évolution de la respiration totale obtenue (c) évolution de la respiration exogène obtenue (ES3).

Si la réponse respirométrique obtenue après injection du mélange de peptone en utilisant l'inoculum (*ES3*), avec un rapport initial de S_0/X_0 égale à 0.2 mg DCO/mg MVS, est interprétée selon le modèle ASM1, le deuxième plateau du respirogramme (Figure .V.40 (c)) présentant trois chutes successives, reflète par conséquent l'existence de trois fractions de DCO avec différentes vitesses de biodégradation et d'hydrolyse. Le respirogramme enregistré est semblable à celui obtenu dans d'autres études expérimentales utilisant également le même mélange de peptone et des âges des boues proches (*Insel .G et al (2006), Tugce K.Y et al (2012)*).

Au bout de **5 min** seulement, une respiration maximale totale de **118.251 mg L⁻¹h⁻¹** est obtenue indiquant la bonne activité de l'inoculum (*ES3*). Le retour à l'endogène est atteint au bout de **584 min** (**9.73 h**) et la respiration endogène est de **19.12 mg.L⁻¹·h⁻¹**.

Le suivi de la DCOs durant le test respirométrique permet de déterminer précisément, d'une part, le temps nécessaire pour la consommation du substrat initialement injecté (**Trs**) et, d'autre part, la quantité d'oxygène consommée durant cette étape de dégradation (*Orhon .D et al* (2009)). Il permet également de distinguer entre la quantité d'oxygène consommée pour la dégradation du substrat facilement biodégradable (Δ Oss) et celle consommée pour la dégradation du substrat difficilement biodégradable (Δ Oss) (**Figure V.42**). Ceci dans le cas où une seule étape d'hydrolyse est considérée, par contre si une double étape d'hydrolyse est considérée, on peut également déterminer la quantité d'oxygène consommée par le substrat rapidement hydrolysable (Δ Oss) (*Insel .G et al* (2006)).

La quantité Q_{TH} totale consommée par les hétérotrophes est de **191.773 mg.L**⁻¹, en se basant sur le suivi de la dégradation du substrat injecté, par la mesure de la DCOs. Plusieurs paramètres peuvent être évalués par l'interprétation directe du respirogramme, ils sont regroupés dans le **Tableau V.15**.

Tableau V.15. Paramètres	spécifiques et constantes bio-cinétiques caractérisant la réponse
respirométrique de référence	e (interprétation direct de la réponse respirométrique)

E	\$3
So/Xo : 0.2	gDCO/gMVS
Paramètres	Valeurs
OURend $(mg L^{-1} h^{-1})$	19.12
Tr (min)	584

Trmax (min)	5
$OUR_T max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	118.251
$OUR_{exo} max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	99.13
$\mathbf{Q}_{\mathbf{TH}}(mg.L^{-1})$	191.773
$\Delta Oss(mg.L^{-1})$	51.07
$\Delta \mathbf{O}_{\mathbf{SH}}(mg.L^{-1})$	63.48
$\Delta Oxs(mg.L^{-1})$	58.04
$\mathbf{Yo/s} \; (\mathrm{mg} \; \mathrm{d'O_2} \; (\mathrm{mg} \; \mathrm{DCO})^{-1})$	0.47
$\mathbf{Y}_{\mathbf{H}} (\text{mg MVS} (\text{mg DCO})^{-1})$	0.53
fav	0.539
$\boldsymbol{\mu_{\mathrm{mH}}}(j^{-l})$	3.63

Le respiromètre utilisé dans cette partie de l'étude ne permet pas de fixer la température, par conséquent un suivi de la température et du pH durant les 5 premières heures a été effectué, d'une part, pour enregistrer la variation de la température durant le test mené et d'autre part pour s'assurer que la nitrification n'a pas eu lieu et que la dose de l'inhibiteur de la nitrification injectée est suffisante pour désactiver les nitrifiants de l'inoculum *ES3* (**Figure .V.41**).



Figure .V.41 . Variation de la température et du pH durant le test repirométrique de référence



Figure .V.42. Evolution de la concentration de la DCOs en fonction du temps et détermination des quantités d'oxygène consommées par chaque fraction (*Expérience de référence*). (*Orhon .D et al (2009)*)

Une augmentation de température de 3.8 °C a été enregistrée, influençant par conséquent le pH qui a légèrement augmenté durant le test de référence réalisé (0.32). Cette légère variation du pH peut influencer les charges superficielles et donc les interactions de type ionique dans le floc bactérien. Un suivi du pH et de la température doit être réalisé durant tous les tests menés.

IX.5.2. Effet du déversement des effluents riches en sel (*ES3*)

Trois doses distinctes ont été testées : 03 g.L⁻¹, 10 g.L⁻¹ et 15 g.L⁻¹, les trois respirogrammes obtenus étaient comparés au respirogramme de référence. L'évolution temporelle de l'oxygène dissous, de la respiration exogène et de la DCOs sont représentées respectivement dans l'annexe (*AN.V.4*).L'ajout de différentes doses de sel n'a induit aucune réduction dans l'activité microbienne (exogène ou endogène), la respiration maximale des hétérotrophes est atteinte au bout de 3 à 8 min (Figure.V.43), la biomasse *ES3* réagit mieux aux stress salins que la biomasse *ES2* et *ES1*. L'introduction du substrat avant le stress salin conditionne le mode d'inhibition.

Le nombre limité des filaments, la bonne activité initiale des hétérotrophes et la chronologie de l'introduction du substrat et du sel peuvent être la cause de cette réaction d'inhibition.

Comme il a été noté précédemment, le sel agit de plusieurs manières, en commençant par la réduction de la solubilité de l'oxygène dissous, jusqu'à l'obturation de la diffusion ou de la perméation des substrats au sein de la cellule microbienne.

L'introduction du substrat en premier lieu, permet l'activation d'une multitude d'enzymes (**chapitre II**) responsables de plusieurs activités microbiennes, le transport, l'hydrolyse,ect. L'effet du stress salin après introduction du substrat agira sur les enzymes déjà en activité ; l'ampleur de cet effet semble beaucoup moins prononcée que l'effet avant l'introduction du substrat (l'adsorption dans les porines cellulaires) , ajoutons à ceci que le fait que les microrganismes de l'inoculum *ES3* se sont déjà adaptés à un certain niveau de salinité de l'ordre de **1.4-2.1** % (caractéristique du substrat synthétique utilisé),contrairement à l'inoculum *ES1* et *ES2* (**Tableau IV.4**).

Pour la dose de **15 g.L⁻¹**, l'estimation des paramètres bio-cinétiques n'a pas pu être réalisée puisque beaucoup d'interférences dans le suivie de la DCOs (présence importante de sel) a eu lieu lors de l'analyse ; toutefois la biomasse semble ne pas être influencée par cette dose de sel injectée et la respiration maximale a augmenté de **5%** par rapport à l'expérience de référence.

La quantité d'oxygène consommée pour la dégradation de chaque fraction du substrat synthétique (mélange de peptone) a été estimée ; les pourcentages par rapport à la quantité totale consommée dans chaque test sont également calculés et rapportés dans le **Tableau V.16.**



Figure.V.43. La respiration totale maximale atteinte en fonction de la salinité correspondante aux différentes injections de sel *(ES3)*.

La quantité d'oxygène consommée pour la dégradation du substrat facilement biodégradable est très proche dans les différents tests menés ; par contre des différences dans les quantités d'oxygène utilisées pour la dégradation du substrat rapidement hydrolysable et difficilement biodégradable, sont enregistrées par rapport à l'expérience de référence. L'ajout de sel a probablement un effet sur les enzymes responsables de l'hydrolyse du substrat, rapidement hydrolysable et difficilement biodégradable. Il faut noter aussi que les quantités totales consommées dans les différents tests menés sont très proches. L'estimation des quelques constantes bio-cinétiques des hétérotrophes, permettent de mieux apprécier l'effet des stress salins sur la biomasse *ES3* (**Tableau V.17**).Selon les données du **Tableau V.17**, le sel a peu d'influence sur les paramètres caractérisant la dégradation du substrat synthétique utilisé (mélange de peptone) par l'inoculum *ES3*.

Tableau V.16. Pourcentage de la quantité d'oxygène consommée pour la dégradation des différentes fractions du substrat synthétique

	$\Delta Oss(\%)$	$\Delta Os_{H}(\%)$	$\Delta Oxs(\%)$
Paramètres déterminés			
Expérience de référence	28.81	36.78	34.40
$3 g.L^{-1}$	23.15	60.26	16.14
10 g.L^{-1}	26.92	48.51	24.66
15 g.L^{-1}	34.30	41.26	24.42



Figure.V.44. Comparaison de l'effet des différentes doses de sel injectées sur la respiration exogène des hétérotrophes (*ES3*).

 Tableau V.17. Quelques constantes bio-cinétiques déterminées pour les différents stress salins (ES3)

Paramètres déterminés	OURend	Yo/s	Y_H	μ_{mH}
	$(mg L^{-1}h^{-1})$	(mgd'O2 (mg	(mg MVS	(j^{-1})
		DCO) ⁻¹)	(mg DCO) ⁻¹)	
Expérience de référence	19.12	0.47	0.53	3.63
$3 g.L^{-1}$	10.12	0.5	0.5	2.64
$10 \text{ g.}L^{-1}$	19.14	0.45	0.55	3.6
$15 g.L^{-1}$	22.04	-	-	-

IX.5.3.Effet du stress salin sur la défloculation des agrégats (ES3)

Différentes visualisations microscopiques à l'état sec ont été réalisées. L'état de floculation est presque inchangé (**Figure .V.45**). Comme il a été énoncé précédemment dans le **chapitre IV**, le liquide interstitiel n'est pas très clair du fait de la présence de microflocs et de débris de filaments. Cet encombrement initial ne permettra pas de distinguer si une légère défloculation due à l'injection du sel a eu lieu ou pas. *Britt M.W et al. (2000)* ont rapporté que l'activité est la clé de la stabilité microbienne et qu'elle permet la production des **PEC** en nombre suffisant, limitant par conséquent la défloculation, même en conditions de stress.

Les mesures du temps de succion capillaire ont été réalisées avant chaque test, en moyenne il est de **21.4 s**, mais malheureusement le suivi de ce paramètre ne sera pas représentatif de l'état réel, car le mode de fonctionnement du respiromètre repose sur des aspirations de la liqueur du réacteur respirométrique , donc une variation de la concentration des **MES** dans le réacteur respirométrique aura lieu et puisque le temps de succion capillaire est très dépendant de la concentration des **MES** , les CST mesurés après les différentes injections de sel seront entachées d'une erreur significative.

Une augmentation de température de (0.7- 4.4 °C) est enregistrée durant les trois tests de l'effet du stress salin, donnant lieu à une variation de pH de (0.38-0.59). Cette variation ne semble nullement influencer la cohésion intercellulaire.





Figure .V.45.Visualisations microscopiques de l'état de la biomasse avant et après différentes injections de sel. (*a*) état de référence, (*b*) après injection de $3g.L^{-1}$ de sel, (*c*) après injection de $10 g.L^{-1}$ de sel. (Agrandissement ×10).

X. Modélisation des effets des dysfonctionnements

Il nous semble fort intéressant de récapituler les constations concernant l'effet des différents dysfonctionnements étudiés. En effet, tous les symptômes identifiés en termes de défloculation, de la lyse, de la déformation des flocs, de la réduction de la surface d'échange etc. influencent l'activité de la biomasse négativement. Si le cas de l'effet de la salinité est considéré et en référence à la **Figure V.17**, représentant la variation de l'OURmax en fonction de la salinité, la variation du taux de croissance spécifique maximum en fonction de la salinité pourrait être déterminée et l'équation du taux de croissance spécifique serait comme suit :

$$\mu = \mu_m(sel) \frac{ss}{(K_s + Ss)}$$
(Eq V.11)

Avec :

 $\mu_m(sel)$: expression de la fonction de variation de μ_m en fonction de la concentration du sel. Cette fonction peut être introduite dans les expressions du bilan.

Cette écriture est différente de celle utilisée pour caractériser la dénitrification par les hétérotrophes où il est considéré que seulement une fraction de la biomasse hétérotrophe y participe.

L'écriture proposée est équivalente aux équations de croissance avec inhibition, avec toutefois moins de paramètres à calculer puisqu'il suffit de déterminer la variation du taux maximum de croissance avec la salinité. Par ailleurs il nous semble que cette approche est plus précise mais qui nécessite la disponibilité des montages respirométriques.

XI. Conclusions

Les différents programmes d'expérimentations réalisés ont permis de quantifier l'effet des différents dysfonctionnements pouvant surgir dans les STEPs sur différents types de boues de sources distinctes. Ces effets ont significativement changé d'une boue à une autre.

Les effets ont été évalués sur l'activité microbienne estimée par les techniques respirométriques et sur l'état de floculation microbien par la mesure du temps de succion capillaire, la turbidité du surnageant et les visualisations microscopiques.

Il a été principalement souligné que l'activité microbienne est un état qui doit impérativement être bien maintenu afin d'assurer une bonne résistance aux chocs salins et aux perturbations longues et courtes d'aération. L'effet de l'activité a apparu dans différents points étudiés :

- La détermination de la respiration endogène et le coefficient de transfert d'oxygène,
- Le percentile de réduction de la respiration exogène et endogène,
- Le pourcentage de défloculation,
- Le pourcentage de déshydratation ou d'hydratation,
- La morphologie microbienne.

À l'issue de ces expérimentations, nous pouvons conclure que l'origine et la composition de l'effluent à traiter et les conditions de fonctionnement imposées (âge des boues, temps de séjour hydraulique, taux de recyclage...) au niveau des STEPs, influencent l'écologie, l'activité bactérienne, la structure et la composition des flocs. Cet état des édifices aux seins

des stations d'épuration conditionnera leurs réactions aux différents dysfonctionnements pouvant surgir de temps à autre dans les STEPs.

Une bonne maitrise du traitement et des conditions opératoires dans les STEPs est une des solutions primordiales pour affronter les différents dysfonctionnements biologiques et non biologiques.

Références Bibliographiques

\mathcal{B}

Bédard C. et Knowles R., (1989). Physiology, Biochemisterry, and Specific inhibitors of CH4, NH_4^+ and CO oxydation by methanotrophs and nitrifiers, Microbiol. Rev., vol 53, no 1,68-84.

Bo Jin , Britt.M.W , Lant.P (2004) , impact of morphological , physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge , Chemical Engineering Journal 98, 115-126.

C

Campel N. E. R. et Aleern M. I. H., (1965). The effect of 2-chloro, 6-(trichlorometyl) pyridine on the chernoautotrophic metabolism of nitriying bacteria, Antonie va Leeuwenhoek, 3 1, 124-136.

Campos, J.L., Mosquera-Corral, A., Sanchez, M., Mendez, R., Lema, J.M. (2002). Nitrification in saline wastewater with high ammonia concentration in an activated sludge unit. Water Res. 36 (10), 2555–2560.

Chachuat .B , Roche.N et Latifi.M.A (2005), Optimal aeration control of industrial alternating activated sludge plants , Biochemical Engeneering Journal 13, 277-289.

Chudoba P., Capdeville B. and Chudoba J. (1992). Explanation of biological meaning of the S0/X0 ratio in batch cultivation. *Wat. Sci. Tech.*, 26(3-4), 743-751.

\mathcal{D}

Dejardins M. A., (1986) BIOBAC: logiciel de simulation de bioréacteur à boues activées manuel d'utilisation, École polytechnique, Département de génie civil, Montréal. Canada

Djelal .H , Larher .F , Martin G , Amrane A (2006) .Effect of the dissolved oxygen on the bioproduction of glycerol and ethanol by Hansenula anomala growing under salt stress condition , J Biotechnol ; 60:213-218.

Dincer, A.R., Kargi, F.,(2001). Salt inhibition kinetics in nitrification of synthetic saline wastewater. Enzyme Microb. Technol. 28, 661–665.

Dispan , J. (2003) Développement d'une méthodologie pour le fractionnement de la matière organique en classes de Biodégradabilité. . Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.Paris

\mathcal{F}

Edgardo.M , C , Abertario.M.E , Bertola.N.C , Zaritzky.N.E (2008) Modelling phenol biodegradation by activated sludges evaluated through resperimetric techniques Journal of Hazardous Materials 158 (2008), 366-374.

Esparza-Soto.M , Nuriez- Hernandez..S, Fall.C (2011).Spectrometric characterization of effluent organic matter of sequencing bath reactor operated at three sludge retention times . Water Research 45 , 6555-6563.

Eikelboom, D. H. (2000). Process control of activated sludge plants by microscopic investigation. IWA publishing.

G

Gaval .G, *Pernelle JJ (2003)*. Impact of the repetition of oxygen deficiencies on the filamentous bacteria proliferation in activated sludge .Wat.Res , 37: 1991-2000.

Gerardi M.H .,(2002). Settleability Problems and loss of Solids in activated sludge Process, a John Wley and Sons, INC.Publication.

Grady C. P. L. et Roper R. E. Jr. (1974). A model for the bio-oxidation process which incorporates the viability concept, Wat. Research, vol. 8, p 471-483.

\mathcal{H}

Herbert D., (1958). Some principles of continuous culture, Symp. 7" Intern.Congr. Microbiol., p. 38 1-396.

Henze M., Grady C. L. P. Jr, Gujer W., Marais G. v. R. et Matsuo T., (1986). Activated sludge model no. 1, Scientific and technique reports no. 1, IAWPRC.

Huang .J .Y.C , Cheng.M.D , Mueller.J.T (1985), Oxygen uptake rates for determining microbial activity and application , Wter Res Vol19.N: 3 , PP373-381

Ι

Ingram, M., (1940). The influence of sodium chloride and temperature on the endogenous respiration of Bacillus cereus. J. Gen. Physiol. 23, 773–778.

Insel .G , Karahan .O , Ozdemir S , Pala.L Katipoglu.T Cokgor.E.U et Orhan.D (2006), Unified basis for the respirometric evaluation of inhibition for activated sludge .journal of Environnemental Science and Health part A , 41: 1763-1780

Intrasungkha, N., Keller, J., Blackall, L.L.(1999). Biological nutrient removal efficiency in treatment of saline wastewater. Water Sci. Technol. 39 (6), 183–190.

J

Jian-hua.G, Peng.Y.Z , Wang. S.Y , Zheng.Y, Huang.H.J, Zhongwel Wang (2009).Long – term effect of dissolved oxygen on partial nitrification performance and microbial community structure , Bioressource Technology 100, 2796-2802.

Jian-Hua.G, Peng.Y.Z , Peng. C.Y Wang.S.Y, Chen.Y , Huang.H.J , Sun.Z.R al (2010)). Energy saving achieved by limited filamentous bulking sludge under low dissolved oxygen . Bioressource Technology 101, 1120-1126.

Journal officiel de la république algérienne N° : 26, 23 avril 2006.

Jenkins .D, Richard .MG , Daigger.G.T (1993) , Manual on the causes and control of activated sludge bulking and foaming .2ndED.Lewis Publishers , Michigan .Chapitre 03.

${\mathcal K}$

Kungolos A (2005) Evaluation of toxic properties of industrial wastewater using online respirometry. Journal of Environmental Science and Health, Part A 40: 869 880.

Kargi, F., Dincer, A.R.,(1997). Biological treatment of saline wastewater by fed-batch operation. J. Chem. Technol. Biotechnol. 69 (2), 167–172.

Ĺ

Lavallée. B.,2000 , variation du taux de dépérissement de la biomasse active hétérotrophe du modèle ASMI

Li .B et Bishop.P.L (2004) Microprofiles of activated sludge floc determined using microelectrodes .WaterRes.38 , 1248-1258.

\mathcal{M}

Mariangel, L., Aspe, E., Marti, M.C., Roeckel, M., (2008). The effect of sodium chloride on the denitrification of saline fishery wastewater. Environ. Technol. 29, 871–879.

Monod J., (1949). The growth of bacterial cultures, AM. Rev. Microbiol., **3**, 371-394.

Mosquera-Corral .A , *De Kreuk M.K* , *Heijnen.J.J* , *Van Loosdrecht* .*M.C.M* , (2005). Effect of oxygen concentration on N-removal in an aerobic granular sludge reactor . Water Research 39, 2676-2686

More .T.T ,Yan.S , Hoang.N.V, Tyagi.R.D et Surampalli .R.Y (2012) , bacterial polymer production using pre-treated sludge as raw material and its flocculation and dewatering , bioresource technology 121 ,425-431.

0

Oliveira.C.S, Ordaz .A ,Alba.J , Alves .M , Ferreira.E.C , Thalasso.F (2009) Détermination of Kinetic and stoichiometric parameters of pseudomonas putida F1 by chemostat and in situ pulse respirometry .chem.Prod.Process.Modell .4(2) 1-14 .

Oliveira.C.S, Ordaz .A, Ferreira.E.C , Alves .M ,Thalasso.F (2011) In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities , biochemical engineering 58-59,12-19.

Ordaz .A , Oliveira.C.S ,Aguilar .R , Carrion.M., Ferreira.E.C ,Alves .M ,Thalasso.F (2008) , Kinetic and stoichiometric parameters estimation in nitrifying bubble columm through in situ pulse respirometry , biochem.Eng.J.55,123-130.

Ordaz .A , Oliveira.C.S , Quijano.G Ferreira.E.C , Alves .M , Thalasso.F (2012) , Kinetic and stoichiometric characterization of a fixed biofilm reactor by pulse respirometry , Journal of biotechnologie;157(1):173-9.

\mathcal{P}

Pernetti, M., Di Palma, L., (2005). Experimental evaluation of inhibition effects of saline wastewater on activated sludge. Environ. Technol. 26 (6), 695–703

\mathcal{R}

Riefler.R.C, Ahlfeld.D.P , Smets.B.F (1998) Respirometric assay for biofilm kinetics estimation : parameter identifiability and retrievability , Biotechnol.Bioeng.57,35-45.

S

Effects of shock loads of salt on protozoan communities of activated sludge. Acta. Protozool. 40 (3), 177–185.

Starkey .JE , Karr .PR (1984).effect of low dissolved oxygen concentration on effluent turbidity .J.Wat.Pollut.Control Fed , 56 (7) : 837-843.

\mathcal{T}

Tchobanoglous G. et Burton F., (1 99 1). Wasrewater engineering, Treatment disposal and reuse, Metcalf & Eddy, Mc Graw-Hill..

Tugce K.Y; Ubay C.E; Insel C; Derine . O (2012). Is ammonification the rate limiting step for nitrification kinetics, bioresource technology, Bioresour Technol.114:117-25.

Turchiuli .C et Fargues .C (2004).Influence of structural properties of alum and ferric flocs on sludge dewaterability , chemical engineering journal 103 ,123-131

U

Ubay .E.C K, Ozdemir.S, Karahan .G , G .Insel , Orhan.D (2007), Critical appraisal of respirometric methods for metal inhibition on activated sludge . Journal of Hazrdous Materiels B139 .332-339.

\mathcal{V}

Van't Riet, K., Tramper, J., (1991). Basic Bioreactor Design. Marcel Dekker, New York.

Vashitz .O , Sheintuch .M , Ulitzur .S (1989) .Mass studies using cloned-luminous strain of xanthomonas campestris ; biotechnol bioeng ; 34: 671-80.

\mathcal{W}

Walker .I et Davies .M (1977) The relationship between viability and respiration rate in the activated sludge process .Water Res 11,575-578.

Wang.ZW , Liu.Y , Tay.JH (2007) , Biodegradability of extracellular polymeric substances produced by aerobic granules , Appl Microbiol Biotechnol , 74:462-6.

Wilen. BM et Balmer.P (1998). Short term effects of dissolved oxygen concentration on the turbidity of the supernatant of activated sludge. Wat Sci Tech,38 (3): 25-33.

Wood L. B., Hurley B. J, E et Matthews P. J., (1981). Some observations on the biochemistry and inhibition of nitrification, Water Res., vol 15, 543-551.

Y

Yong Li et Yu Liu (2005), Diffusion of substrate and oxygen in aerobic granule .Biochemical Engineering Journal 27, 45-52.

Yong Li, Yu Liu, Liang Shen, Feng Chen (2008), DO diffusion profile in aerobic granule and its microbiological implications, Enzyme and Microbial Tehnology 43: 349-354.

Yu, S.M., Leung, W.Y., Ho, K.M., Greenfield, P.F., Eckenfelder, W.W. (2002). The impact of sea water flushing on biological nitrification–denitrification activated sludge sewage treatment process. Water Sci. Technol. 46 (11–12), 209–216.

Z

Zamouche-Zerdazi .R, Bencheikh le hocine.M et Meniai.AH (2014), influence of endogenous OUR determination on K_La exogenous OUR, total oxygen consumption and heterotrophic yield in a completely mixed batch reator, int.j.chem.reactor eng,12(2) 695-704.

Zang .Y (2008).Understanding deflocculation of activated sludge under transients of short-term low dissolved oxygen.thèse , université de Toronto , Canada

Liste des illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure	Page
1	(a) Respirogramme obtenus à 20°C, après injection du substrat binaire synthétique, (b) oxygen uptake rate (OURt _H) et (OURexo _H) obtenus en fonction du temps .	182
2	Evolution temporelle de la courbe de désaération obtenue pour différents prélèvements de l'inoculum <i>ES1</i> .	182
3	Evolution de la respiration exogène des hétérotrophes en fonction du temps pour différentes valeurs de K_La et OURend dans le même test.	187
4	<i>(a)</i> et <i>(b)</i> réponses respirométriques obtenues et respiration exogène pour deux injections différentes.	191
5	Evolution temporelle de l'oxygène dissous en condition endogène dans un respiromètre de type LFS (inoculum ES1)	192
6	Evolution temporelle de ln OUR_{TH} pour la détermination du b _H et de X _{BH0.}	193
7	Réponse respirométrique des deux inocula $ES1$ et $ES2$ à une injection à faible rapport S_0/X_0	194
8	Evolution temporelle de la respiration exogène des deux inocula <i>ES1</i> et <i>ES2</i>	194
9	Réponse respirométrique et évolution temporelle de la respiration exogène de l'inoculum <i>ES1</i> après injection d'une eau usée urbaine	196
10	Nombre des heures annuel recevant des influents non conformes dans la station <i>d'IBN ZIAD</i> et la station de <i>CHELGHOUM LAID</i> .	197
11	Mécanisme d'adsorption de métaux lourds (M ^{+X}) sur le floc bactérien (<i>Gerardi M.H</i> .,(2002)).	199
12	Respirogramme obtenu avant et après injection de 4 mg. L^{-1} de Cr^{+3}	200
13	Visualisation microscopique de l'état de l'édifice microbien avant et après ajout de 30m.L ⁻¹ de Cr ⁺³ (état frais : agrandissement $\times 10$) (inoculum <i>ES1</i>).	201
14	Respirogramme obtenus avant et après ajout du sel	205
15	Exemples des Respirogrammes obtenus avant et après injection de différentes doses de sel $1g.L^{-1}$ et $3g.L^{-1}$ (inoculum <i>ES1</i>)	206
16	Effets des différentes injections de sel (1g.L⁻¹ , 3 g.L⁻¹ , 7 g.L⁻¹) sur la respiration exogène de l'inoculum <i>ES1</i>	207
17	Effets des différentes injections de sel sur la réduction de la respiration maximale de l'inoculum <i>ES1</i>	208

	Exemples des Respirogrammes obtenus avant et après injection de	
18	différentes doses de sel 3 g.L^{-1} , 7 g.L^{-1} et 15 g.L^{-1} (inoculum <i>ES2</i>)	209
	Effets des injections de sel 1 g.L^{-1} , 3 g.L^{-1} et 7 g.L^{-1} en sel sur la	
19	respiration exogène de l'inoculum ES2	210
	Effets des différentes injections de sel sur la réduction de la respiration	
20	maximale de l'inoculum ES2	210
	Évolution temporelle de l'oxygène dissous et la respiration exogène	
21	correspondante avant et après injection de 10 g L^{-1} de sel à la boue <i>ES1</i> et	211
	ES2 (étude comparative).	
	Effet de temps de contact sur l'activité respiratoire après injection de 15	
22	$\mathbf{g}.\mathbf{L}^{-1}$ de sel (inoculum <i>ES2</i>).	212
	Pourcentage de défloculation en fonction de la dose de sel injectée, (a) :	
23	<i>ES1</i> , (<i>b</i>) : <i>ES2</i>	214
	Pourcentage d'hydratation en fonction de la dose de sel injectée (a) :	
24	ES1, (b): ES2	215
	Corrélation entre la capacité de défloculation et d'hydratation pour les	
25	différentes doses de sel injectées (ES1)	216
	Corrélation entre la capacité de défloculation et d'hydratation pour les	
26	différentes doses de sel injectées (ES2)	216
	Visualisations microscopiques de la liqueur et du surnageant après une	
	demi heure de décantation (inoculum ESI) (a), (b), (c) état initial avant	010
27	addition de NaCI (liqueur), (<i>a</i>) après addition de US g. L ^{-1} de NaCI (liqueur) (<i>a</i>) après addition de US g. L ^{-1} de NaCI (aurressent)	218
27	(inqueur), (e) après addition de 05 g. L de NaCI (surnageant)	
	(coloration bleu de methylene).	
	Visualisations macroscopiques et microscopiques de la liqueur et du	
	surnageant après une demi heure de décantation (inoculum ES_2). (a)	
	avant addition de NaCl (liqueur), (b) après addition de 15 g. L ⁻¹ de NaCl	219
28	(liqueur), (c) après addition de 15 g. L^{-1} de NaCl (surnageant), (d) avant	
	addition de NaCl (surnageant) (coloration bleu de méthylène.	
	(Agrandissement $\times 20$)).	
	Nombre annuel des heures de perturbation en aération dans la station	
29	d'IBN ZIAD et la station de CHELGHOUM LAID.	221
	Représentation graphique pour l'estimation de la respiration endogène	
30	(OURend)	223
	(a) Variation de la température en fonction du temps lors de l'injection	
31	d'azote, (b) Variation du pH en fonction du temps lors de l'injection	224
	d'azote.	
	Respirogrammes obtenus pour la détermination de la respiration endogène	
32	en conditions non stressées	225
	Respirogrammes obtenus pour les différentes durées de stress appliquées	
33	(ES1)	225
	Respirogrammes obtenus pour les différents programmes de stress	
34	appliqués (effet de la répétition de stress) (ES1)	227

35	Respirogrammes obtenus pour les différentes durées de stress appliquées <i>(ES2)</i>	228
36	(a) Aspect morphologique des flocs bactériens (ES1) avant stress, (b) Aspect morphologique des flocs bactériens (ES1) après un stress en aération de 17 heures (état sec, agrandissement $\times 20$)	229
37	(a) Aspect morphologique des flocs bactériens (ES2) avant stress, (b) Aspect morphologique des flocs bactériens (ES2) après un stress en aération de 20 heures (état sec, agrandissement $\times 10$)	230
38	Photo du micro pilote utilisé pour l'alimentation des tests respiromètriques	231
39	<i>(a)</i> photo du respiromètre Applitek-Ra-Combo-lab, <i>(b)</i> Panneau d'affichage du respiromètre	232
40	(<i>a</i>) Evolution de la concentration de l'oxygène dissous en fonction du temps, (<i>b</i>) évolution de la respiration totale obtenue (<i>c</i>) évolution de la respiration exogène obtenue (<i>ES3</i>).	233
41	Variation de la température et du pH durant le test repirométrique de référence	235
42	Evolution de la concentration de la DCOs en fonction du temps et détermination des quantités d'oxygène consommées par chaque fraction (<i>Expérience de référence</i>). (<i>Orhon .D et al (2009)</i>)	236
43	La respiration totale maximale atteinte en fonction de la salinité correspondante aux différentes injections de sel <i>(ES3)</i> .	237
44	Comparaison de l'effet des différentes doses de sel injectés sur la respiration exogène des hétérotrophes (<i>ES3</i>).	239
45	Visualisations microscopiques de l'état de la biomasse avant et après différentes injection de sel. (<i>a</i>) état de référence, (<i>b</i>) après injection de $3g.L^{-1}$ de sel, (<i>c</i>) après injection de $10 g.L^{-1}$ de sel. (Agrandissement ×10).	240

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau	Page
1	Résultats de la régression linéaire pour la détermination de la respiration endogène et du coefficient de transfert pour différentes valeur de S _{FIN}	183
2	Paramètres spécifiques du respirogrammes estimées dans la même expérimentation en utilisant différentes régressions linéaires	186
3	Les rendements des hétérotrophes $\mathbf{Y}_{\mathbf{H}}$ estimés pour le substrat	188

	synthétique en utilisant différentes régressions linéaires obtenues dans	
	la même expérimentation	
4	Paramètres caractérisant une réponse respirométrique après injection d'un substrat synthétique (<i>ES1</i>)	188
5	Paramètres spécifiques et constantes biocinétiques correspondantes à différents rapports S_0/X_0	190
6	Paramètres identifiants l'activité respiratoire de deux inocula <i>ES1</i> et <i>ES2</i>	194
7	Paramètres identifiants l'activité respiratoire de l'inoculum <i>ES1</i> après injection d'une eau usée urbaine prétraitée	195
8	Pourcentage de réduction de la respiration totale en fonction des différentes doses de chrome injectées	201
9	Classification des microorganismes Halophiles	204
10	Effets des différentes injections en sel sur la respiration endogène et exogène de $(ES1)$	207
11	Effets des différentes injections en sel sur la respiration endogène et exogène de ($ES2$)	210
12	Effet de la durée des stress d'aération sur la respiration endogène	226
13	Effet du nombre de répétition des stress d'aération sur la respiration endogène	227
14	Effet de la durée des stress d'aération sur la respiration endogène (ES2)	228
15	Paramètres spécifiques et constantes bio-cinétiques caractérisant la réponse respirométrique de référence (interprétation direct de la réponse respirométrique).	234
16	Pourcentage de la quantité d'oxygène consommée pour la dégradation des différentes fractions du substrat synthétique	238
17	Quelques constantes bio-cinétiques déterminées pour les différents stress salins (ES3)	239

Chapitre VI

Etude des dysfonctionnements dans une station pilote

« Les petits ruisseaux font les grandes rivières »

Sommaire		
I-Introduction		
Partie 1 : la station pilote, conditions opératoires et paramètres de fonctionnement		
II- Description de la station pilote des boues activées utilisée MP43		
III-Etudes préliminaires et fonctionnement du pilote		
III-1- Etude hydrodynamique		
Partie 2 : Etude expérimentale des dysfonctionnements dans la station pilote MP43		
IV-La mise en route des expérimentations avec le substrat synthétique		
IV.1. Caractéristiques du substrat synthétique brut utilisé		
IV.2.Test préliminaire de biodégradabilité		
IV.3.Etape d'adaptation		
IV.4. Activité des hétérotrophes et des autotrophes		
IV.5.Traitement du substrat synthétique S22 dans la station pilote MP43		
IV.6.Effets d'un arrêt général de l'alimentation électrique		

IV.7.Conclusions

I-Introduction

Après avoir étudié et caractérisé les dysfonctionnements à l'échelle batch, nous nous proposons de les considérer dans un pilote de boues activées, se rapprochant de la réalité des STEPs. Toutefois, avant d'entamer les études de traitement, une description succincte est consacrée à la station pilote de boues activées utilisée, suivie par l'étude hydrodynamique. Par ailleurs, la composition du substrat synthétique utilisé est revue et commentée, en plus des résultats obtenus.

Partie 1 : la station pilote, conditions opératoires et paramètres de fonctionnement

II-Description de la station pilote des boues activées utilisée MP43

La station pilote **MP43** est une chaine conçue pour le traitement des eaux usées par le système de boues activées. Elle est constituée d'une série de cuves en altuglas, une d'alimentation **B1** de capacité 500 L, une autre d'aération **B2** de capacité **32.5** L ou de **37.6**L suivant l'utilisation du déversoir de sortie **01** ou **02**, un décanteur secondaire cylindroconique **B3** de capacité **27.096** L et d'un clarificateur **B4** de capacité **9.424** L. Les caractéristiques géométriques sont décrites dans le **Tableau VI.1.** L'aération et l'agitation sont assurées par une pompe à air branchée à un diffuseur à fines bulles, positionné sous la turbine d'agitation (agitateur à hélices). La station est dotée de plusieurs sondes (sondes d'oxygène, de pH et de température), des détecteurs (détecteur de niveau), des afficheurs facilitant la mesure en continu et des minuteries permettant une programmation adéquate des pompes et aérateurs en fonction des conditions opératoires recherchées (**Figure VI.1, Figure VI.2**).

La température dans le bassin d'aération est contrôlée à l'aide d'une résistante chauffante de type thermoplongeur d'aquarium d'une puissance de **200W**.

La station pilote permet non seulement de comprendre et de gérer le procédé de traitement des eaux usées par boues activées mais aussi de provoquer des dysfonctionnements, d'observer leusr effets sur les rendements épuratoires, sur l'état de floculation et de la décantation de la biomasse et de réagir en conséquence.

 Tableau VI.1. Caractéristiques géométriques des différents composants de la station pilote

 MP43

Composants	Dimensions		
bassin d'aération (circulaire) B2			
Hauteur (cm)	44		
diamètre (cm)	36		
Volume total (L)	44.7		
Volume efficace (L) jusqu'au déversoir 02	37.6		
Volume efficace (L) jusqu'au déversoir 01	32.5		
Profondeur d'immersion de l'agitateur	immergé à partir de 20 cm de la hauteur maximale du déversoir 01 (30.5 cm de la hauteur max du bassin)		
Décanteur (conique)			
B3			
Diamètre (cm)	30		
Hauteur du cylindre (cm)	30		
Hauteur du cône (cm)	25		
Volume total (L)	27.096		
Clarificateur (circulaire)			
B4			
Diamètre (cm)	20		
Hauteur du cylindre (cm)	30		
Volume total (L)	9.424 L		



Figure VI.1.Photo de la station pilote des boues activées utilisée MP43



Figure VI .2. Les différents compartiments de la station pilote des boues activées MP43

III. Etudes préliminaires et fonctionnement de la station pilote

L'objectif de ces études préliminaires est de caractériser le fonctionnement du pilote et valider ainsi sa conception. Nous nous sommes intéressés à la caractérisation hydrodynamique du réacteur.

III.1. Etude hydrodynamique

Le but principal des études hydrodynamiques est de recueillir suffisamment de données afin de pouvoir caractériser le réacteur et proposer un modèle de transport et prévoir les performances du réacteur biologique.

III.1.1 La distribution des temps de séjour

Considérons un flux de matière entrant dans un réacteur, composé de différentes fractions définies comme des parties cohérentes du flux, pouvant être de simples molécules ou des agrégats de matière de taille plus ou moins importante. Toutes les particules d'une même fraction séjournent un temps identique dans le réacteur. Mais lorsque le flux de matière franchit l'entrée du réacteur en régime permanent, les différentes fractions du flux ne franchissent généralement pas la section de sortie du réacteur au même instant. De ce fait, le temps passé par les différentes fractions à l'intérieur du réacteur est variable. Ce phénomène peut être représenté par une distribution des temps de séjour, en abrégé DTS.

Ce concept de distribution des temps de séjour a été introduit par Danckwerts (*Danckwerts.PV (1953)*) et est depuis couramment utilisé en génie des procédés pour modéliser les écoulements dans les réacteurs gaz-liquide (*Potier.O (1993)*; *Villermaux.J (1993)*).

III.1.1.1.Principe

Le réacteur réel a un comportement qui s'écarte plus ou moins des deux écoulements idéaux, le réacteur à écoulement piston parfait et le réacteur à mélange parfait (configuration réactionnelle particulièrement simple ou les conditions hydrodynamiques et physiques idéalisées , pertes de charges et phénomène de diffusion négligeables , absence des gradients de concentrations et de température .ect.).

Dans un réacteur réel, les molécules séjournent dans le volume réactionnel pendant des temps $(\overline{\tau s})$ qui dépendent du profil hydrodynamique, de la géométrie du réacteur et notamment de la nature du fluide.

Les réacteurs réels s'écartent plus ou moins de ces deux modèles, parce que, le fluide suit certains cheminements préférentiels et n'est pas totalement renouvelé dans certaines zones où

le fluide est recyclé en certains endroits du réacteur. Il est donc nécessaire de chiffrer cet écart par rapport à l'idéalité.

Les performances du système en tant que réacteur seront souvent liées à cette distribution du temps de séjour qui a pour conséquence une influence sur les performances chimiques du réacteur. Pour déterminer ce comportement, le seul moyen serait de connaitre le mélange dans le réacteur et la distribution réelle des vitesses des molécules. Ceci ne peut être établi que par une étude expérimentale basée sur l'injection des traceurs inertes. La distribution des temps de séjour se fera autour du temps de passage (ou temps de séjour hydraulique) désigné par τ :

$$\tau = \frac{Vr}{Q_L} \tag{Eq VI.1}$$

On peut également définir plusieurs paramètres dont les plus importants sont :

La fonction de distribution des temps de séjour E(t) : c'est le rapport entre la concentration en traceur prélevée pendant le temps dt et la concentration totale en traceur introduite où E(t).dt est la fraction du traceur ayant séjourné dans le réacteur un temps compris entre t et t+dt.

$$\boldsymbol{E}(t) = \frac{\boldsymbol{C}(t)}{\int_0^\infty \boldsymbol{C}(t)}$$
 (Eq VI.2)

Les conditions de normalisation impliquent que :

$$\int_0^\infty E(t) \, dt = 1 \tag{Eq VI.3}$$

Les moments μ : Les distributions des temps de séjour peuvent être caractérisées par leurs moments. Le moment d'ordre n est défini par

$$\mu_n = \int_0^\infty t^n E(t) d(t) \qquad (Eq \, VI.4)$$

> Temps de séjour moyen $\overline{\tau_s}$: il ne faut pas confondre le temps de passage avec le temps de séjour réel noté τ_s des éléments du fluide. En effet ces derniers varient d'un élément de fluide à l'autre, en fonction de l'écoulement interne. Par contre une valeur moyenne des temps de séjour, notée $\overline{\tau_s}$, peut être calculée à partir de la connaissance de leurs distributions.

$$\bar{\tau}_{s} = \frac{\int_{0}^{\infty} t E(t) d(t)}{\int_{0}^{\infty} E(t) d(t)}$$
(Eq VI.5)

$$\overline{\tau}_{s} = \frac{\mu_{1}}{\mu_{0}} \tag{Eq VI.6}$$

La variance σ^2 : caractérise la dispersion ou l'étalement de la distribution des temps de séjour autour du temps de séjour moyen et σ c'est l'écart-type.

$$\sigma^2 = \int_0^\infty (\tau - \bar{\tau}_s)^2 E(t) dt \qquad (Eq \ VI.7)$$

$$\sigma^2 = \frac{\mu_2}{\mu_0} - \overline{\tau_s}^2 \qquad (Eq \ VI.8)$$

III.1.1.2.Le test du traceur

Le principe utilisé pour déterminer le temps de passage est de marquer les particules entrant dans le bioréacteur et de les observer en sortie afin de connaître leur temps de passage et leur concentration. Cette technique appelée « traçage » consiste à ajouter au débit d'entrée un traceur passif, substance inerte n'ayant pas d'interaction chimique ou physique avec le réacteur mais qui possède les mêmes propriétés physicochimiques que le fluide, à l'exception d'une seule, telle que la couleur, la conductivité ou encore la radioactivité.

Cette méthode permet de :

- Caractériser les écoulements dans un réacteur continu ;
- Caractériser l'état de mélange d'un réacteur ;
- Déterminer le temps de séjour moyen ;
- Vérifier si ce réacteur correspond à sa modélisation ;
- Vérifier qu'il n'existe aucun court circuit ou zone morte ;
- Prévoir les performances en réaction.

III.1.1.3.Le choix du traceur

Les traceurs les plus utilisés sont le chlorure de lithium, le chlorure de sodium ou de calcium, les traceurs radioactifs et les colorants. Il n'existe pas d'unanimité sur le traceur dont le choix doit s'effectuer en tenant compte des contraintes de la mesure, ainsi que des moyens analytiques disponibles. Un traceur idéal, aurait les caractéristiques suivantes :

- Utilisable en petites quantités ;
- Mesure et détection faciles ;
- Mesurable en continu sur le terrain ;
- Neutralité vis à vis des réactions dans le système ;
- Pas de toxicité ;

- Pas de rétention par la biomasse ;
- Prix de revient raisonnable.

Mais malheureusement, chaque traceur présente certains avantages et inconvénients (Tableau

VI.2.)

Tableau VI.2. Les avantages et les inconvénients des différents types de traceurs utilisés dans
 les études hydrodynamiques

Type du traceur	Avantages	Inconvénients
Le chlorure de lithium	Détectable à des faibles concentrations, possible de réaliser des traçages avec de petites quantités. N'est pas adsorbé sur les particules de boue, ni utilisé comme nutriment par les microorganismes lors d'une étude en présence de biomasse.	Incapacité de réaliser les mesures sur terrain, nécessité d'un spectrophotomètre.
Le chlorure de sodium	Utilise un matériel courant de mesure, le conductimètre. La mise en œuvre est simple et le coût est peu élevé.	Sensibilité de la mesure à la température. La masse à mettre en œuvre doit être importante pour quelle soit détectable par le conductimètre.
Les traceurs radioactifs	Très efficace et très détectable.	La mise en œuvre est lourde et nécessite d'utiliser un appareil de mesure peu courant (de radioactivité)
Les colorants	La possibilité d'un suivi visuel de la progression du traceur. Très efficace dans le cas du traçage en eau claire.	Risque d'adsorption sur les particules de la boue en cas d'un traçage en présence de biomasse. Incapacité de réaliser les mesures sur terrain.

III.1.1.4.Mode d'injection du traceur

Les courbes DTS peuvent être obtenues à partir de stimulations crées à l'entrée du réacteur sous diverses formes. Deux modes de stimulations sont fréquemment utilisés :

Stimulation impulsionnelle (ou Dirac)

Introduction d'un nombre de moles n_0 pendant un temps très court devant le temps de passage

 τ (< 0.001 τ) dans un réacteur de volume V_r alimenté en continue avec un débit Q_L en eau claire, puis la mesure de la concentration C(t) en sortie de réacteur.



Figure VI .3. Signal d'entrée et de sortie obtenu après une stimulation impulsionnelle d'un traceur

***** Stimulation échelon :

La concentration du traceur passe brusquement de la concentration nulle à la concentration C dans l'alimentation à l'instant t = 0





III.1.2.Distributions des temps de séjour dans les réacteurs idéaux

Deux types d'écoulement simples dans les réacteurs en régime permanent sont considérés idéaux

III.1.2.1. Les écoulements dans un réacteur piston

Dans un réacteur piston, le fluide avance en bloc sans se mélanger. Il est caractérisé par un temps de séjour unique pour toutes les molécules du fluide. Le réacteur piston se comporte comme un retard pur :

$$E(t) = \delta \left(t - \overline{\tau}_{s} \right) \tag{Eq VI.9}$$

$$\overline{\tau}_s = \tau \qquad (Eq \ VI.10)$$

$$\sigma^2 = 0 \tag{Eq VI.11}$$

III.1.2.2.Les écoulements dans un réacteur parfaitement agité

L'écoulement en mélange parfait est caractérisé par une composition uniforme en tout point. C'est un réacteur dans lequel toutes les grandeurs sont homogènes. La réponse impusionnelle sera :

$$C(t) = C_0 e^{\left(-\frac{t}{\tau_s}\right)}$$
 (Eq VI.12)

$$\mathbf{E}(\mathbf{t}) = \frac{1}{\overline{\tau}_{s}} \mathbf{e}^{(-\frac{\mathbf{t}}{\overline{\tau}_{s}})}$$
(Eq VI.13)

$$\bar{\tau}_{\rm s} = \tau$$
 (Eq VI.14)

$$\sigma^2 = \overline{\tau}_s^2 \qquad (Eq \ VI.15)$$

La distribution du temps de séjour dans les trois cas est représentée dans la figure ci-dessous





III.1.3.Interprétation hydrodynamique des mesures de DTS

III.1.3.1.Diagnostiques de mauvais fonctionnements.

La DTS permet la détermination de multiples informations sur l'écoulement au sein des réacteurs. Elle est également un outil de diagnostic donnant l'accès à des paramètres difficiles à mesurer par des méthodes directes.

Si tout le volume interne Vr est accessible au fluide, le temps de passage τ est égal au temps de séjour moyen $\overline{\tau s}$, mais ce n'est pas toujours le cas puisque plusieurs anomalies de conception et de mise en œuvre peuvent être rencontrées. Cette comparaison des temps permet de déterminer la présence de courts-circuits, des zones mortes ou des zones faiblement mélangées selon les différentes conditions expérimentales (Figure VI.6).



Figure VI.6. Les différents cas d'écoulement au sein des réacteurs

III.1.3.1.1.Présence des zones mortes

Dans un réacteur, on peut rencontrer des zones mal irriguées tels que des coins, des chicanes, des coudes, des canalisations Le traceur va donc pénétrer dans ces zones par diffusion, puis il sera éliminé très progressivement, de longues trainées seront constatées dans les signaux de sorties (**Figure VI .7**). Dans un tel cas, on ne tiendra compte que du volume actif ou accessible V_A ($V_r = V_A + V_m$). Dans cette situation $\overline{\tau s} < \tau$, et on aura (*Dabaliz .A(2002)*) :



Figure VI .7. (*a*) Représentation schématique d'écoulement dans le cas de la présence des zones mortes (*b*) Profil de DTS obtenu dans le cas de la présence de zones mortes

$$\frac{Vm}{Vr} = 1 - \frac{\overline{\tau s}}{\tau}$$
 (Eq VI.16)

III.2.3.1.2. Présence des courts-circuits

Des passages préférentiels dans le réacteur (mauvais remplissage d'un lit fixe, position d'une déverse trop proche de l'alimentation , ect.) vont diviser le débit d'entrée. Le débit de courtcircuit évitera une partie du réacteur et on observera alors une réponse impulsionnelle composée de deux pics : le premier correspondant au court-circuit (Qc) et le deuxième au reste du fluide (réponse du réacteur) (Q_L). Dans cette situation $\overline{\tau s} > \tau$ et on aura (*Dabaliz .A*(2002):



Figure VI .8. (*a*)Représentation schématique d'écoulement dans le cas de la présence des courts-circuits (*b*) réponse impusionnelle dans le cas de la présence des courts-circuits

II.1.4.Méthodologie expérimentale établie

Cette étude a été menée afin de déterminer les caractéristiques hydrodynamiques du réacteur utilisé et de vérifier que le modèle hydrodynamique proposé précédemment (un compartiment unique parfaitement agité), est représentatif de la réalité. De plus, il permettra d'éclaircir la question concernant les zones mortes et les courts circuits. La technique consiste à réaliser une perturbation de concentration sur les molécules marquées à l'entrée du système et à suivre les variations de la concentration en sortie.
Avant la réalisation du test, les hypothèses suivantes sont supposées être vérifiées :

- Le fluide est incompressible;
- Le débit de fluide traversant le système est constant et permanent;
- La vitesse du fluide reste uniforme;
- Le système possède une seule entrée et une seule sortie, à l'exclusion de toute fuite.

Le traceur utilisé dans cette étude est une solution de chlorure de sodium (**3** M) puisqu' il répond à la majorité des critères évoqués précédemment.

Un volume de **10 mL** de cette solution a été injecté instantanément, sous forme d'une impulsion Dirac, à l'entrée du réacteur alimenté en continu avec une eau claire, à l'aide d'une seringue. Cette forme d'injection est la plus couramment utilisée, car elle est la plus simple à mettre en œuvre. La détection du signal en sortie des réacteurs est réalisée par la mesure de la conductivité électrique.

Le chlorure de sodium :

- Ne doit pas être injecté à très forte concentration pour éviter la formation de courants de convection naturelle transitoires, résultant d'un écart de densité entre le traceur et le fluide.
- L'injection doit se faire sans perturber l'écoulement au sein du réacteur (débit d'injection < débit d'alimentation du réacteur).
- La concentration et le volume injecté ont été préalablement optimisés, car il faut injecter un volume suffisant pour avoir une bonne sensibilisation de la sonde et en temps assez bref, pour que l'injection soit considérée comme une injection impulsion.



Figure VI.09. Configuration expérimentale pour la mesure de DTS.

Chapitre VI

Le conductimètre utilisé est un conductimètre **Multiline P4**, la mesure est associée à une mesure de température intégrée .Les traçages sont menés durant environ **2.5-3** fois le temps de rétention hydraulique du réacteur, avec un pas d'acquisition d'une minute. La **Figure VI.9** représente la configuration expérimentale de l'étude. L'injection est réalisée à l'entrée du réacteur, directement dans le bassin, et la sonde de conductivité est placée juste devant la sortie du réacteur (**Figure VI.10**).





(a)

(b)

Figure VI .10. Photo de (a) injection du traceur à l'entrée de l'alimentation du réacteur, (b) mesure de la conductivité juste à la sortie du réacteur.

III.1.5. Résultats et discussions

Afin de vérifier l'homogénéité du mélange durant tout le cycle de traitement, les tests de DTS ont été conduits en condition anoxie (agitation seule) et en condition aérobie (aération seule ou aération et agitation).

a- Effet de la fluctuation de la température sur les lectures conductimétriques

Malgré les démarches entreprises pour éviter les fluctuations de la température dans le réacteur, une variation de 0.2-5.7 °C a été constatée durant les expériences menées, due principalement à la basse température de l'eau claire alimentant le réacteur (période hivernale).

Des courbes d'étalonnage ont été établies pour deux températures s'écartant de 7 °C (Figure VI.11) où une légère différence dans la mesure de la conductivité a été observée. Les calculs ont été refaits en utilisant la concentration de sel au lieu de la conductivité et les mêmes résultats sont obtenus.





b- Détermination de la distribution du temps de séjour et interprétation du signal de réponse

Les essais de DTS ont été réalisés pour différentes vitesses d'agitation et différents débits d'aération. Un exemple de la réponse impusionnelle et de la courbe de DTS relative, est représenté sur la **Figure VI.12**.

Les valeurs mesurées pour les **30 premiers** points de suivi ainsi que les calculs établis pour cet exemple, sont regroupés dans l'annexe (*AN.VI.1*).

En exploitant les résultats obtenus selon le protocole défini préalablement, la comparaison des temps de séjour moyen $\overline{\tau}_s$ et hydraulique τ permet de déterminer la présence de courtscircuits ou des zones mortes selon les différentes conditions expérimentales étudiées.



Figure VI.12. Exemple de réponse impusionnelle et de DTS correspondante (Q_L : 20-21L.h⁻¹, V_{AG} : 53 tr. min⁻¹ et Q_G : 0 L.min⁻¹)



Figure VI.13. Évolution de $(t - \overline{\tau_s})^2$ E(t) en fonction du temps permettant de calculer la variance (Q_L: 20-21 L.h⁻¹, V_{AG}: 53 tr.min⁻¹ et Q_G: 0 L.min⁻¹)

c- Influence de la vitesse d'agitation sur le comportement hydrodynamique (conditions anoxies)

Les courbes de DTS expérimentales et théoriques pour des vitesses d'agitation de 0, 53, 70 et 103 tr.min⁻¹, sont représentées respectivement sur la Figure VI.14

Les courbes obtenues présentent des pics aigus et une queue prolongée, où le retour de la concentration du traceur à la ligne de base, demande un temps très long. Ceci est dû à la présence de zones qui échangent plus ou moins lentement de la matière, avec l'écoulement principal.

Dans un réacteur parfaitement agité le traceur se répartit instantanément dans toute la masse d'eau, puis il est graduellement évacué suivant une décroissance exponentielle. Les courbes de DTS expérimentales s'écartent de plus en plus de celles théoriques en **RPA** tout en augmentant la vitesse d'agitation.

Pour une vitesse d'agitation nulle en condition anoxie, un petit pic caractéristique d'un court - circuit a été observé, malgré qu'il n'apparaisse pas dans le temps de séjour moyen déterminé.

Le **Tableau VI.4** résume l'ensemble des résultats obtenus en fonction des vitesses d'agitation dans le réacteur, pour un débit d'alimentation de fluide entre **20-21 L/h.**



Figure VI.14. Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différentes vitesses d'agitation

Tableau VI.3. Résultats des DTS obtenus en conditions anoxies pour différentes vitesses

 d'agitation

Débit	Vitesse	Débit	Temps de	Moment	Moment	$\overline{\tau s}$	σ^2	σ
d'alimentation	d'agitation	d'aération	séjour	(μ ₀)	(µ ₁)	(min)		
QL	V _{AG}	QG	hydraulique					
(L.h ⁻¹)	(<i>tr.min</i> ⁻¹)	(L.h ⁻¹)	τ					
			(min)					
20-21	00	00	97.5-92.85	1	92.526	92.526	3932.79	62.71
20-21	53	00	97.5-92.85	1	70.7311	70.7311	4131.183	64.27
20-21	72-73	00	97.5-92.85	1	55.3305	55.3305	1780.00	42.19
20-21	103	00	97.5-92.85	1	56.50886	56.50886	1962.34	44.29

On peut constater que:

- Pour le même débit de fluide Q_L, le temps de séjour moyen diminue avec l'augmentation de la vitesse d'agitation.
- Les résultats obtenus révèlent des diagnostics de mauvais fonctionnement, puisque les temps de séjour moyens obtenus pour les différentes vitesses d'agitation sont inferieurs, au temps de séjour hydraulique.
- Le réacteur présente des zones mortes qui s'élargissent avec l'augmentation de la vitesse d'agitation (**Tableau VI.4.**)

Tableau VI.4. Les taux de volume mort enregistrés pour les différentes vitesses d'agitation testées (conditions anoxies)

V _{AG} (tr.min ⁻¹)	Vm (L)	<i>Taux de volume mort %</i>
0	0.87	2.67
53	8.32	25.6
72-73	13.59	41.81
103	13.18	40.55

d- Influence du débit d'aération sur le comportement hydrodynamique (conditions aérées)

La même procédure expérimentale a été établie en conditions aérées, en variant le débit d'aération entre **5 L.min⁻¹ et 25 L.min⁻¹**, pour une agitation nulle.

Tableau IV.5. Résultats des DTS obtenus en conditions aérées pour différents débits d'aération

Débit	Vitesse	Débit	Temps de	Moment	Moment	$\overline{\tau s}$	σ^2	σ
d'alimentation QL	d'agitation V _{AG}	d'aération QG	séjour hydraulique	(µ ₀)	(µ ₁)	(min)		
(L.h ⁻¹)	(tr.min ⁻¹)	(L.h ⁻¹)	τ					
			(min)					
20-21	00	05	97.5-92.85	1	56.039	56.039	1715.50	41.41
20-21	00	10	97.5-92.85	1	54.6133	54.613	1776.54	42.14
20-21	00	15	97.5-92.85	1	56.88	56.88	2009.56	44.88
20-21	00	20	97.5-92.85	1	28.612	28.612	434.25	20.83

Etude des dysfonctionnements dans une station pilote

20.21	00	25	07 5 02 85	1	21 279	21 279	525 192	22 112
20-21	00	23	91.3-92.03	1	51.270	51.270	555.165	23.112



Figure VI.15. Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différents débits d'aération

Les temps de séjours moyens diminuent considérablement lorsqu'on augmente le débit d'aération. Les courbes de DTS expérimentales s'éloignent de celles théoriques avec l'augmentation du débit d'aération où ce dernièr a plus d'effet sur le comportement hydrodynamique que l'agitation.

Tableau VI.6. Les taux de volume mort enregistrés pour les différents débits d'aération testés (conditions aérées)

$Q_G(lmin^{-1})$	Vm (L)	Taux de volume mort %
05	13.34	41.04
10	13.83	42.55
15	13.06	40.18
20	22.72	69.90
25	21.81	67.10

e- Comportement hydrodynamique en conditions aérées et agitées



Figure VI.16. Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différentes vitesses d'agitation et débits d'aération testés

Débit	Vitesse	Débit	Temps de	Moment	Moment	$\overline{\tau s}$	σ^2	σ
d'alimentatio n QL	d'agitatio n	d'aératio n	séjour hydraulique	(µ ₀)	(µ ₁)	(min)		
(L.h ⁻¹)	V _{AG}	QG	τ					
	(tr.min ⁻¹)	(L.h ⁻¹)	(min)					
20-21	72-73	5	97.5-92.85	1	23.493	23.493	279.92	16.73
20-21	72-73	10	97.5-92.85	1	29.45	29.45	457.93	21.39
					1			
20-21	72-73	15	97.5-92.85	1	/31.145	31.145	534.75	23.12
20-21	72-73	25	97.5-92.85	1	29.76	29.76	465.85	21.58

 Tableau VI.7. Résultats des DTS obtenus en conditions aérées et agitées

Une grande perturbation dans les lectures conductimétriques pour les conditions aérées et agitées (débit d'aération supérieur ou égal à **15 L.min⁻¹**) est notée.

Tableau VI.8. Les taux de volume mort enregistrés pour les différents débits d'aération et vitesses d'agitation testés (conditions aérées et agitées)

V _{AG}	Q_G	Vm	Taux de volume mort
(<i>tr.min</i> ⁻¹)	$(L.min^{-1})$	(L)	%
72-73	05	24.473	75.30
72-73	10	22.435	69.03
72-73	15	21.856	67.24
72-73	25	22.32	68.67

En conditions aérées et agitées, le taux de volume mort est très élevé et les courbes de DTS déterminées expérimentalement s'éloignent nettement de celles théoriques, où des conditions semblables de fonctionnement doivent être évitées absolument.

f- Effet du positionnement de l'hélice d'agitation sur le comportement hydrodynamique

Dans le souci de se rapprocher au maximum du temps de séjour hydraulique et de minimiser le taux du volume mort, un changement dans le positionnement de l'hélice d'agitation a été effectué avec un déplacement vers le haut.

Position 1 : position initiale, immergée à partir de 20 cm de la hauteur maximale d'eau (vanne 1) (30.5 cm de la hauteur max du bassin)

L'hélice a été déplacée vers le haut du bassin

Position 2 : immergé à partir de **5 cm** de la hauteur maximale d'eau (vanne 1) (**15.5 cm** de la hauteur max du bassin)

Les DTS expérimentales se rapprochent plus de la DTS théorique en faisant déplacer l'hélice d'agitation de la position **P1** vers **P2** (**Figure VI .17**).

Le déplacement de l'hélice d'agitation a permis de réduire considérablement le volume mort où en condition agitée, une réduction de **43.67 %** du volume mort est enregistrée ; par contre en condition aérée et agitée, une réduction de **35.04 %** a pu être obtenue.

Tableau VI.9 Exemple des résultats des DTS obtenus pour les différents emplacements de l'hélice d'agitation testés

Débit d'alimentation QL (L.h ⁻¹)	Vitesse d'agitation V _{AG} (tr.min ⁻ ¹)	Débit d'aération QG (L.h ⁻¹)	Temps de séjour hydraulique τ	Moment (µ ₀)	Moment (µ ₁)	τ̄s (min) p1	τ̄s (min) P2	σ^2	σ
20-21	103	0	97.5-92.85	1	73.378	56.50	73.37	3238.09	56.9
20-21	70-73	10	97.5-92.85	1	52.45	29.45	52.45	1624.09	40.3





V _{AG} (<i>tr.min</i> ⁻¹)	Q _G (L.min ⁻¹)	Taux de volume mort % P1	Taux de volume mort % P2
103	00	40.55	22.84
72-73	10	69.03	44.84

Tableau VI.10. Résultats comparatifs des taux de volume mort enregistrés pour les différents emplacements de l'hélice d'agitation testés

III.1.6.Conclusions

Les études préliminaires établies ont permis de bien caractériser le fonctionnement du bassin d'aération de la station pilote utilisée **MP43** :

- Les conditions aérées et agitées en même temps, sont à éviter complètement ;
- La position P2 sera la plus adéquate pour minimiser les taux des volumes mort;
- La vitesse d'agitation ou le débit d'air seront réglés en prenant en considération, la concentration de l'oxygène dissous nécessaire à maintenir dans le bassin d'aération d'une part, et d'autre part, les zones mortes créer par ce choix.

Partie 2 : Etude expérimentale des dysfonctionnements dans la station pilote MP43

IV-La mise en route des expérimentations avec le substrat synthétique

Le problème majeur rencontré lors de la mise en œuvre des expérimentations dans les stations pilotes est la grande quantité d'eau usée nécessaire pour l'alimentation de cette station. L'utilisation des substrats synthétiques tels que ceux utilisés dans les études en batch (mélange d'acétate de sodium et d'azote ammoniacal ou le mélange de peptone) n'est guère pratique vu les grandes quantités nécessaires (disponibilité et coût). Donc il sera indispensable de penser à un autre substrat synthétique de caractéristiques proches d'une eau usée (constitution et biodégradabilité) à coût raisonnable et à grande disponibilité.

Un substrat obtenu après lixiviation d'un aliment de bétail sera utilisé. Une caractérisation et des tests de biodégradabilité des lixiviats obtenus sont exigés avant toute utilisation (alimentation de la station pilote).

IV.1. Caractéristiques du substrat synthétique brut utilisé

Il s'agit d'un substrat solide présentant une courbe granulométrique moyennement étalée (Figure VI.18), il possédant respectivement des retenues à 0.315 mm de 9.70 % et à 1.6

mm de 13.541 %. Cependant la fraction majoritaire est de 42.169 % pour un diamètre inférieur à 0.315mm.



Figure VI .18. (*a*) état brut du substrat utilisé (*b*) Courbe de distribution granulométrique du substrat utilisé.

a- Comportement du substrat brut à la lixiviation

Cette matrice solide doit être lixiviée afin de faciliter son utilisation. Les tests pratiqués sur le substrat solide brut, permettent de prévoir la constitution du lixiviat obtenu lors des manipulations réalisées. Le comportement à la lixiviation dépend des paramètres intrinsèques du substrat et des conditions opératoires imposées (agitation, pH, temps de contact, ect).

La lixiviation a été effectuée en batch par une mise en contact de la fraction solide avec une eau de robinet stockée depuis **24 heures**, sans agitation ni chauffage. Après le temps de contact imposé, chaque solution est filtrée dans un tamis grossier afin d'extraire les grosses particules puis soigneusement analysé. Deux paramètres ont été étudiés, pouvant influencer l'intensité de lixiviation : la dose mise en solution et le temps de contact.

La caractérisation de la fraction minérale et organique lixiviée a été effectuée par le dosage des MES et des MVS, de la DCO_T et la DCO_S , de l'azote organique, ammoniacal et oxydé (nitrate et nitrite) et finalement la fraction phosphorée à travers les orthophosphates ; les résultats obtenus sont regroupés dans le (**Tableau VI.11**) et (**Tableau VI.12**).

La dose mise en solution a un effet prononcé sur la composition du lixiviat, bien que son effet sur certains paramètres reste relatif comme montré sur le tableau **VI.11**.

La turbidité du lixiviat augmente relativement avec la dose du substrat ajoutée atteignant une turbidité de **4000 NTU** pour une dose de **100 g. L⁻¹**, par contre le pH a diminué (de **7.842** à

6.181) avec l'augmentation de la dose mise en solution, la variation de la température n'a pas dépassé 0.1 à 0.2 °C. Pour les faibles doses de 1.5 à 10 g.L¹, la conductivité et la salinité semblent ne pas être trop influencées par la dose ajoutée, par contre à partir de la dose de 10 g. L⁻¹, la salinité et la conductivité augmentent significativement.

Tableau VI.11. Composition du lixiviat pour les différentes doses mises en solution (temps de contact : 1 heure)

Identification	<i>S1</i>	<i>S2</i>	<i>S3</i>	<i>S4</i>	<i>S5</i>
Concentration	$1 g.L^{-1}$	$5 g.L^{-1}$	10 g.L ⁻¹	$50 g.L^{-1}$	$100 \ g.L^{-1}$
	Par	amètres globau.	x		
T de mesure	23.7-23.9	23.8-23.9	23.8-23.9	23.8-24	23.8-24
pН	7.842	7.557	7.552	6.803	6.181
Conductivité	1256	1324	1333	1829	2570
Salinité	0.6	0.6	0.6	0.9	1.3
Turbidité	14	59.4	215	525	4000
MES	92.11	144.05	373.1	815.03	4969.3
MVS	92.11	124.05	355.1	747.03	4608.3
MM	0	20	18	68	361
	1	Fraction DCO			·
DCO _T	768.21	584.64	4017.85	5925.75	9147.094
DCOs	-	-	-	-	-
	ŀ	Fraction azotée			·
N-NO ₃ ⁻	0.132	0.320	1.485	4.177	4.890
N-NO ₂ ⁻	0.0005	0.027	0.0325	0.235	0.331
N-NH4 ⁺	5.32	8.12	13.72	32.23	97.86
N-Norg	-	-	-	-	-
N-N _{Minéral}	5.452	8.467	15.237	36.642	103.081
	Frac	ction phosphore	źe		
PO_4^{-3}	0.0025	0.058	0.11	0.10	0.237
		Ratio			
DCO _S / DCO _T	-	-	-	-	-
MVS/MES	1	0.86	0.95	0.91	0.92

La fraction des matières en suspensions a atteint **4969.3 g. L⁻¹** pour la dose de **100 g. L⁻¹**. Le substrat semble être à caractère plutôt organique que minéral puisque la fraction organique représente **86%** à **100%** de la fraction en suspension. Par ailleurs la fraction carbonée a atteint jusqu'à **9126.90 mg DCO_T**.L⁻¹.

Identification	<i>S21</i>	<i>S22</i>	<i>S23</i>	<i>S24</i>
Temps de contact	2H	<i>4H</i>	12H	22H
	Paran	nètres globaux		
T de mesure	21.3-21.4	21.3-21.4	21.1-21.4	21.9-22.5
рН	7.632	7.642	7.643	7.078
Conductivité	1666	1472	1668	1834
Salinité	0.8	0.8	0.8	0.7
Turbidité	38.9	36.5	75.5	78.5
MES	818	483	964	1641
MVS	783	465	924	1582
MM	35	18	40	59
	Fr	action DCO		
DCO _T	682.248	778.17	758.81	890.11
DCOs	654.60	763.29	719.84	917.39
	Fra	action azotée		
N-NO ₃	0.031	0.0130	0.0189	0.01009
N-NO ₂	0.0304	0.0334	0.0353	0.0751
N-NH4 ⁺	3.92	6.72	8.96	10.92
N-N _K	-	43.446	-	-
N-N _{Minéral}	3.9814	6.7664	9.0142	11.00519
N-N _T	-	43.49	-	-
	Fracti	on phosphorée		
PO ₄ ⁻³	0.0809	0.1086	0.0885	0.106
	1	Ratio	1	1
DCO _T /N /P	-	100/5.58/0.0045	-	-
DCO _S / DCO _T	0.95	0.98	0.948	1.03
MVS/MES	0.95	0.96	0.95	0.96

Tableau VI.12.	Composition	du lixiviat pour les	différents temps de conta	$ct (5g.L^{-1})$
----------------	-------------	----------------------	---------------------------	------------------

Les concentrations azotées obtenues ne sont pas très importantes par rapport à l'azote ammoniacal. En effet, pour la dose de **100 g. L⁻¹** de substrat brut lixivié , **97.86 mg .L⁻¹** de N- NH_4^+ seulement ont été obtenus. Elles sont moins importantes pour les nitrates et négligeables pour les nitrites. La fraction minérale azotée totale obtenue varie entre **5.45** et **103.081 mg N.L⁻¹** pour les différentes doses de substrat brut ajoutées.

De faibles concentrations en phosphore minéral mesurées sous forme d'orthophosphates sont obtenues lors de l'étape de lixiviation, pour une dose de **100 g. L⁻¹** de substrat brut, **0.237 mg PO₄⁻³.L⁻¹** seulement ont été relargués.

Les doses de **50** et **100 g. L**⁻¹ de substrat brut ne sont pas intéressantes, puisque d'une part, le niveau atteint par la procédure de lixiviation pour ces deux doses dépasse largement le seuil des concentrations dans les eaux usées urbaines et d'autre part, le niveau atteint alourdira le suivi et induira des erreurs, puisque des dilutions seront toujours nécessaires lors de la mesure des différents paramètres. Par contre pour la dose de 1 g. L⁻¹ de substrat brut, le seuil atteint est très faible par rapport à celui des eaux usées urbaines (*ANVI.2*) (pour certains paramètres). La dose de **5 g. L**⁻¹ est plus proche de celle des eaux usées urbaines.

Selon le **Tableau VI.12,** regroupant la composition des lixiviats pour une dose de **5 g .L**⁻¹ du substrat solide à différents temps de contact, le relargage a tendance à s'atténuer pour des temps de contacts supérieurs à **12 H**.La conductivité, la salinité et le pH semblent ne pas être trop influencés par le temps de contact. Les fluctuations obtenues sont dues principalement à la fluctuation de la température lors des mesures. La fraction organique des matières en suspension du lixiviat représente en moyenne entre **94%** et **96%** de la fraction totale en suspension, la fraction carbonée soluble est majoritaire puisque les mesures de la DCO_T et la DCOs sont très proches et s'interfèrent dans certains cas.

Le relargage semble ne pas s'arrêter avec l'augmentation du temps de contact pour la fraction minérale azotée, cette dernière est principalement sous forme organique, par contre le relargage du phosphore n'est pas très important quel que soit le temps de contact.

L'ensemble des résultats obtenus par ces nombreux tests établis permettent de conclure que :

• Le substrat choisi est favorable à être utilisé puisque le lixiviat obtenu est de constitution majoritairement organique, malgré que le seuil de la charge carbonée,

dépasse les concentrations moyennes des eaux usées brutes, arrivant aux deux stations d'épuration considérées dans cette recherche, exprimées en DCO (*ANVI.2*);

- Les paramètres globaux sont très proches d'une eau usée urbaine (pH, salinité, conductivité);
- La fraction soluble est très importante, ce qui allègera l'étape de traitement biologique;
- La fraction azotée minérale dans les lixiviats n'est pas très importante par rapport à l'azote organique en comparaison avec une eau usée urbaine, où la nécessité des ajouts sous forme ammoniacal sera étudiée dans les prochaines parties de ce travail;
- La fraction phosphorée est très faible dans tous les lixiviats obtenus, et représente 1/25 des doses présentes dans une eau usée urbaine.

Le mécanisme de mise en solution qui sera établi, doit être le plus pratique possible vu les grands volumes qui seront préparés pour l'alimentation en continu du pilote et où la dose de 5 g. L^{-1} de substrat brut et un temps de contact de 4H (*S22*) seront suffisants pour obtenir des substrats liquides très favorables à alimenter un réacteur biologique.

IV.2.Test préliminaire de biodégradabilité

Un test de la biodégradabilité de la matière organique du substrat lixivié par réspirométrie type LFS (méthode décrite au chapitre IV) a été effectué avec un rapport initial S_0/X_0 (0.04 mg DCO/ mg MVS) sans ajout des substrats complémentaires, ni adaptation des microorganismes (*ES1*) au substrat *S22*.





Une faible réponse respirométrique est obtenue ne dépassant pas une respiration exogène maximale de **11.58 mg.L⁻¹h⁻¹** et un **Tr** de **75min.** Une étape d'adaptation des microorganismes au substrat synthétique semble être indispensable.

IV.3.Etape d'adaptation

La liqueur mixte *ES1* est mise en contact avec le substrat synthétique *S22* dans un réacteur de capacité **20** L aéré et agité en continu, des corrections journalières (alimentation semi continue) seront effectuées, afin de garder un temps de séjour de **1.6 j** et un âge de boue de **12j**.

Cette étape d'adaptation sera suivie par des mesures respirométriques ainsi que le dosage de la DCO_T , des **MES** et des visualisations microscopiques.

Le substrat semble inhiber l'activité microbienne et ceci apparait clairement dans le respirogramme du deuxième jour où l'évolution de la courbe de désaération est loin d'être linéaire (faible activité) avec la respiration maximale, se réduisant à **1.08 mg.** $L^{-1}h^{-1}$ et la respiration endogène est de **2.4 mg.** $L^{-1}h^{-1}$, donc plus importante (**Figure VI .20**).



Figure VI .20. Réponses resporimétriques obtenues après injection du substrat synthétique *S22* (période d'adaptation 2^{eme} *jour* et 13^{eme} *jour*).

• Suivi de l'activité respiratoire lors de l'étape d'adaptation

L'activité respiratoire (adaptation des microorganismes) est déterminée par des tests respirométriques à faible rapport initial S_0/X_0 (0.04 mg DCO/ mg MVS), l'activité s'améliore au fil des jours avec la courbe de désaération (étape de détermination de la respiration endogène et du coefficient de transfert d'oxygène) plus linéaire (Figure VI .20). La respiration maximale exogène atteint sa valeur optimale dans une durée de 13 jours

(Figure VI.21) et la respiration maximale exogène atteinte est de 87.6 mg.L⁻¹·h⁻¹, valeur adéquate et recommandée pour l'interprétation des respirogrammes obtenus (*Ekama .G et al (1986*). En parallèle l'adaptation des microorganismes au substrat, réduira la durée du test respirométrique **Tr** (durée du retour à l'endogène après injection du substrat synthétique). Il passe de 173 min dans le deuxième jour à 16 min seulement, dans le treizième jour. (Figure VI.22).



Figure VI .21. Evolution de la respiration maximale exogène durant l'étape d'adaptation



Figure VI .22. Effet de l'adaptation sur la durée du test respirométrique Tr

Au départ, la respiration endogène était de **2.22** fois plus importante, au deuxième jour, que la respiration maximale exogène. Cependant ce constat s'est inversé au fur et à mesure que les microorganismes s'adaptaient, pour devenir 2.5 fois moindre au treizième jour d'adaptation (**Figure VI.23**).

La boue adaptée alimentera le réacteur biologique de la station pilote **MP43**, et le réacteur d'adaptation sera toujours maintenu dans les mêmes conditions et sera le réservoir d'alimentation d'une boue activée et bien adaptée en cas de besoin.



Figure VI .23. Relation entre l'évolution d'OURexomax et OURend au cours de la période d'adaptation

• Etat de floculation

L'étape d'adaptation a permis d'améliorer nettement l'état de floculation de l'édifice microbien.



(a)



(b)

Figure VI.24. Etat de l'édifice microbien dans le réacteur d'adaptation (a) 7^{eme} jours (état sec), (b) 16^{eme} jours (coloration bleu de méthylène) (agrandissement ×10). (pilote d'adaptation)

Démarrant avec un inoculum *ES1* ouvert, irrégulier et présentant un indice filamenteux IF fluctuant entre 04 et 05, après 13 jours, une biomasse bien floculée avec un liquide

interstitielle plus au moins limpide, un indice filamenteux **IF** ne dépassant pas **01** et une nette prolifération des protozoaires.

IV.4. Activité des hétérotrophes et des autotrophes

Le lixiviat *S22* présente une carence en substrat azoté et phosphoré (100/5.58/0.0045) (DCO_T/ $N-N_T/P-PO_4^{-3}$). La fraction azotée présente est de constitution majoritairement organique avec **84.44%** de l'azote total, alors que la fraction azotée ammoniacale n'en représente que **15.45 %** seulement. Cette carence en azote ammoniacal peut limiter la dégradation du substrat carboné et la croissance hétérotrophique. Sa présence en solution sous forme d'azote organique pourrait être la cause de cette carence vu que l'ammonification pourrait être une étape limitante.

Un apport supplémentaire du substrat azoté sous forme ammoniacale sera pratiqué dans le même test respirométrique en diminuant le rapport **DCO/N** de **17.92** à **9.5** (rapport assurant une nitrification, (**chapitre IV**)). Un suivi de l'activité respiratoire ainsi que le taux de nitrification seront estimés pour les deux injections pratiquées.



Figure VI .25. Evolution d'OURexo en fonction du temps pour deux injections successives $(1^{\hat{e}re} inj : DCO/N : 17.92, 2^{\hat{e}me} inj : DCO/N : 9.5)$. (Pilote d'adaptation)

Le **Tableau VI.13** regroupe les paramètres identifiant les deux réponses respirométriques.La respiration maximale atteinte est deux fois plus importante dans la première injection que dans la seconde. Par contre, le retour à l'endogène nécessite plus de temps dans la deuxième injection que celle qui la précède. Le respirogramme est plus étalé (**Figure VI.25**), sans retour net à l'endogène. La quantité d'oxygène consommée est de **23.54** % plus grande dans

celle de la deuxième injection, correspondant à la nitrification qui a eu lieu dans la deuxième injection où la concentration des nitrates n'a pas dépassé **0.814 mg. L⁻¹.** Par contre, une réduction de **26.97%** dans la concentration des nitrates a été constatée, due à l'utilisation des nitrates comme source d'azote pour la biosynthèse des microorganismes hétérotrophes.

Tableau	VI.13.	Paramètres	identifiant	l'activité	respiratoire	de l'ir	noculum	ES1	après
injection	du subst	trat synthétiq	ue S22 (pré	lèvement 1	4 ^{ème} jour) (F	Pilote d ³	adaptation	1)	

So/Xo: 0.04 gDCO/gMVS					
Paramètres	1 ^{ère} in	jection	2 ^{ème} il	njection	
Send $(mg.L^{-1})$	7	.85	7	7.88	
$OURend(mg L^{-1} h^{-1})$	15.168		15	15.168	
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a} \ (\boldsymbol{h}^{-1})$	10	10.986 10.986			
Tr (min)	57.5		74.5		
Trmax (min)	16 20		20		
$OURexo max (mg L^{-1}h^{-1})$	53.088		27	27.909	
$\mathbf{Q}_{\mathrm{T}}(mg.L^{-1})$	36.324 44.875		1.875		
Yo/s	0.508 -		-		
Y _H	0.492		-		
$\mu_{\rm mH}(j^{-1})$	1.65		-		
Concentration des nitrates (mg.L ⁻¹)	0.723	0.528	0.528	0.814	
	Avant	Après	Avant	Après	

Selon les résultats obtenus on peut déduire que la quantité d'azote présente dans le substrat *S22* couvrira seulement les besoins anaboliques des hétérotrophes où aucune nitrification ne peut avoir lieu dans ces conditions, les autotrophes sont inactifs dans l'édifice microbien développé durant cette étape d'adaptation. Si la nitrification sera considérée des ajouts plus importants d'azote sous forme ammoniacal doivent être concrétisés.

IV.5.Traitement du substrat synthétique S22 dans la station pilote MP43

Le traitement du substrat synthétique S22 a été testé dans la station pilote **MP43**, en utilisant la biomasse adaptée ES4 et en prenant en considération les résultats de l'étude hydrodynamique pour fixer les conditions de fonctionnement dans cette station pilote.

IV.5.1.Démarrage du traitement dans la station pilote et conditions opératoires fixées

Un volume de **05** L de boue récupérée du pilote d'adaptation *ES4* est ajouté à la cuve d'aération de la station pilote avec **27.5** L du substrat synthétique (*S22*) préalablement préparé. Une agitation à **73** tr.min⁻¹ et une aération de **10** L.h⁻¹ou **15** L.h⁻¹ sont assurées en mode **AUTO**, ce dernier permet la programmation de l'aération et de l'agitation selon des seuils bas et haut (**2mg d'O₂.L**⁻¹) et (**5mg d'O₂.L**⁻¹) respectivement. Ce mode permet d'éviter que les conditions aérées et agitées soient concomitantes pour éviter l'augmentation du volume mort (conditions hydrodynamiques en conditions aérées et agitées, position **P2**).

Selon l'étude hydrodynamique préalablement menée, pour une agitation de **73 tr.min⁻¹** le réacteur présente **41.81 %** de zones mortes (Position **P1**). Ce pourcentage s'est vu amoindri de **43.67 %** pour la (**Position 2**) et pour une aération de **10 L.h⁻¹** et **15 L.h⁻¹** presque le même taux de volume mort est obtenu et il est de **40.18** et **42.55 %** respectivement. La question posée à ce stade, avec ces taux assez importants de zones mortes concerne l'atteinte ou pas de rendements épuratoires satisfaisants.

De faibles débits d'alimentation (2.26 $L.h^{-1}$) et de retour (1.58 -1.99 $L.h^{-1}$) ont été initialement programmés assurant un temps de séjour dans le bassin d'aération de 14.38 h , un temps de séjour dans le système biologique (bassin d'aération et le décanteur) de 7.64-8.46 h , un taux de recyclage R de 0.7-0.88 et une charge massique Cm variant entre 0.529 et 1.29 mg DCO/ mg MVS.j (*AN.VI.3*), mais à faibles débits les pompes s'engorgent surtout celle du recyclage des boues . Pour cela des débits plus importants ont été programmés mais en mode AUTO, pour assurer le même apport initialement fixé en substrat et en boue recyclée (le mode AUTO permet de programmer l'apport du substrat et du retour de la boue grâce à des minuteries contrairement au mode MANU ou toutes les pompes sont forcés). Le choix du faible débit a été assuré afin d'éviter le lessivage des boues.

IV.5.2. Suivi du traitement, de l'activité microbienne et de l'état de floculation

Trois sondes de mesure ont été placées dans le réacteur biologique permettant le suivi de la température, de la concentration de l'oxygène dissous, du pH, de la conductivité et de la salinité pendant les expérimentations sur pilote.

Des échantillons sont prélevés et analysés quotidiennement suivant les protocoles regroupés dans *(AN.IV.2)* et selon un programme prédéfini. Ce dernier ainsi que l'identification des points des prélèvements sont détaillés dans les annexes *(AN.VI.4)* et *(AN.VI.5)*.

• Evolution des paramètres globaux

Un suivi de la température, du pH, de la salinité et de la conductivité a été réalisé en différents points de la station pilote. Il ressort que les variations sont relativement minimes pour l'ensemble de la station à part peut être pour la température qui a varié pour le bassin d'aération de **6.8**°C pour l'ensemble des **23** jours de fonctionnement. Toutefois, il faut rappeler que l'influence de la température sur la cinétique hétérotrophique est toute relative.





• Rendement de dépollution

Un suivi minutieux des différents paramètres en une multitude de points de la station pilote a permis d'estimer les rendements épuratoires (**RC**, **RMES**, **RMVS et RNK**) (*AN.VI.3*). Après stabilisation des conditions de fonctionnement, le régime permanent est très rapidement atteint, le système a bien répondu dés le 3^{eme} jour de mise en contact, de forts pourcentages de dégradation sont obtenus malgré les conditions hydrodynamiques imposées. Un rendement de dépollution de la charge carbonée RC de 70.55 % est atteint dés le 3^{eme} jour et a augmenté jusqu'à 90.92% au 9^{eme} jour (Figure VI .31).

Le rendement de dépollution des matières en suspension **RMES** a fluctué entre **44.17** et **97.36 %** le long des neuf premiers jours de suivi et celui des matières volatiles en suspension **RMVS** a augmenté de **66.44%** au **3^{ème}** jour à **97.97 %** au **09^{ème}** jour (**Figure VI .32.**). L'effluent récupéré était limpide au niveau du clarificateur atteignant une turbidité de **2.03** NTU au **09 ^{ème}** jour (**Figure VI .27 (a**)). Ces fluctuations dans les **RMES** durant les sept premiers jours sont dues principalement à une relative remontée de la boue dans le décanteur où les flocs sont encore légers et nécessitent plus de temps pour atteindre une décantation idéale (**Figure VI .27 (b**)), aucune prolifération des filaments n'a été visualisée.



(a)

(b)

Figure VI.27. (a) Etat visuel du clarificateur durant les premiers jours de suivi (b) Etat visuel du décanteur durant les premiers jours de suivi dans la station pilote (remonté de la boue).

La charge azotée sous sa forme ammoniacale varie légèrement entre le point **PP1** et **PP4** et ne dépasse pas une concentration de **2.52 mg. L**⁻¹ au point **PP1**. En revanche l'azote Kjeldahl (la fraction organique) varie modérément et le pourcentage de dépollution de la charge azotée sous sa forme organique varie entre **29.51** et **63.33** % dans la première dizaine de jours de suivi (**Figure VI .32**).La nitrification n'a pas eu lieu puisque les concentrations des nitrates et des nitrites à la sortie du décanteur ont légèrement fluctuées, les mêmes

constations pour les ortho phosphates ont été enregistrées, leurs faibles concentrations sont constantes entre **PP1** et **PP4**.

• Activité microbienne

Une bonne activité microbienne a été enregistrée dés le 3^{eme} jour de suivi où une respiration maximale totale de 49.74 mg.L⁻¹.h⁻¹ (Figure VI.28) pour une injection à faible rapport du substrat synthétique a été mesurée au 8^{eme} jour. Les caractéristiques bio-cinétiques correspondantes sont regroupées dans le Tableau VI.14.

La respiration exogène maximale obtenue dans la station pilote est moins importante par rapport à celle obtenue dans le réacteur d'adaptation pour le même rapport initial **So/Xo (0.04 gDCO/gMVS)**. Par contre le taux de croissance maximal des hétérotrophes est très proche de celui d'une eau usée urbaine déterminée dans le modèle **ASM1(Tableau II.5**). Le respirogramme obtenu a présenté trois principales chutes successives, liées certainement à la fraction de la DCO composant le substrat lixivié. Le fractionnement du substrat *S22* n'a pas été effectué dans la présente étude.

Tableau VI.14. Paramètres identifiants l'activité respiratoire de l'inoculum *ES4* aprèsinjection du substrat synthétique S22 (prélèvement du 8 ^{ème} jour dans la station pilote)

So/Xo: 0.04 gDCO/gMVS			
Paramètres	Valeurs		
Send (<i>mg</i> . <i>L</i> ⁻¹)	8.1		
$OURend(mg L^{-1} h^{-1})$	12.24		
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a} (\boldsymbol{h}^{-1})$	15.3		
Tr (min)	72		
Trmax (min)	16		
$OURexo max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	37.602		
$Q_{\mathrm{TH}}(mg.L^{-1})$	10.36		
Yo/s	0.169		
Y _H	0.831		
$\mu_{\rm mH}(j^{I})$	6.74		



Figure VI.28. Evolution temporelle de la respiration totale et exogène (8^{ème} jour dans la station pilote).

• Etat de floculation

Selon les visualisations microscopiques, les flocs sont bien agglomérés ; le liquide interstitiel est limpide, avec une bonne mobilité de certains microorganismes et la présence de quelques filaments à l'intérieur des flocs. Un **IF** de l'ordre de **1** a été quantifié dans la majorité des prises.



Figure VI.29. Visualisations microscopiques des édifices microbiens agrandissement $\times 20$ (coloration bleu de méthylène) (8^{eme} jour dans la station pilote).

La turbidité du surnageant est de **5.32** NTU après une décantation d'une demi heure, la valeur du CST est de **72.4 s** et une valeur de CST normalisée de **68.56 s.L/g** au $9^{\text{ème}}$ jour.

L'indice de boue est très élevé, il est de **530 ml/g**, affirmant que la boue est gonflée non pas à cause de la présence des filaments mais plutôt par la grande légèreté du floc.

IV.6.Effets d'un arrêt général de l'alimentation électrique

L'effet d'un arrêt prolongé et complet suite à une coupure d'électricité sera le seul cas considéré dans la présente étude. En effet, l'arrêt de l'alimentation électrique interrompt l'aération et l'agitation au niveau du bassin d'aération, l'arrivée de l'influent et le recyclage des boues.

Une coupure de **64 heures** s'étalant entre l'après midi des $10^{\text{ème}}$ jour, jusqu'à la mâtinée du $13^{\text{ème}}$ j a été imposée, la conséquence de ce dysfonctionnement sera examinée en quantifiant l'effet sur le rendement épuratoire, sur l'activité microbienne et sur l'état de l'édifice microbien.

IV.6.1.Effets du dysfonctionnement sur l'activité microbienne

L'activité microbienne s'est vue réduite suite à la coupure de l'alimentation électrique et le respirogramme obtenu après injection du substrat synthétique est représenté sur la **Figure VI.30.**

La quantité totale d'oxygène consommée par les hétérotrophes a diminué de 90.31 % par rapport à celle obtenue au 8^{ime} jour avant la coupure d'électricité.

La respiration exogène hétérotrophe maximale a diminué de **81.83%**, atteignant un seuil minimal représentant un peu plus que la moitié de la respiration endogène. Ce qui fait que les paramètres biocinétiques déterminés ne sont pas représentatifs.

Tableau VI.15. Paramètres identifiant l'activité respiratoire de l'inoculum ES4 aprèsinjection du substrat synthétique S22 (prélèvement du 13 ème jour dans la station pilote ,après le dysfonctionnement)

So/Xo: 0.04 gDCO/gMVS			
Paramètres	Valeurs		
Send $(mg.L^{-1})$	7.55		
$\mathbf{OURend}(mg L^{-1} h^{-1})$	11.54		
$\mathbf{K}_{\mathbf{L}}\mathbf{a} (h^{-1})$	8.54		
Tr (min)	13		
Trmax (min)	4.5		
$OURexo max_H (mg L^{-1}h^{-1})$	6.83		
$\mathbf{Q}_{\mathrm{TH}}(\mathit{mg.L}^{-1})$	/ 1.003		
Yo/s	0.029		
Y _H	0.971		
$\mu_{\rm mH}(j^{-1})$	14.82		



Figure VI.30. (a) Evolution temporelle de l'oxygène dissous après le dysfonctionnement,
(b) Comparaison entre l'évolution temporelle de la respiration exogène avant et après le dysfonctionnement.

IV.6.2.Effets du dysfonctionnement sur le rendement épuratoire

La couleur de l'effluent dans le bassin d'aération a complètement changé en devenant noirâtre, en comparaison avec l'état du bassin avant le dysfonctionnement.

La réduction de l'activité microbienne a nettement réduit les rendements de dépollution des charges carbonées et azotées, jusqu'à 28.96 % et 9.52 % respectivement au 13^{ème} Jour (Figure VI.31). Par contre les rendements de dépollution des matières en suspension **RMES** et des matières volatiles en suspension **RMVS** semblent ne pas être trop affectés par cette perturbation en alimentation électrique (Figure VI.32).



Figure VI .31.Rendement de dépollution de la charge carbonée et de la charge azotée durant toute la période d'expérimentation dans la station pilote



Figure VI.32. Rendement de dépollution des matières en suspension et des matières volatiles en suspension durant toute la période d'expérimentation dans la station pilote

IV.6.3.Effets du dysfonctionnement sur l'état de floculation

Selon les visualisations microscopiques réalisées sur la liqueur mixte prélevée au niveau du bassin d'aération, l'état de floculation semble ne pas être endommagé, aucune prolifération excessive des filaments ne s'est produite. En revanche, le temps de succion capillaire normalisé a augmenté de **18.71 %** après ce dysfonctionnement. De même la turbidité du surnageant après une demi heure de décantation confirme les résultats du CST, en augmentant jusqu'à **21.6 NTU** après qu'elle était de **5.32 NTU**.

Comme il a été mentionné précédemment dans le chapitre V (**paragraphe X.5.3**), la bonne activité de l'édifice microbien avant ce dysfonctionnement, a permis la production des PEC en nombre suffisant, limitant par conséquent la défloculation, même en conditions de stress.

Il faut mentionner que l'étude des dysfonctionnements à l'échelle de la station pilote était limitée à ceux dus à la coupure de l'énergie électrique. En effet, il était très difficile de maintenir un fonctionnement continu du pilote, surtout pour les faibles débits, la pompe de retour des boues, programmée pour fonctionner par intermittence, trouvait des difficultés à redémarrer.

IV.7. Conclusion

L'eau usée utilisée dans la station pilote a été synthétisée à partir d'un aliment animal et sa caractérisation a permis de la trouver proche de l'eau usée domestique. Ceci a été fait pour éviter le transport des eaux usées domestiques à partir de la station d'épuration d'*IBN ZIAD*. De plus, les boues ramenées de la STEP d'*IBN ZIAD* ont été adaptées et cultivées dans un réacteur à part pour avoir toujours une réserve de boue en bonne santé.

L'étude hydrodynamique a permis de cerner le problème des zones mortes et d'identifier l'influence de l'agitation et du débit.

Par conséquent, l'ensemble des études préliminaires réalisées ainsi que l'étape d'adaptation de la biomasse ont permis de bien maitriser le traitement et d'atteindre des rendements très satisfaisants, dés les premiers jours de sa mise en marche.

Des ajustements quotidiens et un suivi minutieux ont permis de maintenir la stabilité du traitement et un état très sain de l'édifice microbien.

L'effet de l'arrêt de fonctionnement de la station pilote sur l'activité microbienne et sur les rendements épuratoires de la charge carbonée et azotée était négatif. En revanche, l'effet sur l'état de floculation de l'édifice microbien était moindre.

Comme, il a été souligné à plusieurs reprises dans cette thèse, l'activité de la biomasse est la clé de la stabilité microbienne quel que soit le dysfonctionnement subi. De même, comme il a pu être constaté dans l'utilisation de la station pilote en continu, la bonne activité microbienne a permis à la biomasse de maintenir un bon niveau de floculation malgré que le niveau de rendement de l'épuration se soit dégradé. Ceci permet également de régénérer la biomasse même après un certain temps d'arrêt.

Références Bibliographiques

\mathcal{D}

Dabaliz .A(2002), étude d'un réacteur (contacteur) gaz-liquide à jet vertical immergé en vue de son application dans le traitement des eaux usées , thèse doctorat , institut national des sciences appliqués de Lyon .France

Danckwerts P.V. (1953) Continuous flow systems. Distribution of residence times, *Chemical Engineering Science*, 50, n°24, p.3857-3866.

\mathcal{F}

Ekama .G, Dold. P et Marais. G (1986) Procedures for determining influent COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems. Water Science and Technology 18: 91–114.

\mathcal{P}

Potier O. (1993) Etude des stations d'épuration des eaux usées urbaines par boues actives : modélisation de l'aérateur canal. Th : Génie des Procédés, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, p 198.

S

Séguret .F (1998), Etude de l'hydrodynamique des procédés de traitement des eaux usées à biomasse fixée Application aux lits bactériens et aux biofiltres, thèse doctorat, université bordeaux 1.

\mathcal{V}

Villermaux J. (1993) Génie de la réaction chimique : conception et fonctionnement des réacteurs. Paris, Tec & Doc, Lavoisier, p 448.

Liste des Illustrations

Numéro de la Figure	Intitulé de la Figure	Page
1	Photo de la station pilote des boues activées utilisée MP43	254
2	Les différents compartiments de la station pilote des boues activées MP43	254
3	Signal d'entrée et de sortie obtenu après une stimulation impulsionnelle	259
4	Signaux d'entrée et de sortie obtenus après une stimulation échelon	259
5	Distribution des temps de séjour dans le cas des réacteurs idéaux et non idéaux	260
6	Les différents cas d'écoulement au sein des réacteurs	261
7	(a) représentation schématique d'écoulement dans le cas de la présence des zones mortes (b) Profil de DTS obtenu dans le cas de la présence des zones mortes	261
8	 (a) représentation schématique d'écoulement dans le cas de la présence des courts-circuits (b) réponse impusionnelle dans le cas de la présence des courts-circuits 	262
9	Configuration expérimentale pour la mesure de DTS.	263
10	Photo de (a) injection du traceur à l'entrée de l'alimentation du réacteur, (b) mesure de la conductivité juste à la sortie du réacteur.	264
11	Variation de la conductivité en fonction de la concentration de chlorure de sodium pour deux températures différentes	265
12	Exemple de réponse impusionnelle et de DTS correspondante (Q_L : 20-21L.h ⁻¹ , V_{AG} : 53 tr. min ⁻¹ et Q_G : 0 L.min ⁻¹)	265
13	Évolution de $(t - \overline{\tau_s})^2$ E(t) en fonction du temps permettant de calculer la variance (Q _L : 20-21 L.h ⁻¹ , V _{AG} : 53 tr.min ⁻¹ et Q _G : 0 L.min ⁻¹)	266
14	Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différentes vitesses d'agitation	267
15	Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différents débits d'aération	269

16	Courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues pour différentes vitesses d'agitation et débits d'aération testés	270
17	Exemples des courbes des DTS expérimentales et théoriques obtenues dans les deux emplacements de l'hélice d'agitation.	272
18	(a) état brut du substrat utilisé (b) Courbe de distribution granulométrique du substrat utilisé	274
19	Réponse respirométrique obtenu après injection du substrat synthétique <i>S22</i> (sans adaptation)	278
20	Réponses resporimétriques obtenus après injection du substrat synthétique $S22$ (période d'adaptation 2^{ime} <i>jour</i> et 13^{ime} <i>jour</i>).	279
21	Evolution de la respiration maximale exogène durant l'étape d'adaptation	280
22	Effet de l'adaptation sur la durée du test respirométrique Tr	280
23	Relation entre l'évolution d'OURexomax et OURend au cours de la période d'adaptation	281
24	Etat de l'édifice microbien dans le réacteur d'adaptation (a) $7^{\text{ème}}$ jours (état sec), (b) $16^{\text{ème}}$ jours (coloration bleu de méthylène) (agrandissement ×10). (pilote d'adaptation)	281
25	Evolution d'OURexo en fonction du temps pour deux injections successives (I^{ere} inj : DCO/N : 19.72, 2^{eme} inj : DCO/N : 9.5). (Pilote d'adaptation)	282
26	Variations des paramètres globaux dans la cuve d'aération (PP2) durant la période d'expérimentation dans la station pilote MP43	285
27	(a) Etat visuel du clarificateur durant les premiers jours de suivie (b) Etat visuel du décanteur durant les premiers jours de suivie dans la station pilote (remonté de la boue)	286
28	Evolution temporelle de la respiration totale et exogène (8^{ème} jour dans la station pilote).	288
29	Visualisations microscopiques des édifices microbiens agrandissement $\times 20$ (coloration bleu de méthylène) (8 ^{ème} jour dans la station pilote)	289
30	(a) Evolution temporelle de l'oxygène dissous après le dysfonctionnement, (b) Comparaison entre l'évolution temporelle de la respiration exogène avant et après dysfonctionnement.	290

31	Rendement de dépollution de la charge carbonée et de la charge azotée durant toute la période d'expérimentation dans la station pilote	291
32	Rendement de dépollution des matières en suspension et des matières volatiles en suspension durant toute la période d'expérimentation dans la station pilote	291

Liste des Tableaux

Numéro du Tableau	Intitulé du Tableau	Page
1	Caractéristiques géométriques des différents composants de la station pilote MP43	253
2	Les avantages et les inconvénients des différents types de traceurs utilisés dans les études hydrodynamiques	258
3	Résultats des DTS obtenus en Conditions anoxies pour différentes vitesses d'agitation	267
4	Les taux de volume mort enregistré pour les différentes vitesses d'agitation testées (conditions anoxies)	268
5	Résultats des DTS obtenus en conditions aérées pour différents débits d'aération	268
6	Les taux de volume mort enregistrés pour les différents débits d'aération testés (conditions aérées)	270
7	Résultats des DTS obtenus en conditions aérées et agitées	271
8	Les taux de volume mort enregistrés pour les différents débits d'aération et vitesses d'agitation testés (conditions aérées et agitées)	271
9	Exemple des résultats des DTS obtenus pour les différents emplacements de l'hélice d'agitation testés	272
10	Résultats comparatifs des taux de volume mort enregistrés pour les différents emplacements de l'hélice d'agitation testés	273
11	Composition du lixiviat pour les différentes doses mises en solution (temps de contact : 1 heure)	275
12	Composition du lixiviat pour les différents temps de contact (5g.L ⁻¹)	276

13	Paramètres identifiant l'activité respiratoire de l'inoculum <i>ES1</i> après injection du substrat synthétique <i>S22</i> (prélèvement 14 ^{ème} jour) (Pilote d'adaptation)	283
14	Paramètres identifiant l'activité respiratoire de l'inoculum <i>ES4</i> après injection du substrat synthétique <i>S22</i> (prélèvement du 8 ^{ème} jour dans la station pilote)	287
15	Paramètres identifiant l'activité respiratoire de l'inoculum <i>ES4</i> après injection du substrat synthétique <i>S22</i> (prélèvement du 13 ^{ème} jour dans la station pilote , après le dysfonctionnement)	289

معاهد العلم من يسخو فيعمر ها... يبني مدارج للمستقبل السنم وواضع حجرا في أس مدرسة.... أبقى على قومه من شائد الهرم

جبران خليل جبران

Conclusion Générale et Perspectives

Au terme de ce travail de recherche dont l'objectif a été l'étude des dysfonctionnements des STEPs d'*IBN ZIAD* à Constantine et de *CHELGHOUM LAID* à Mila, qui ont subi différents aléas liés à l'arrivée d'eaux usées brutes non conformes, aux coupures de l'énergie électrique et à des influents sous chargées en pollution à cause des eaux parasites. De même les défauts d'ajustement de l'aération, des retours internes et externes et des boues en excès ont également été relevés.

Il est établi que quand la biomasse épuratrice est en bonne santé le floc a une apparence dense ayant une bonne taille et un bon équilibre entre les populations bactériennes. Par conséquent l'étude de la formation du floc, sa composition et sa forme a permis de dégager une méthodologie d'étude de l'état de défloculation en considérant la visualisation au microscope, la mesure de la turbidité du liquide inter – particulaire et l'utilisation du CST mètre.

L'activité de la biomasse a été évaluée par la technique respirométrique. En effet, cette recherche a été une grande opportunité pour maitriser la technique respirométrique qui a servi à évaluer l'activité microbienne, la détermination de quelques constantes bio-cinétiques et la détermination du processus de biodégradation. Elle est actuellement utilisée dans notre laboratoire pour différents travaux de recherche en cours.

Ce travail de recherche a démontré qu'une biomasse épuratrice ayant une bonne activité est capable de résister aux différents dysfonctionnements mieux qu'une autre ayant au départ une mauvaise ou une activité réduite.

L'effet du rapport S_0/X_0 sur la biodégradation a été étudié en utilisant les deux approches.

La perturbation de l'aération dans les bassins biologiques engendre une réduction significative de la concentration en oxygène dissous à des niveaux même inférieurs à **1 mg.L**⁻¹. Il a été déterminé que les longues périodes de stress en oxygène (des jours ou des semaines) mènent à la prolifération des bactéries filamenteuses, par contre la
défloculation des flocs est la conséquence des courtes périodes de stress. De même, il est déduit que les longues durées de stress ont moins d'effets que la répétition successive du stress sur la réduction de l'activité des microorganismes qui engendre plus rapidement la lyse de ces microorganismes (trois stress consécutifs de 1 heure de temps causent déjà une lyse importante).

Dans la plupart des cas, la présence de sels réduits affecte considérablement l'efficacité des traitements (biologiques, physico-chimiques,...) mis en œuvre pour permettre le rejet dans le milieu naturel de ces effluents.

Pour l'effet de la salinité, les boues partiellement foisonnées ont été plus sensibles aux stress salins. Les respirations endogène et exogène ont été réduites considérablement dans le cas des boues déjà stressées (partiellement foisonnées) (*ES1*) par rapport aux boues saines (*ES2*). Une réduction presque complète, de **98.1 %**, a été obtenue pour la respiration exogène des boues partiellement foisonnées, comparativement à **54.36%** dans le cas des boues saines lors de l'injection de **10 g.L⁻¹** de NaCl.

Des modifications structurelles sont engendrées par l'ajout de sel, essentiellement la diminution de la taille des flocs dont la conséquence est l'augmentation significative de la turbidité du surnagent, du pourcentage de défloculation et d'hydratation.

Aux faibles concentrations de chrome (1**mg.L⁻¹**) l'effet d'inhibition semble avoir lieu. Il faut souligner que les tests de respirométrie sont plus sensibles à l'introduction d'éléments toxiques que l'examen microscopique.

L'utilisation de la station pilote nous a permis d'apprécier les problèmes liés à la recherche dans le domaine du traitement biologique. Il est utile de rappeler que les expériences en continu dans ce domaine nécessitent des temps de fonctionnement très longs (plusieurs jours à plusieurs mois) pour développer la biomasse. L'étude des DTS a permis de déterminer le pourcentage du volume mort en fonction du débit et de l'agitation. Le fonctionnement en continu a permis d'atteindre des rendements d'épuration conformes à ceux généralement obtenus pour les boues activées. L'arrêt de l'alimentation électrique pour une durée de **64 heures** a engendré la réduction significative de l'activité mais sans aboutir à un foisonnement des boues.

Ce travail ouvre de nombreuses perspectives, Il nous semble primordial de procéder au fractionnement de la charge à l'entrée de la STEP suivant la nomenclature ASM, la combinaison des résultats respirométriques et de la simulation suivant la famille ASM permettront d'obtenir des résultats fort intéressants , la réalisation d'autres essais de dysfonctionnements sur la station pilote permettront d'améliorer le spectre de connaissance et la Modélisation des effets des dysfonctionnements sera une voie à explorer.

Les Annexes

SOMMAIRE DES ANNEXES

Annexe Chapitre III

AN III.1. Les protocoles des colorations microscopiques les plus utilisées
AN.III.2. Visualisation microscopique pour l'identification de l'état du floc selon
AN. III 3. Les visualisations correspondantes pour l'établissement de (IF) selon <i>Eikelboom</i> ,
D.H.(2000)
Fikelboom $D = H (2000)$
Annexe Chapitre IV
AN.IV.1. Récapitulatif de principales techniques de mesure des taux de respiration (<i>Van Loosdrecht et al</i> (2016))
AN.IV.2. Méthodes d'analyse et de mesure utilisées/ courbes d'étalonnagesP305
AN.IV.3. Caractéristiques du papier filtre utilisé dans les mesures du temps de succion capillaire
AN.IV.4. Protocole de comptage des protozoaires par la cellule de numération de
ThomaP307
AN.IV.5. Calcul et fixation du rapport initial S_0/X_0 dans un réacteur P309 AN.IV.6. Courbe de conversion de la concentration des MVS d'une boue en DCO _T pour la détermination du facteur fcv (inoculum <i>ES1</i>)
Amara Chanitra V
Annexe Chapitre V
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement
Annexe Chapitre V AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement

Annexe chapitre III

Annexe

Annexe Chapitre III

AN III.1. Les protocoles des colorations microscopiques les plus utilisés

Coloration simple	Со	loration de Gram	Color	ration Neisser
	Cristal violet	1 min	Bleu de méthylène ((2v) 15 s
Bleu de méthylène1g. L^{-1}				
	Rinç	age à l'eau distillée	Cristal violet (1v)	
Rinçage à l'eau distillée	Lugol	1 min		
			Rinçage	e à l'eau distillée
	Rinç	age à l'eau distillée		
		puis à l'alcool	Chrysoïdine	45 s
	Safranine	1 min		
			Rinçage	e à l'eau distillée
	Rinç	age à l'eau distillée		

AN.III.2. Visualisations microscopiques pour l'identification de l'état du floc selon Eikelboom, D. H. (2000)



Figure AN.1. (a) floc microbien compact, (b) floc microbien ouvert, (c) floc microbien arrondi, (d) floc microbien irrégulier (agrandissement ×150)

AN. III 3. Les visualisations correspondantes pour l'établissement de (IF) selon Eikelboom, D. H. (2000)

IF	Filament robuste	Filament fin
0		-
1		_





AN III.4. Effet de la présence des filaments sur IB dans une STEP d'eau usée urbaine Eikelboom, D. H. (2000)

Grand effet	Moyen effet	Faible effet	Pas d'effet
M.parvicella	Actinomycètes		
S.natans	H.hydrossis	N.Limicola	<i>Type 1863^{**}</i>
Thiothrix	<i>Type</i> 0041 [*]	<i>Type 1863</i>	N.Limicola **
Type 021.N	<i>Type</i> 0092 [*]		
<i>Type 1851</i>	<i>Type 0803/0914</i>		
	Туре 1701		

* l'effet est plus prononcé dans le cas d'une STEP des eaux usées industrielles

** ces microorganismes forment des filaments flexibles, courts ou se développent sous forme de flocons.

Annexe chapitre IV

Annexe Chapitre IV

AN.IV.1. Récapitulatif de principales techniques de mesure des taux de respiration (Van Loosdrecht et al (2016))

Type de Respiromètrie	Equations	Mesuré en phase liquide		Me	suré en p	ohase gaz	zeuse		
Processus		LSS	LFS	LSF	LFF	GSS	GFS	GSF	GFF
Respiration	$V_L OUR_T$	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
Accumulation de l'oxygène dissous	$\frac{d (V_L S_0)}{dt}$	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
Flux liquide	$Q_e S_{Oe} - Q_s S_O$			1	1			1	1
Echange gazeux	$V_L K_L a (S_{OS} - S_O)$		1		1	1	1	1	1
Accumulation de l'oxygène gazeux	$\frac{d (V_G C_0)}{dt}$					-1	-1	-1	-1
Flux gazeux	$F_e C_{Oe} - F_s C_O$						1		1
Echange gazeux	$V_L K_L a (S_{OS} - S_O)$					-1	-1	-1	-1

S : Statique

F : Dynamique

AN.IV.2. Méthodes d'analyse et de mesure utilisées/ courbes d'étalonnages

Paramètres mesurés	Unité	Méthode d'analyse et de mesure
	x -1	
MES/MM/MVS	mg .L ¹	NF- 190-105
DCO _T /DCOs	mg $O_2.L^{-1}$	NF- T90-101
DBO5	mg $O_2.L^{-1}$	détermination manométrique
		Oxytop®
NO ₃ ⁻	mg N-NO ₃ L^{-1}	Méthode de dosage direct par
		photométrie (Tardat .M.H.(1984))
NO ₂ ⁻	mg N-NO ₂ L^{-1}	Méthode au réactif de Zambelli
$\mathrm{NH_4}^+$	mg N-NH ₄ .L ⁻¹	NF- T90-015
NK/Norg	mg N.L ⁻¹	NF-T90-110
PO4 ⁻³	mg $P.L^{-1}$	NF- T90-023
Conductivité	μS/cm	lecture par électrode combinée à
		sonde de température intégrée
Salinité	%	lecture par électrode combinée à
		sonde de température intégrée
pH	-	lecture par électrode combinée à
		sonde de température intégrée

• <u>Méthodes d'analyse et de mesure utilisées</u>







Annexe







Courbe d'étalonnage des nitrites (435nm)



AN.IV.3. Caractéristiques du papier filtre utilisé dans les mesures du temps de succion capillaire

Poids	440 g/m^2
Epaisseur	0.92 mm
Porosité	9 s /100 ml /650mm ²
Surface de filtration	$8.9 \text{ cm} \times 6.9 \text{ cm}$
Entonnoir de 1cm	Pour les boues rapides
Entonnoir de 1.8 cm	Pour les boues lentes
CST de l'eau distillée (entonnoir de 1.8 cm)	4 s
CST de l'eau distillée (entonnoir de 1 cm)	11 s
Face de mesure	La face rugueuse placée vers le haut
Apparence de la Tache	Circulaire ou légèrement ovale suivant le
	grain du papier

AN.IV.4. Protocole de comptage des protozoaires par la cellule de numération <u>de Thoma</u>

La numération cellulaire est la détermination du nombre de cellules contenues dans un volume précis de milieu liquide. On exprime le résultat de la numération en concentration cellulaire, c'est à dire en **nombre de cellules par litre**.

La numération cellulaire est réalisée directement par comptage au microscope, à l'aide d'une lame de comptage spéciale (ou cellule de numération).

Une cellule de numération est une lame porte objet dans laquelle est creusée une chambre de comptage de volume connu. C'est une lame épaisse en verre, comportant des rigoles et un quadrillage (cellule de malassez , cellule de thomas , cellule de burker....)



Les calculs avec la cellule de numération Thoma est comme suit :

Carré 01

Aire = $1 \text{ mm x } 1\text{mm} = 1 \text{ mm}^2$

Volume = $1 \text{ mm}^2 \text{ x } 0.1 \text{ mm} = 0.1 \text{ mm}^3 = 1 \text{ x } 10^{-4} \text{ ml}$

Cellules totales comptées x 10.000 Concentration Cellulaire = ______ Nombre de carrés

<u>Carré 02</u>

Aire = 0,2 mm x 0,2 mm = 0,04 mm²

Cellules totales comptées x 250.000 Concentration Cellulaire = Nombre de carrés

Volume = 0,04 mm² x 0,1 mm = 4 x 10^{-3} mm³ = 4 x 10^{-6} ml

Carré 03

Aire = $0,05 \text{ mm x} 0,05 \text{ mm} = 0,0025 \text{ mm}^2$

Volume = $0,0025 \text{ mm}^2 \text{ x } 0,1 \text{ mm} = 2,5 \text{ x } 10^{-4} \text{ mm}^3 = 2,5 \text{ x } 10^{-7} \text{ ml}$



AN.IV.5. Calcul et fixation du rapport initial S₀/X₀ dans un réacteur

Le rapport S_0/X_0 exprimé en mg de DCO / mg de MVS représente le rapport entre la DCO de l'effluent et les MVS (Matières Volatiles en Suspension) du mélange. Ainsi, on a la formule suivante :

$$\frac{S_0}{X_0} = \frac{\frac{DCO_{eff} \cdot V_{eff}}{V_t}}{\frac{MVS_{eff} \cdot V_{eff}}{V_t} + \frac{MVS_b \cdot V_b}{V_t}}$$
(Eq AN.IV.1)

On note :

- L'indice « *eff* » : représente l'effluent
- L'indice « *b* » : les boues activées
- V : le volume.

Le plus souvent le terme $MVS_{eff} \cdot V_{eff}$ est négligeable devant $MVS_b \cdot V_b$, car les MVS de l'effluent sont faibles devant celles des boues.

Ainsi, L'équation (*Eq AN.IV.1*) sera :

$$\frac{S_0}{X_0} = \frac{DCO_{eff} \cdot V_{eff}}{MVS_b \cdot V_b}$$
(EqAN.IV.2)

On a

$$\mathbf{V}_{t} = \mathbf{V}_{b} + \mathbf{V}_{eff} \tag{EqAN.IV.3}$$

De (EqAN.IV.2) et (EqAN.IV.3) on aura :

$$V_{eff} = \frac{S_0}{X_0} \cdot \frac{MVS_b}{DCO_{eff}} \cdot V_b = \frac{S_0}{X_0} \cdot \frac{MVS_b}{DCO_{eff}} \cdot (V_t - V_{eff})$$
(EqAN.IV.4)

Finalement :

$$V_{eff} = \frac{\frac{S_0}{X_0} \cdot \frac{MVS_b}{DCO_{eff}}}{1 + \frac{S_0}{X_0} \cdot \frac{MVS_b}{DCO_{eff}}} \cdot V_t \qquad (Eq AN.I.V.5)$$

En définis :

 $\alpha = \frac{S_0}{X_0} \cdot \frac{MVS_b}{DCO_{eff}}$

On aura :

$$V_{eff} = \frac{\alpha}{1+\alpha} \cdot V_t$$
 (Eq AN.IV.6)

Ainsi, on fixant le volume total Vt du réacteur et le rapport S_0/X_0 souhaité, on peut déterminer le volume de l'effluent V_{eff} et de la boue V_b à injecter dans le réacteur.

AN.IV.6. Courbe de conversion de la concentration des MVS d'une boue en <u>DCO_T pour la détermination du facteur fcv (inoculum ES1</u>)



Le facteur **fcv** est égal à **1.42** en considérant que la composition moléculaire de la biomasse est exprimée par la formule chimique générale $C_5H_7NO_2$, il est estimé expérimentalement à **1.88** pour la biomasse *ES1*.

Annexe chapitre V

Annexe Chapitre V

AN.V.1. Classification des réacteurs à boues activées selon les charges et leurs performances de fonctionnement

Classification	Ст	Сv	Temps de	Besoins en	Rendement	Production de boues	Nitrification de
	(Kg DBO ₅ /	(Kg DBO ₅ /	séjours moyen	02	épuratoire	(Kg de MS / kg de DBO	l'ammoniaque
	Kg MVS.j)	m ³ ' j)	dans le réacteur	(kg / kg de	(% de la DBO ₅)	éliminée)	
			(h)	DBO ₅			
				éliminée)			
Très fortes	3	6	1	0.6-0.7	75	1.5	non
charges							
Fortes	1	2.5	2.4	0.7-0.8	80	1.0	non
charges							
Moyenne	0.5	1.5	4	0.8-1.1	85	0.9	Partielle selon la
charge							Т
Faible	0.2	0.8	8	1.3-1.5	90	1.05	Oui
charge							
Très faible							
charge	0.07	0.3	20	1.6-1.9	90-95	0.9	Oui

AN.V.2. Respirogramme obtenus après injections des différentes doses de chrome (ES1)





AN.V.3. Composition du mélange de peptone

1-Composition de la solution mélange peptone de 36000 mg. L^{-1} de DCO (ISO 8192)

- 16 g.L^{-1} de peptone
- 11 g.L^{-1} de extrait de viande (meat extract)
- $3 \text{ g.L}^{-1} \text{ de l'urée (urea)}$
- $0.7 \text{ g.L}^{-1} \text{ de NaCl}$
- $0.4 \text{ g.L}^{-1} \text{ de CaCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$
- $0.2 \text{ g.L}^{-1} \text{ de MgSO}_4, 7 \text{ H}_2\text{O}$
- $2.8 \text{ g.L}^{-1} \text{ de } \text{K}_2 \text{HPO}_4$

2-Composition de la solution A (macro nutriment)

- $320 \text{ g.L}^{-1} \text{ de } \text{K}_2\text{HPO}_4$
- $160 \text{ g.L}^{-1} \text{ de } \text{KH}_2\text{PO}_4$

Annexe

La composition de la solution mélange du peptone exprimée en DCO et NTK selon *Tugce katipoglu-yazan et al (2012)*

Constituant	$DCO_T (mg DCO. L^{-1})$	Fraction de la DCO lentement biodégradable (mg DCO.L ⁻¹)	$\frac{NTK}{(mgN.L^{-1})}$
Peptone	280	254	29
Extrait de viande	175	158	16
Urée	-	-	11
La solution mélange	455	412	56

AN.V.4. Respirogramme et dégradation du substrat, obtenus après injections des différentes doses de sel (ES3)

L'évolution temporelle de l'oxygène dissous, de la respiration exogène et de la DCOs sont représentés respectivement dans les Figures : (AN.V.4.1), (AN.V.4.2), et (AN.V.4.3).



Figure AN.V.4.1. (*a*) évolution de la concentration de l'oxygène dissous en fonction du temps, (*b*) respirogramme obtenu, (*c*) évolution de la concentration de la DCOs en fonction du temps (dose de sel 3 g.L^{-1})



Figure AN.V.4.2. (*a*) évolution de la concentration de l'oxygène dissous en fonction du temps, (*b*) respirogramme obtenu, (*c*) évolution de la concentration de la DCOs en fonction du temps (dose de sel 10 g.L⁻¹)



Figure AN.V.4.3. (*a*) évolution de la concentration de l'oxygène dissous en fonction du temps, (*b*) respirogramme obtenu (dose de sel 15 g.L⁻¹).

Annexe chapitre VI

Annexe Chapitre VI

AN.VI.1. <i>Exemple de calcul des mesures de DTS</i>	(Les 30	premiers	points)				
$(Q_L: 20-21 L.h^{-1}, V_{AG}: 53 tr.min^{-1} et Q_G: 0 L.min^{-1})$							

t	Cond(t)	$Cond(t)$ - $Cond_0(t)$	E(t)	t E(t)	$(t-\overline{\tau_s})^2$	$(t-\overline{\tau_s})^2 E(t)$
0	1191	0	0	0	5002,88851	0
1	1256	65	0,01137	0,01137	4862,42631	55,29351
2	1255	64	0,0112	0,02239	4723,96411	52,89253
3	1255	64	0,0112	0,03359	4587,50191	51,36461
4	1254	63	0,01102	0,04409	4453,03971	49,08004
5	1254	63	0,01102	0,05511	4320,57751	47,62008
6	1253	62	0,01085	0,06508	4190,11531	45,44912
7	1253	62	0,01085	0,07593	4061,65311	44,05572
8	1252	61	0,01067	0,08537	3935,19091	41,99556
9	1251	60	0,0105	0,09447	3810,72871	40,00065
10	1251	60	0,0105	0,10497	3688,26651	38,71518
11	1250	59	0,01032	0,11354	3567,80431	36,82653
12	1250	59	0,01032	0,12386	3449,34211	35,60378
13	1250	59	0,01032	0,13418	3332,87991	34,40166
14	1249	58	0,01015	0,14206	3218,41771	32,65714
15	1249	58	0,01015	0,1522	3105,95551	31,51599
16	1248	57	0,00997	0,15955	2995,49331	29,87108
17	1248	57	0,00997	0,16952	2887,03111	28,7895
18	1247	56	0,0098	0,17635	2780,56891	27,2414
19	1247	56	0,0098	0,18614	2676,10671	26,21798
20	1246	55	0,00962	0,19244	2573,64451	24,7639
21	1246	55	0,00962	0,20206	2473,18231	23,79724
22	1245	54	0,00945	0,20784	2374,72011	22,43437
23	1245	54	0,00945	0,21728	2278,25791	21,52308
24	1244	53	0,00927	0,22253	2183,79571	20,24863
25	1244	53	0,00927	0,23181	2091,33351	19,3913
26	1244	53	0,00927	0,24108	2000,87131	18,55252
27	1243	52	0,0091	0,24563	1912,40911	17,3977
28	1243	52	0,0091	0,25472	1825,94691	16,61113
29	1242	51	0,00892	0,25875	1741,48471	15,53809
30	1242	51	0,00892	0,26767	1659,02251	14,80234

AN.VI.2. Caractéristiques moyennes d'une eau usée brute (2009 à 2014)

Paramètres	2009	2010	2011	2012	2013	2014
DCO	242.5	263.71	262	258.4	482.36	326.83
DBO	168.91	131.75	148.16	114.14	203.33	170
MES	198.58	165.81	176.75	128.33	229.41	169.5
рН	-	7.91	8.265	-	7.87	8.09
Conductivité	1541.6	1625.25	1558.08	1561.6	1811.66	1701.41
Salinité	0.7	0.66	0.7	0.7	0.85	0.825

Eau usée brute d'IBN ZIAD

Eau usée brute de CHELGHOUM LAID

Paramètres	2009	2010	2011	2012	2013	2014
DCO	423.35	459.5	490.10	429.81	561.35	448.87
DBO	279.28	325.30	350.51	307.94	303.67	265.41
MES	265.16	283.73	347.48	350.63	277.66	222.1
NH ₄	-	-	-	-	36.387	72.245
NO ₃	59	-	-	39.4	34	29.95
NO ₂	0.306	-	-	-	0.92	0.403
PO ₄	25.25	-	-	4.69	2.48	2.72
рН	7.83	7.87	7.84	7.82	7.45	7.83
Conductivité	1884	1723.33	2032.5	2091.5	2082.5	1830

AN.VI.3. Paramètres de fonctionnement du réacteur biologique

- Q_r : débit de liqueur recyclée
- Q : débit d'eau usée à l'entrée du réacteur
 - Taux de recyclage R

Le taux de recyclage est défini comme étant le débit d'eau recyclé sur le débit d'eau à l'entrée du réacteur

Annexe

 $R = \frac{Q_r}{Q} = \frac{X - X_0}{X_r - X}$

• Temps de séjour hydraulique dans le réacteur θ

Le temps de séjour ou le temps de résidence hydraulique dans le réacteur est défini comme étant le volume du réacteur sur les débits des eaux usées à l'entrée et recyclés dans le réacteur

$$\theta = \frac{V}{Q}$$
 (*EqANVI.2*)

• Temps de séjour hydraulique dans le système θ_h

Le temps de séjour ou le temps de résidence hydraulique dans le réacteur est défini comme étant le volume du réacteur sur les débits des eaux usées à l'entrée et recyclés dans le réacteur

$$\theta_{\rm h} = \frac{V}{Q+Qr} \tag{EqANVI.3}$$

L'équation (Eq ANVI.3) devient

$$\theta_{\rm h} = \frac{\theta}{1+R}$$
 (EqANVI.4)

• Age des boues θ_c

Ou temps de rétention des solides c'est le rapport de biomasse présente dans le réacteur sur le taux massique de biomasse quittant le système

$$\theta_c = \frac{VX}{Q_W X_r + (Q - Q_W) X_e}$$
 (EqANVI.5)

Puisque la concentration de la biomasse à la sortie du système est très négligeable ($X_e = 0$) donc

$$\theta_c = \frac{VX}{Q_W X_r}$$
 (EqANVI.6)

• Charge massique Cm

C'est le rapport journalier entre la masse de pollution entrant dans le réacteur et la masse de la biomasse épuratrice mise en œuvre

$Cm = \frac{Q S_0}{X V}$	(EqANVI.7)
--------------------------	------------

Annexe

• Charge volumique Cv

C'est le rapport journalier entre la masse de pollution entrant dans le réacteur et le volume du réacteur

$$Cv = \frac{Q S_0}{V}$$
 (EqANVI.8)

• Temps de lessivage

Le temps de lessivage correspond au débit critique qui peut lessiver la biomasse du réacteur, le temps de séjour doit être nettement plus grand que le temps de lessivage afin de permettre la conversion du substrat et la production de biomasse.

• Le rendement épuratoire

Les équations (*EqANVI.9*), (*EqANVI.10*), (*EqANVI.11*) *et* (*EqANVI.12*) permettent l'estimation des rendements épuratoires **RC**, **RMES**, **RMVS** *et* **RNK** par rapport à la dégradation du substrat carboné, à celle des MES ,MVS et l'azote Kjeldahl respectivement

$\mathbf{RC} \ (\%) = \frac{DCO_{I-} DCO_{f}}{DCO_{I}}$	(EqANVI.9)
RMES (%) = $\frac{MES_{I-}MES_{f}}{MES_{I}}$	(EqANVI.10)
RMVS (%) = $\frac{MVS_{I-}MVS_{f}}{MVS_{I}}$	(EqANVI.11)
$\mathbf{RNK}(\%) = \frac{NK_{I-}NK_{f}}{NK_{I}}$	(<i>EqANVI.12</i>)

AN.VI.4. Identification des points de prélèvement dans la station pilote

Identification	Point de prélèvement	Vannes
PP1	Cuve d'alimentation	-
PP2	Cuve d'aération	V3
PP3	Fond du décanteur	V5

PP4	Sortie du décanteur	V8		
PP5	Sortie du clarificateur	-		

AN.VI.5.Programme de prélèvement pour le suivie du traitement du substrat

S22 dans la station pilote

	Paramètres de suivie	PP1	PP2	PP3	PP4	PP5	Cadence de prélèvement
1	DCOT	×			×	X	Chaque jour
2	DCOS	×			×	×	Chaque jour
3	MES	×	×	X	×	×	Chaque jour
4	MM	×	×	×	×	×	Chaque jour
5	MVS	×	×	×	×	×	Chaque jour
6	NK	×			×	×	Chaque jour
7	NH4	×			×	×	Chaque jour
8	NO2	×			×	×	Chaque jour
9	NO3	×			×	×	Chaque jour
10	PO4	×			×	×	Chaque jour
11	PH	×	×	×	×	×	Chaque jour
12	Conductivité	×	×	×	×	×	Chaque jour
13	Salinité	×	×	×	×	×	Chaque jour
14	Visualisation		×				2-3fois par semaine
15	IB		×				2-3fois par semaine
16	Turbidité du surnageant		×				2-3fois par semaine
17	CST		×				2-3fois par semaine
18	Test respirometrique		×				2-3fois par semaine

ملخص

جميع محطات معالجة مياه الصرف الصحي وخاصة تلك التي تستخدم الحمأة المنشطة تخضع للإختلالات البيولوجية وغير البيولوجية التي لها تأثير كبير على النشاط الميكروبي الذي يشكل الكتلة الحيوية للتنقية ، على حالتي التلبد وقدرة التسوية. لقد تم اعتبار عدة أعطال في مفاعل الدفعة و المفاعل المستمر (تصريف النفايات السائلة غير متوافقة ،اضطرابات التهوية وقطع التيار الكهربائي). و تم تقييم تأثيرها بواسطة تقنية رسبرومتريك ، عن طريق تقدير النسبة المؤوية للتنقية معلى متوافقة ،اضطرابات التهوية وقدم التسوية. مع اعتبار عدة أعطال في مفاعل الدفعة و المفاعل المستمر (تصريف النفايات السائلة غير متوافقة ،اضطرابات التهوية وقطع التيار الكهربائي). و تم تقييم تأثيرها بواسطة تقنية رسبرومتريك ، عن طريق تقدير النسبة المئوية للتفك و الترطيب من جهة والمشاهدة المجهرية من جهة أخرى

كلمات البحث : اختلال وظيفي ، قياس رسبر ومتريك ، المشاهدة المجهرية ، وقت الشفط الشعرية ، التعكر ، نموذج ASM

Résumé

L'ensemble des stations d'épuration des eaux usées et plus particulièrement celles utilisant les boues activées sont sujettes à des dysfonctionnements biologiques et non biologiques, qui ont un grand impact sur l'activité microbienne constituant la biomasse épuratrice, sur l'état de sa floculation et sur son aptitude de décantation.

Différents dysfonctionnements ont été considérés en batch et en continu (déversement des effluents non conformes, perturbation en aération, coupure d'alimentation électrique) ; leurs effets ont été évalués par des mesures respirométriques, par l'estimation du pourcentage de défloculation et d'hydratation et par des visualisations microscopiques.

Mots clés : Dysfonctionnement, Mesure respirométrique, Visualisation microscopique, Temps de succion capillaire, Turbidité, Modèle ASM

Abstract

All wastewater treatment plants, in particular those using activated sludge, are subject to biological and nonbiological dysfunctions, which have a great impact on the microbial activity constituting the purifying biomass, on the state of its flocculation and its sedimentation capability.

Different dysfunctions were considered in the batch and continuous reactor (discharge of the non - conforming effluents, disturbance in aeration, and cut of electrical supply), their effects were evaluated by respirometric measurements, the estimation of the percentage of deflocculation and Hydration and microscopic visualization.

Key words: Dysfunction, Respirometric measurement, Microscopic visualization, Capillary suction time, Turbidity, ASM model