

THESE

présentée à
L'UNIVERSITE BORDEAUX 2

ECOLE DOCTORALE
Sciences de la vie et de la santé

par **Florian Delrue**

POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR
SPECIALITE : Biologie

MODELISATION DU PROCEDE BIOREACTEUR A MEMBRANES IMMERGEES :
CALAGE ET VALIDATION DU MODELE ASM1 SUR UN SITE REEL - ETUDE DES
INTERACTIONS BOUES ACTIVEES, CONDITIONS OPERATOIRES ET MEMBRANE

Soutenue le 22 décembre 2008 devant le jury composé de :

Directrice de thèse :	Madame Martine MIETTON-PEUCHOT	Professeur – Université de Bordeaux II
Rapporteurs :	Monsieur Alain GRASMICK	Professeur – Université Montpellier II
	Monsieur Peter VANROLLEGHEM	Professeur – Université Laval, Canada
Examineurs :	Madame Claire ALBASI	Chargée de Recherche – ENSIACET Toulouse
	Madame Corinne CABASSUD	Professeur – INSA Toulouse
	Monsieur Yvan RACAULT	Directeur de Recherche – Cemagref Bordeaux

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein de l'unité REBX du CEMAGREF de Bordeaux. Je tiens donc tout d'abord à remercier M. Daniel Poulain, le chef d'unité, pour son accueil et sa disponibilité. Ensuite, ma reconnaissance va tout naturellement à mon encadrant, M. Yvan Racault, Directeur de Recherche au CEMAGREF de Bordeaux, pour son soutien tout au long de ces trois années.

Cette thèse a été effectuée sous la direction de Mme Martine Mietton-Peuchot, Professeur à la faculté d'œnologie de l'Université de Bordeaux 2, je la remercie vivement d'avoir accepté de suivre mon travail. J'exprime toute ma gratitude à Mme Corinne Cabassud, Professeur à l'INSA de Toulouse, et à M. Mathieu Spérandio, Maître de Conférence à l'INSA de Toulouse, pour leur aide dans ce travail et leur participation au comité de thèse. Un grand merci également à Anne-Emmanuelle Stricker pour sa relecture très efficace de ce rapport. Je tiens aussi à remercier Jean Marc Choubert pour son aide précieuse dans la maîtrise de la modélisation.

Je remercie grandement, Messieurs Peter Vanrolleghem, Professeur de l'Université Laval au Québec, et Alain Grasmick, Professeur de l'Université de Montpellier 2, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce manuscrit.

Mes remerciements vont également à toute l'équipe épuration du Cemagref de Bordeaux : à Alain pour son aide et sa sympathie, à Jacky, notre spécialiste des petites bêtes et à Jean-Claude, Mister Capteur. Je me dois de tirer également mon chapeau aux filles du laboratoire (Brigitte et Brigitte, Maryse et Muriel) qui ont toujours analysé mes échantillons dans la joie et la bonne humeur malgré leur nombre parfois indécent ! Je remercie également les deux stagiaires que j'ai eu l'honneur d'encadrer : Laura Gonzalez et Céline Perez.

J'exprime ma reconnaissance à toutes les personnes qui ont permis la réalisation de ce travail : Jean-Daniel Laborde, Christophe Guerrero, Anne-Laure Belloi de la Lyonnaise des Eaux, Mathieu Gaillard, Thomas Peneau de Degrémont et Yves Coquet et Philippe Corlay de la Saur.

J'ajouterai également un grand merci à la Région Aquitaine qui a financé partiellement cette thèse.

Rares sont les occasions où l'on peut remercier tous ses amis, je vais donc en profiter quelque peu et prendre le temps de citer tout ceux que j'ai côtoyé et sur lesquels j'ai pu compter durant ces trois années.

Je commence tout d'abord par mes amis au sein du Cemagref, je pense particulièrement à « Dancing » Maria (pour son soutien, mutuel, pendant la thèse), à Vaitoun' (pour son aide et sa sympathie comme collègue de bureau) et aussi à You, Seb, Nico, etc... ainsi que tous les

stagiaires qui sont passés et qui, chaque année, amènent avec eux un souffle de jeunesse au Cemagref.

Ensuite, viennent mes amis d'enfance (en souvenir de toutes nos aventures, du super-grill aux scouts en passant par la version américaine de YMCA) qui ne comprennent pas toujours forcément ce que je fais mais qui ont toujours essayé : Auré, Irfan, Cédric et Jo.

Je remercie aussi de tout cœur mes amis de prépa qui m'ont initié aux joies des jeudis « Mob ou riz ? » et avec qui j'ai encore l'occasion de m'entraîner assez régulièrement, je pense principalement à Matthieu, Fabien, Bertrand et Jeff.

Le passage par une école d'ingénieur a attisé mon goût pour la recherche et m'a aussi permis de rencontrer des personnes aux divers talents (artistiques ou pas). Parmi celles-ci, je cite volontiers les amis qui m'ont toujours soutenu (même dans les plus mauvaises postures) : mon cher coton-tige (ou l'inverse), Bastien, mon coach pour la pratique de l'hélicoptère, Damien, mon binôme velu mais sexy, Peyo et mon sympathique bûcheron fan des années 80, Pierre.

Enfin, la dernière catégorie d'amis, la plus récente : mes amis rencontrés par l'intermédiaire des cours de théâtre. Je les remercie vivement de m'avoir aidé à m'évader sur scène, hors des frontières de la thèse, je pense notamment à : Alex, Anthony, Caro, Magali, Nadège, Pascaline, Stéphane et Véro.

Une mention spéciale pour la Miss Sans Plomb grâce à qui l'expression « finir en beauté » me va à merveille.

Et je me permets aussi de remercier toutes les personnes qui par leurs actes, leurs conseils, leurs avis ou leurs jugements, bons ou mauvais, ont forgé ma personnalité et m'ont permis d'être tel que je suis. J'ajouterai juste cette phrase résumant un peu cette pensée : « si on s'attache trop aux femmes chocolats, la vie devient vite une misère ».

Et pour finir, comme on dit toujours « last but not least », je tiens à remercier toute ma famille qui m'a toujours soutenu quels que soient mes choix et sur laquelle, je peux compter, à tout moment, je pense bien sûr à M'man, P'pa, Soeurette et TiBen.

Résumé

Les bioréacteurs à membranes (BAM) sont de plus en plus utilisés dans le domaine du traitement des eaux résiduaires urbaines notamment lorsque le terrain est limité ou qu'un traitement épuratoire poussé est requis. Néanmoins, la gestion de ces installations et plus particulièrement du colmatage des membranes reste difficile et constitue généralement une source de problèmes pour les exploitants. La modélisation est un outil efficace et déjà éprouvé sur les procédés conventionnels à boues activées pour l'aide à la conduite et à la compréhension de procédé avec les modèles de boues activées de type ASM. Le traitement biologique donc, et aussi les capacités de filtration des membranes (colmatage) sont deux aspects qui peuvent être modélisés sur les BAM. Au cours de ce travail, trois installations réelles ont été étudiées et l'une d'entre elles a été choisie pour le calage du modèle ASM1. La méthodologie a été adaptée aux spécificités des bioréacteurs à membranes et de l'installation modélisée en particulier (fractionnement des eaux usées, calage de l'aération) et un nouveau jeu de paramètres de l'ASM1 a pu être constitué.

L'influence des propriétés des boues activées et des conditions d'opération sur les capacités de filtration des membranes reste encore l'objet de nombreuses recherches, généralement sur installations pilotes, et la modélisation dans ce domaine n'en est qu'à ses débuts. L'objectif de ce travail concernant la filtration membranaire a été de caractériser le système « membrane/boues » à travers l'étude des interactions entre les propriétés des boues, les conditions d'opération et les paramètres de la filtration (perméabilité membranaire et vitesse de colmatage) à comparer avec les résultats de la littérature scientifique. Les deux BAM étudiés ont montré des comportements et relations entre paramètres assez différents confirmant la complexité des interactions entre membrane, boues et conditions opératoires.

Mots-Clefs :

ASM1, Bioréacteurs à membranes, Calage, Colmatage, Installations réelles, Modélisation, Propriétés des boues activées

Abstract

Membrane bioreactors (MBRs) are becoming increasingly popular for the treatment of municipal wastewater especially when land is limited or when the treatment requirements are high. Nevertheless, the operation of these plants and in particular the fouling of the membrane are still difficult to manage for the operators. Modelling is an efficient tool, which has already been successfully used on conventional activated sludge processes, for the operation and the understanding of the process using Activated Sludge Models (ASM). Biological treatment and membranes filtration capacity (fouling) are two aspects that can be modeled on MBRs. In this work, three full-scale plants were investigated and one of them was chosen for the ASM1 calibration. The usual methodology was adapted to the MBR specificities and to the modeled wastewater treatment plant in particular (wastewater fractionation, oxygen calibration) and a new set of ASM1 parameters was estimated.

The influence of the sludge properties and the operating conditions on the membrane filtration capacity is still the subject of numerous studies, generally on pilot-scale MBRs, and modelling is in its early stages. The objective of this work regarding membrane filtration was to characterize the “membrane/sludge” system by studying the interactions between the sludge properties, the operating conditions and the filtration parameters (membrane permeability and fouling rate) and to compare them with the results from the literature. The two studied MBRs showed quite different behaviors and correlations between parameters, validating the statement that the interactions between membranes, sludge and operating conditions are very complex.

Keywords:

ASM1, Calibration, Fouling, Full-scale, Membrane bioreactor, Modelling, Sludge properties

Table des matières

Remerciements	3
Résumé	5
Abstract	9
Table des matières	13
Liste des tableaux	21
Liste des figures	27
Nomenclature	35
Introduction	43

Partie 1 : Synthèse bibliographique

I - Les bioréacteurs à membranes	48
I.1. Un peu d'histoire	48
I.1.1. Introduction au traitement des eaux usées	48
I.1.2. L'apparition des bioréacteurs à membranes	49
I.2. Principe des bioréacteurs à membranes	50
I.2.1. Les bioréacteurs à boucle externe	50
I.2.2. Les bioréacteurs à membranes immergées	51
I.2.3. Types de membranes utilisées	52
I.3. Performance des bioréacteurs à membranes	54
I.3.1. Une technologie en plein essor	54
I.3.2. Avantages/Inconvénients du procédé	54
I.3.3. Abatement des virus et bactéries	56
I.3.4. Substances prioritaires	56
II - Le phénomène de colmatage	58
II.1. Flux critique	58
II.2. Mécanismes du colmatage	60
II.3. Méthodes de quantification du colmatage	61
II.3.1. Données intégrées	62
II.3.1.1. Pression transmembranaire, perméabilité et résistance à la filtration	62
II.3.1.2. Expression de la capacité à colmater d'une boue donnée	63
II.3.2. Données instantanées - Expressions de la vitesse de colmatage	64
II.4. Paramètres influençant le colmatage	64
II.4.1. Caractéristiques des membranes	65
II.4.2. Propriétés des boues	65
II.4.2.1. Matières solubles, colloïdes et particules	65
II.4.2.2. La concentration en matières en suspension (MES)	66
II.4.2.3. La température	66
II.4.2.4. La viscosité dynamique	67
II.4.2.5. Les exopolymères (EPS)	68
II.4.3. Les conditions opératoires	71
II.4.3.1. L'âge des boues	71
II.4.3.2. Concentration en oxygène dissous	71
II.4.3.3. Les conditions hydrodynamiques	71
II.4.4. Bilan sur les paramètres influençant le colmatage	72
II.5. Moyens de lutter contre le colmatage	72
II.5.1. L'aération membranaire par grosses bulles	72

II.5.2.	Le rétrolavage.....	73
II.5.3.	Les périodes de relaxation.....	73
II.5.4.	Les lavages chimiques.....	74
II.5.5.	Autres méthodes de décolmatage des membranes.....	74
II.6.	Améliorations et autres utilisations du procédé.....	75
II.6.1.	Produits chimiques améliorant le débit de filtration.....	75
II.6.2.	Améliorations du procédé.....	76
II.6.3.	Autres possibilités d'utilisation des bioréacteurs à membranes.....	77
III -	La modélisation des bioréacteurs à membranes	78
III.1.	Introduction à la modélisation.....	78
III.2.	Les modèles biologiques – les modèles ASM	78
III.2.1.	Principe des modèles de type ASM.....	79
III.2.1.1	Le fractionnement de la DCO.....	79
III.2.1.2	Le fractionnement de l'azote.....	79
III.2.1.3	Principe de la modélisation biologique avec les modèles ASM1 et ASM3.....	80
III.2.2.	Calage des modèles ASM.....	82
III.3.	La modélisation des bioréacteurs à membranes	83
III.3.1.	Modélisation biologique des BAM.....	84
III.3.1.1	Spécificités des BAM.....	84
III.3.1.2	Quelques modèles.....	84
III.3.1.3	Paramètres ASM1 des bioréacteurs à membranes.....	84
III.3.2.	Modélisation du colmatage.....	87
III.3.3.	Modélisation associant le colmatage et la biologie.....	87

Partie 2 : Matériels et méthodes

I -	Présentation des stations d'épuration.....	92
I.1.	Station de Guéthary.....	92
I.1.1.	Présentation de la station.....	92
I.1.2.	Protocole de suivi.....	94
I.2.	Station de Le Guilvinec	96
I.2.1.	Présentation de la station.....	96
I.2.2.	Protocole de suivi.....	98
I.3.	Station de Grasse.....	99
I.3.1.	Présentation de la station.....	99
I.3.2.	Protocole de suivi.....	101
I.4.	Calculs de la production de boues et de l'âge des boues.....	101
I.4.1.	Station de Guéthary.....	102
I.4.2.	Station de Le Guilvinec.....	103
I.4.3.	Station de Grasse.....	103
II -	Analyse physico-chimiques des boues	104
II.1.	Analyses chimiques.....	104
II.1.1.	Analyses usuelles : NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^- , NTK, DCO, DBO_5	104
II.1.2.	EPS : Exopolymères sécrétés.....	104
II.1.2.1	Principe des dosages.....	104
II.1.2.2	Préparation de l'échantillon.....	105
II.1.2.3	Nomenclature.....	106
II.1.3.	COT : Carbone organique Total.....	106
II.2.	Validation de la sonde spectrophotométrique S::CAN.....	107
II.3.	Analyses physiques sur les boues activées.....	107
II.3.1.	Viscosité dynamique.....	107

II.3.2.	Tests de filtrabilité.....	108
II.3.2.1	Principe.....	108
II.3.2.2	Calcul de la résistance spécifique.....	108
II.3.3.	Indice de boues dilué.....	109
II.3.4.	Propriétés de la filtration.....	109
II.3.4.1	Pression transmembranaire et perméabilité.....	109
II.3.4.2	Vitesse de colmatage.....	110
III -	Modélisation.....	112
III.1.	Choix du modèle ASM.....	112
III.1.1.	Pourquoi l'ASM1 ?.....	112
III.1.2.	Modifications de l'ASM 1.....	112
III.2.	Protocole de calage.....	113
III.2.1.	Conditions hydrodynamiques des bassins de la station de Guéthary.....	114
III.2.1.1	Hydrodynamique de la zone d'anoxie.....	114
III.2.1.2	Hydrodynamique du bassin d'aération.....	115
III.2.2.	Etape 1 : Initialisation du modèle.....	115
III.2.3.	Etape 2 : Fractionnement des eaux usées.....	116
III.2.3.1	Détermination de la DCO soluble.....	116
III.2.3.2	Détermination de la fraction soluble inerte.....	117
III.2.3.3	Mesure complémentaire.....	118
III.2.3.4	Fractionnement de l'azote.....	120
III.2.4.	Etape 3 : Estimation des paramètres de la nitrification.....	121
III.2.5.	Etape 4 : Calage de l'oxygène.....	123
III.2.6.	Etape 5 : Estimation des paramètres cinétiques - Campagne de calage.....	124
III.2.7.	Etape 6 : Validation du modèle.....	126
III.3.	Logiciel de simulation.....	127
III.4.	Entrée des données dans le logiciel.....	127
III.4.1.	Représentation d'un bioréacteur à membranes sous le logiciel GPS-X®.....	127
III.4.2.	Données introduites dans le simulateur.....	128
III.4.2.1	Données d'entrée.....	128
III.4.2.2	Données de contrôle.....	129
III.4.3.	Cas du fractionnement des eaux usées.....	129
III.4.3.1	Fractionnement de la DCO.....	129
III.4.3.2	Fractionnement de l'azote.....	130
<u>Partie 3 : Etude de trois installations réelles de bioréacteurs à membranes</u>		
I -	Station de Guéthary.....	134
I.1.	Programme d'étude.....	134
I.2.	Analyse du procédé.....	135
I.2.1.	Charge entrante sur la station.....	135
I.2.2.	Caractéristiques des boues.....	137
I.2.3.	Hydraulique de la station de Guéthary – Concentration en oxygène.....	138
I.2.4.	Efficacité épuratoire.....	141
I.3.	Propriétés de la filtration.....	142
II -	Station de Le Guilvinec.....	144
II.1.	Programme d'étude.....	144
II.2.	Analyse du procédé.....	144
II.2.1.	Charge entrante sur la station.....	144
II.2.2.	Caractéristiques des boues.....	146

II.2.3.	Hydraulique de la station – Concentration en oxygène	147
II.2.4.	Efficacité épuratoire	147
II.3.	Propriétés de la filtration	148
III -	Station de Grasse	152
III.1.	Programme d'étude	152
III.2.	Analyse du procédé	153
III.2.1.	Charge entrante sur la station	153
III.2.2.	Caractéristiques des boues	154
III.2.3.	Hydraulique de la station – Concentration en oxygène	155
III.2.4.	Efficacité épuratoire	155
III.3.	Propriétés de la filtration	156
IV -	Comparaison des stations	159
IV.1.	Comparaison des procédés	159
IV.2.	Comparaison du fonctionnement des bioréacteurs à membranes	159
IV.3.	Comparaison des stations dans un but de modélisation	161

Partie 4 : Calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary

I -	Calage du modèle ASM1	164
I.1.	Etape 1 : Initialisation du modèle et analyse de sensibilité	164
I.2.	Etape 2 : Fractionnement des eaux usées	166
I.2.1.	Détermination de la fraction soluble inerte	166
I.2.2.	Détermination de la fraction soluble	166
I.2.3.	Choix de la méthode de fractionnement	167
I.2.4.	Fractionnement de l'azote	168
I.2.5.	Validation du fractionnement	169
I.3.	Etape 3 : Estimation des paramètres cinétiques de la nitrification	170
I.3.1.	Estimation du couple (μ_A , b_A)	170
I.3.2.	Estimation du coefficient de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH}	174
I.4.	Etape 4 : Calage de l'oxygène	175
I.4.1.	Hydraulique de la station de Guéthary – Apports horaires en oxygène	175
I.4.2.	Validation des apports horaires	175
I.5.	Etape 5 : Estimation des paramètres cinétiques	176
I.5.1.	Variations des formes azotées dans la zone anoxie	177
I.5.2.	Variations des formes azotées dans le bassin d'aération	178
I.5.3.	Concentrations de sortie des formes azotées pour la période de calage	180
I.6.	Conclusion de l'étape de calage	181
II -	Validation du modèle de la station de Guéthary	183
II.1.	Résultats	183
II.1.1.	Validation hydraulique	183
II.1.2.	Validation du fractionnement – concentration en MES, âge des boues	183
II.1.3.	Validation de l'aération - concentration en oxygène	185
II.1.4.	Validation des cinétiques de nitrification	186
II.1.5.	Validation sur les concentrations en ammoniaque et nitrate en sortie	187
II.2.	Conclusion du calage - Critiques	189
II.2.1.	Résultats du calage d'un modèle ASM1 du bioréacteur à membranes de Guéthary	189
II.2.2.	Méthodologie	190

Partie 5 : Interaction entre propriétés des boues, conditions opératoires et caractéristiques de la filtration

<i>I - Evolutions temporelles des propriétés physico-chimiques des boues</i>	194
I.1. Propriétés physiques	194
I.1.1. Viscosité.....	194
I.1.2. Indice de boues (IB).....	196
I.2. Propriétés chimiques	197
I.2.1. Carbone organique	197
I.2.1.1 Evolution des concentrations en carbone organique.....	197
I.2.1.2 Bilan sur les deux stations d'épuration	199
I.2.2. EPS.....	199
I.2.2.1 Polysaccharides	199
I.2.2.2 Protéines et substances humiques	201
I.2.2.3 Bilan sur les deux stations d'épuration	202
I.3. Pouvoir colmatant de la boue	204
<i>II - Propriétés physico-chimiques des boues et conditions opératoires</i>	207
II.1. Interrelations entre propriétés physico-chimiques des boues	207
II.1.1. Viscosité et concentration en MES.....	207
II.1.1.1 Viscosité et MES : test préalable	207
II.1.1.2 Viscosité et MES pour les BAM de Guéthary et Grasse	208
II.1.2. Matière organique dans le surnageant	209
II.1.3. Indice de boues dilué (IB)	210
II.2. Influence des conditions opératoires sur les propriétés physico-chimiques des boues 211	
<i>III - Interactions des paramètres avec le colmatage</i>	214
III.1. Pouvoir colmatant des boues	214
III.2. Interactions avec les caractéristiques de la filtration	217
III.3. Pouvoir colmatant et caractéristiques de la filtration	219
<i>IV - Conclusion - Contraintes des études sur installations réelles</i>	221
IV.1. Synthèse des résultats	221
IV.2. Contraintes des études sur installations réelles	222
Conclusion	227
Références bibliographiques	235
Annexes	249

Liste des Tableaux

Partie 1 : Synthèse bibliographique

Tableau 1 : Récapitulatif des avantages, inconvénients et principales utilisations du procédé bioréacteur à membranes.....	56
Tableau 2 : Participation des différentes fractions de la boue à la résistance totale à la filtration R_t	65
Tableau 3 : Différents modèles de dépendance de la viscosité par rapport à la concentration en MES.....	68
Tableau 4 : Moyens de lutte contre le colmatage.....	75
Tableau 5 : Paramètres décrivant le fractionnement de l'azote pour l'ASM3	80
Tableau 6 : Différents travaux sur le calage des paramètres de l'ASM1 pour les BAM.....	85
Tableau 7 : Conditions opératoires de quatre études de calage de paramètres du modèle ASM1	85
Tableau 8 : Valeurs de quelques paramètres de l'ASM1 pour plusieurs études.....	86
Tableau 9 : Valeurs de quelques constantes de demi-saturation de l'ASM1 pour plusieurs études.....	86

Partie 2 : Matériels et méthodes

Tableau 10 : Flux nominaux en entrée de station de Guéthary	93
Tableau 11 : Garanties du constructeur et exigences de l'arrêté préfectoral sur les paramètres en sortie de la station de Guéthary sur échantillons moyens 24h.....	94
Tableau 12 : Instrumentation de la station de Guéthary.....	95
Tableau 13 : Bases de dimensionnement et normes de rejets (arrêté préfectoral 7/11/2003)..	97
Tableau 14 : Instrumentation de la station de Le Guilvinec	99
Tableau 15 : Instrumentation de la station de Grasse.....	101
Tableau 16 : Méthodes utilisées pour les analyses usuelles de chimie	104
Tableau 17 : Nomenclature pour l'analyse des EPS	106
Tableau 18 : Nomenclature pour la mesure de COT.....	106
Tableau 19 : Les trois grandes étapes du calage d'un modèle ASM et les données utilisées	113
Tableau 20 : Périodes de l'exemple de campagne de calage et paramètres concernés.....	126
Tableau 21 : Données d'entrée du logiciel de simulation	128
Tableau 22 : Données de contrôle pour la simulation.....	129

Partie 3 : Etude de trois installations réelles de bioréacteurs à membranes

Tableau 23: Chronologie des interventions du Cemagref et événements sur la station de Guéthary	134
Tableau 24 : Caractéristiques des eaux usées de la station de Guéthary, été 2006.....	136
Tableau 25 : Efficacité épuratoire de la station de Guéthary	141
Tableau 26 : Chronologie des interventions du Cemagref sur la station de Le Guilvinec.....	144
Tableau 27 : Caractéristiques des eaux usées de la station de le Guilvinec, du 10/03/2006 au 31/12/2006.....	145
Tableau 28 : Caractéristiques des eaux usées de la station de le Guilvinec, du 1/01/2007 au 15/10/2007.....	146
Tableau 29 : Valeurs des ratios MVS/MES et X_{DCO}/MVS sur prélèvements ponctuels de boues de la station de Le Guilvinec	146
Tableau 30 : Efficacité épuratoire de la station de Le Guilvinec, 2006 (du 26/01/2006 au 5/12/2006)	148
Tableau 31 : Efficacité épuratoire de la station de Le Guilvinec, 2007 (du 01/01/2007 au 02/01/2008)	148
Tableau 32 : Pertes de perméabilité et coefficient de corrélation R^2 des droites de régression pour les trois compartiments membranaires de la station de Le Guilvinec, du 1/01 au 24/08/06	149
Tableau 33 : Chronologie des interventions du Cemagref et des événements sur la station de Grasse	152
Tableau 34 : Paramètres en entrée de la station de Grasse, du 1/06/2007 au 14/09/07	153
Tableau 35 : Efficacité épuratoire de la station de Grasse	156

Partie 4 : Calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary

Tableau 36 : Analyse de sensibilité pour la station de Guéthary	165
Tableau 37 : Fractions solubles de la DCO estimées par trois méthodes différentes	166
Tableau 38 : Etude de sensibilité sur la fraction soluble en régime pseudo-permanent	167
Tableau 39 : Résultats des deux méthodes de fractionnement.....	168

Tableau 40 : Ratios des eaux usées de la station de Guéthary utilisés pour leur caractérisation par le logiciel GPS-X®	168
Tableau 41 : Fractionnement de l'azote dans les eaux usées	168
Tableau 42 : Ratios pour le fractionnement de l'azote.....	169
Tableau 43 : Résultats des tests de vitesse maximale de nitrification effectués sur la station de Guéthary durant l'été 2006.....	171
Tableau 44 : Exemples de couples (μ_A , X_{BA}) correspondant à la valeur de la vitesse maximale de nitrification du 31/07/2006 et les taux de décès b_A associés	173
Tableau 45 : Concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} calculées à partir des vitesses maximales de nitrification du 17 et du 24 juillet 2006 pour quelques couples (μ_A , b_A) à 20°C	173
Tableau 46 : Apports horaires et k_{La} correspondant pour les différentes configurations de l'aération sur la station de Guéthary pour une concentration en MES des boues de 8.4 ± 0.6 gMES/L et une température de 27 ± 1 °C	175
Tableau 47 : Résultats des déviations moyennes entre concentrations en oxygène dissous (OD) simulées et mesurées par les capteurs.....	176
Tableau 48 : Paramètres estimés avec la campagne de calage, station de Guéthary	179
Tableau 49 : Déviations moyennes relatives et absolues entre les concentrations en ammoniacque et nitrate simulées et mesurées pendant la période de calage, station de Guéthary	181
Tableau 50 : Temps d'aération, apports d'air journaliers et concentrations moyennes journalières en NH_4^+ et NO_3^- simulées et mesurées dans le perméat pour les derniers jours de la période de calage	181
Tableau 51 : Paramètres de l'ASM1, valeurs par défaut et valeurs après calage	182
Tableau 52 : Vitesse maximale de nitrification pendant la période de validation et concentrations en X_{BA} correspondantes pour $\mu_A = 0.8 \text{ j}^{-1}$ à 20°C	186
Tableau 53 : Concentrations en X_{BA} calculées et simulées avec le couple (μ_A , b_A) = (0.8 j^{-1} , 0.1 j^{-1}), période de validation	186
Tableau 54 : Taux de croissance μ_A correspondant aux vitesses de nitrification maximale mesurées et aux concentrations X_{BA} simulées	187
Tableau 55 : Concentrations en X_{BA} calculées par les tests de vitesse maximale de nitrification et par simulation avec le couple (μ_A , b_A) = (0.8 j^{-1} , 0.1 j^{-1}), période de validation.....	187

Tableau 56 : Déviations moyennes relatives et absolues entre les concentrations en ammoniacque et nitrate simulées et mesurées pendant la période de calage, station de Guéthary	188
--	-----

Partie 5 : Interaction entre propriétés des boues, conditions opératoires et caractéristiques de la filtration

Tableau 57 : Principaux paramètres de fonctionnement des BAM de Guéthary et Grasse ...	194
Tableau 58 : Valeurs moyennes en COT pour les STEP de Guéthary (6 échantillons) et Grasse (15 échantillons).....	199
Tableau 59 : Valeurs moyennes des concentrations en polysaccharides pour les STEP de Guéthary (10 échantillons) et Grasse (14 échantillons)	203
Tableau 60 : Valeurs moyennes des concentrations en protéines et substances humiques pour les STEP de Guéthary (9 échantillons) et Grasse (14 échantillons).....	203
Tableau 61 : Concentrations moyennes en PMS pour la station de Grasse et sur une semaine de l'étude de Massé <i>et al.</i> (2006) avec $Ab = 110 \text{ j}$ et une charge massique de $0.08 \text{ kgDCO/kgMVS.j}$	204
Tableau 62 : Coefficients de corrélation r_s pour les concentrations en carbone organique total et celles en protéines et substances humiques pour la STEP de Grasse ($p\text{-value} < 0.01$ pour toutes)	210
Tableau 63 : Corrélations entre la charge massique et les concentrations en cCOT, COD, cEPS* et PMS* dans les boues du BAM de Grasse	212
Tableau 64 : Corrélations entre le produit $\alpha.C$, le ratio $\alpha.C/MES$ et quelques propriétés physico-chimiques des boues	216
Tableau 65 : Coefficients de corrélation entre les caractéristiques de la filtration et les autres paramètres	218
Tableau 66 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour cette étude	221
Tableau 67 : Récapitulatif des principales relations pour les stations de Guéthary et Grasse	222

Liste des figures

Partie 1 : Synthèse bibliographique

Figure 1: Principe du bioréacteur à membranes en boucle externe.....	50
Figure 2 : Seuil de coupure des différents procédés membranaires (ADEME, 2006).....	51
Figure 3 : Principe du bioréacteur à membranes immergées dans le bassin d'aération.....	51
Figure 4 : Principe du bioréacteur à membranes immergées dans un compartiment séparé ...	52
Figure 5 : Photographie d'une cassette de membranes Zenon 500c de la station de Guéthary, sorti pour nettoyage.....	53
Figure 6 : Photographie d'une cassette membranaire Kubota de la station de Le Guilvinec, avant remplissage des bassins	53
Figure 7 : Principe de la détermination du flux critique par paliers avec retour au palier précédent	59
Figure 8 : Mécanisme du colmatage à des flux sous-critiques selon la théorie du flux critique local (d'après Ognier <i>et al.</i> (2004)).....	61
Figure 9: Interactions entre les différents facteurs influençant le colmatage d'après Chang <i>et al.</i> (2002).....	72
Figure 10 : Concept de BAM avec cloisons, d'après Kimura <i>et al.</i> (2008).....	76
Figure 11 : Fractionnement de la DCO selon l'ASM1.....	79
Figure 12 : Fractionnement de l'azote selon l'ASM1 avec ajout des fractions inertes selon l'ASM3 (en italique)	80
Figure 13 : Processus ASM1, adapté de Gujer <i>et al.</i> (1999).....	81
Figure 14 : Processus ASM3, adapté de Gujer <i>et al.</i> (1999).....	82

Partie 2 : Matériels et méthodes

Figure 15 : Schéma du BAM de Guéthary.....	92
Figure 16 : Vue en coupe du bioréacteur de Guéthary.....	95
Figure 17 : Système d'acquisition des données sur la station de Guéthary	96
Figure 18 : Schéma du BAM de Le Guilvinec	98
Figure 19 : Système d'acquisition des données de la station de Le Guilvinec	99
Figure 20 : Schéma du BAM de Grasse.....	100
Figure 21 : Préparation et dosage des échantillons de boues et d'eaux usées.....	105

Figure 22 : Exemple de comparaison entre données de la sonde spectrophotométrique et du laboratoire sur échantillons moyens 24h.....	107
Figure 23 : Montage expérimental pour le test de filtrabilité.....	108
Figure 24 : Exemple d'une série de cycles de filtration (exemple de Guéthary).....	110
Figure 25: Acquisition des données sur station d'épuration pour le calage d'un modèle ASM	113
Figure 26 : Protocole de calage du modèle ASM 1.....	114
Figure 27 : Exemple de test de DBO ultime (eaux usées provenant de la station de Guéthary, le 06/09/2006)	118
Figure 28 : Méthode n°1 de détermination du fractionnement	119
Figure 29 : Méthode n°2 de détermination du fractionnement	120
Figure 30 : Dispositif expérimental pour la mesure de la vitesse de nitrification maximale et l'estimation de K_{NH}	122
Figure 31 : Principe du calcul de la respiration rO_2	122
Figure 32 : Calage de l'oxygène par la méthode « classique »	123
Figure 33 : Calage de l'oxygène à l'aide de bilans journaliers sur la DCO et l'azote	124
Figure 34 : Principe d'une campagne de calage - Exemple	125
Figure 35 : Schéma du bioréacteur à membranes de Guéthary sous le logiciel GPS-X®	128
Figure 36 : Méthode de calcul du fractionnement de la DCO par le logiciel GPS-X®	130
Figure 37 : Méthode de calcul du fractionnement de l'azote par le logiciel GPS-X®	130

Partie 3 : Etude de trois installations réelles de bioréacteurs à membranes

Figure 38 : Flux entrant sur la station de Guéthary, été 2006.....	135
Figure 39 : Charge massique et concentration en MES dans le bioréacteur de la station de Guéthary.....	136
Figure 40 : Comparaison entre concentrations en MES mesurées au laboratoire et celles affichées par le capteur.....	137
Figure 41 Evolution des ratios MVS/MES , X_{DCO}/MVS	138
Figure 42 : Mesures d'oxygène par les deux capteurs au cours d'une journée quelconque de juillet 2006.....	139
Figure 43 : Profils des trois oxymètres immergés dans le bassin d'aération de la station de Guéthary, 8 septembre 2006.....	139

Figure 44 : Profils des trois oxymètres immergés dans le bassin d'aération de la station de Guéthary, 9 septembre 2006.....	140
Figure 45 : Concentrations moyennes journalières en oxygène dissous avec l'aération par fines bulles en marche, pour les deux capteurs (2 et 4m d'immersion respectivement), station de Guéthary été 2006.....	141
Figure 46 : Evolution des moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage de la station de Guéthary durant l'été 2006	143
Figure 47 : Evolution de la charge hydraulique et de la charge en DCO sur la station de Le Guilvinec du 10/03/2006 au 28/05/2006 (gauche) et du 6/03/2007 au 3/09/2007 (droite)....	145
Figure 48 : Evolution de la concentration moyenne journalière en oxygène dissous dans le bassin d'aération de la station de Le Guilvinec, 2006.....	147
Figure 49 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°1 de la station de Le Guilvinec.....	149
Figure 50 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°2 de la station de Le Guilvinec.....	150
Figure 51 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°3 de la station de Le Guilvinec.....	150
Figure 52 : Evolution de la perméabilité des membranes des trois compartiments membranaires de la station de Le Guilvinec	151
Figure 53 : Flux entrant sur la station de Grasse, juin à septembre 2007	153
Figure 54 : Charge massique et concentration en MES dans le bioréacteur de la station de Grasse	154
Figure 55 : Evolution de la concentration moyenne en oxygène dissous dans le bassin d'aération n°2 de la station de Grasse	155
Figure 56 : Evolution des moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage de la station de Grasse sur une année	157

Partie 4 : Calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary

Figure 57 : Concentrations en MES et en MVS simulés et mesures du capteur.....	169
Figure 58 : Diagramme des étapes permettant la détermination du couple (μ_A , b_A) à partir des tests de mesure de la vitesse de nitrification maximale	172

Figure 59 : Exemple de résultat de simulation du test de nitrification utilisée au cours des étapes 1 et 3 permettant l'estimation de couples (μ_A , X_{BA})	173
Figure 60 : Concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} : valeurs simulées sur les données de la période de calage pour plusieurs couples (μ_A , b_A) et valeurs estimées par les tests de nitrification	174
Figure 61 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans la zone d'anoxie de la station de Guéthary	177
Figure 62 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le bassin d'aération de la station de Guéthary durant la campagne de calage du 31/07/06, avant calage	178
Figure 63 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le bassin d'aération de la station de Guéthary durant la campagne de calage du 31/07/06, après calage	178
Figure 64 : Concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le perméat de la station de Guéthary.....	180
Figure 65 : Comparaison entre les volumes du bassin d'aération simulé et mesuré pendant la période de validation, station de Guéthary, août 2006.....	183
Figure 66 : Evolution des concentrations en MES et MVS simulées et mesurées sur la période de validation (août 2006).....	184
Figure 67 : Comparaison entre production de boues simulée et calculée pour la période de validation sur la station de Guéthary, Août 2006.....	184
Figure 68 : Comparaison entre âge des boues simulé et calculé pour la période de validation sur la station de Guéthary, Août 2006.....	185
Figure 69 : Concentrations moyennes journalières en oxygène dissous simulées et mesurées par les deux oxymètres pour la station de Guéthary durant la période de calage, août 2006	185
Figure 70 : Concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le perméat de la station de Guéthary pendant la période de validation, août 2006	188

Partie 5 : Interaction entre propriétés des boues, conditions opératoires et caractéristiques de la filtration

Figure 71 : Evolution de la viscosité durant le suivi de la station de Guéthary	195
Figure 72 : Evolution de la viscosité durant le suivi de la station de Grasse	195
Figure 73 : Evolution de l'indice de boues durant le suivi de la station de Guéthary.....	196

Figure 74 : Evolution de l'indice de boues durant le suivi de la station de Grasse.....	197
Figure 75 : Evolution des concentrations en cCOT et COD durant le suivi de la station de Guéthary	198
Figure 76 : Evolution des concentrations en cCOT et COD durant le suivi de la station de Grasse	198
Figure 77 : Evolution des concentrations en cEPSc durant le suivi de la station de Guéthary	200
Figure 78 : Evolution des concentrations en cEPSc et PMSc durant le suivi de la station de Grasse	200
Figure 79 : Evolution des concentrations en cEPSp* durant le suivi de la station de Guéthary	201
Figure 80 : Evolution des concentrations en cEPSp* et PMSp* durant le suivi de la station de Grasse	202
Figure 81 : Distribution des cEPSc et cEPSp* pour la station de Guéthary	202
Figure 82 : Distribution des cEPSc et cEPSp* pour la station de Grasse	203
Figure 83 : Evolution des paramètres α_C et α_C/MES durant le suivi de la station de Guéthary	205
Figure 84 : Evolution des paramètres α_C et α_C/MES durant le suivi de la station de Grasse	206
Figure 85 : Viscosité (à 12 s^{-1}) d'une boue à différentes concentrations obtenues par dilution par de l'eau d'entrée et de l'eau de sortie.....	208
Figure 86 : Viscosité en fonction de la concentration en MES pour les stations de Guéthary et Grasse	208
Figure 87 : Concentrations en carbone organique en fonction des concentrations en protéines des boues de la station de Grasse	210
Figure 88 : Relation entre la concentration en carbone organique dissous (COD) dans les boues du BAM de Grasse avec l'âge des boues (NB : l'échelle des abscisses commence à l'âge de boues de 15 jours).....	212
Figure 89 : Charge massique et indice de boues pour la station de Guéthary.....	213
Figure 90 : $\alpha.C$ et charge massique pour la station de Guéthary, été 2005 (gauche) et été 2006 (droite).....	214
Figure 91 : $\alpha.C$ et charge massique pour la station de Grasse, été 2007	215

Figure 92 : αC et âge des boues pour les stations de Guéthary (gauche) et de Grasse (droite)
..... 215

Nomenclature

Sigles :

ASM	Activated Sludge Model
BAM	Bioréacteur à Membranes
BAMI	Bioréacteur à Membranes Immergées
Cemagref	Institut de recherche pour l'ingénierie de l'agriculture et de l'environnement
DCE	Directive Cadre sur l'Eau
ERU	Eau Résiduaire Urbaines
IAWPRC	International Association on Water Pollution, Research and Control
IWA	International Water Association
PCBA	Procédé Conventionnel par Boues Activées
PE	Polyéthylène
PVDF	Polyvinylidène fluoride
SBR	Sequencing Batch Reactor
STEP	Station d'épuration
WERF	Water Environment Research Foundation

Notations :

Ab	Age des boues (en jours)
b_A	Taux de décès de la biomasse autotrophe (en j^{-1})
b_H	Taux de décès de la biomasse hétérotrophe (en j^{-1})
BDCO	Fraction biodégradable de la DCO (en $gDCO/m^3$)
BSA	Serum Albumine Bovin
C	Concentration en colloïdes et en MES dans le gâteau (kg/m^3)
cCOT	Concentration en carbone organique dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300G pendant 20 minutes (en mgC/L)
cEPS _c	concentration en carbohydrates (ou polysaccharides) dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300g pendant 20 minutes (en $mgGlucose-eq/L$)
cEPS _p	concentration en protéines dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300g pendant 20 minutes (en $mgBSA-eq/L$)
cEPS _p *	somme des concentrations en protéines et substances humiques dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300g pendant 20 minutes (en $mgBSA-eq/L$)
COD	Concentration en carbone organique dissous (en mgC/L)
CST	Capillary Suction Time (en min)
DBO ₅	Demande biologique en oxygène sur 5 jours (en mgO_2/L)
DBO _{tot}	DBO ultime (en $gDCO/m^3$)
DCO	Demande chimique en oxygène (en mgO_2/L)
DCO _{éliminée} ^P	Quantité de DCO éliminée sur la période P (en $kgDCOéliminée$)

EH	Equivalent Habitant
EPS	Exopolymères Secrétés
f_{DBO}	Fraction du substrat transformé en DCO inerte lors du test de DBO
FI	Fouling Index
f_p	Fraction inerte de la biomasse
IB	Indice de boues (en mL/gMES)
ic_v	Ratio entre la fraction particulaire de la DCO et la concentration en MVS : $X_{\text{DCO}}/\text{MVS}$ (en gDCO/gMVS)
i_{NSI}	Fraction de l'azote dans la fraction soluble inerte de la DCO (en gN/gDCO)
i_{NSS}	Fraction de l'azote dans la fraction soluble biodégradable de la DCO (en gN/gDCO)
i_{NXS}	Fraction de l'azote dans la fraction particulaire biodégradable de la DCO (en gN/gDCO)
i_{NXI}	Fraction de l'azote dans la fraction particulaire inerte de la DCO (en gN/gDCO)
iv_t	Ratio entre les concentrations en MVS et en MES : MVS/MES (en gMVS/gMES)
i_{XB}	Fraction de l'azote dans la biomasse (en gN/gDCO)
i_{XP}	Fraction de l'azote dans la fraction inerte de la biomasse (en gN/gDCO)
J	Flux de filtration (en L/h.m ² ou LMH)
J _c	Flux de filtration critique (en L/h.m ² ou LMH)
J _p	Flux de filtration local (en L/h.m ² ou LMH)
k	Consistance du fluide (pour les fluides au comportement de type Ostwald)
k_A	Taux d'ammonification (en j ⁻¹)
k_{DBO}	Coefficient utilisé pour la détermination de la DBO ultime (en j ⁻¹)
k_H	Taux maximum d'hydrolyse (en j ⁻¹)
k_{La}	Coefficient de transfert de l'oxygène en eau claire (en j ⁻¹)
k_{La}'	Coefficient de transfert de l'oxygène en boues (en j ⁻¹)
K_{NH}	Constante de demi-saturation pour les ions ammonium (en gN/m ³)
K_{NO}	Constante de demi-saturation pour les nitrates (en gN/m ³)
K_{OA}	Constante de demi-saturation pour l'oxygène pour la croissance autotrophe (en gO ₂ /m ³)
K_{OH}	Constante de demi-saturation pour l'oxygène pour la croissance hétérotrophe (en gO ₂ /m ³)
K_S	Constante de demi-saturation pour la fraction soluble biodégradable (en gDCO/m ³)
K_X	Constante de demi-saturation pour la fraction particulaire lentement biodégradable (en gDCO/gDCO)
LMH	L/h/m ²
L_p	Perméabilité (en m ³ /m ² .s.Pa, unité usuelle : L/h.m ² .bar ou LMH/bar)
m_{boues}	Masse de boues présentes dans la station (en kgMES)

$m_{\text{boues extr.}}^P$	Masse de boues extraite pendant la période P (en kgMES)
$m_{\text{boues prod.}}^P$	Masse de boues produites pendant la période P (en kgMES)
MES	Matières en Suspension (gMES/m ³)
$[\text{MES}]_{\text{extr.}}^t$	Concentration en MES des boues extraites à l'instant t (en kg/m ³)
MVS	Matière Volatiles Solides (gMVS/m ³)
n	Indice d'écoulement (pour les fluides au comportement de type Ostwald)
NGI	Azote global (en mgN/L)
NH ₄ ⁺	Ammonium (ou par abus de langage ammoniacque, en mgN/L)
NO ₂ ⁻	Nitrites (en mgN/L)
NO ₃ ⁻	Nitrates (en mgN/L)
NTK	Azote Kjeldahl (en mgN/L)
P	Période étudiée (en j)
PB ^P	Production de boues sur la période P (en kgMES/kgDCOéliminée)
PMS	Produits Microbiens Solubles
PMSc	Concentration en carbodyrates (ou polysaccharides) solubles (en mgGlucose-eq/L)
PMSp	Concentration en protéines solubles (en mgBSA-eq/L)
PMSp*	Somme des concentrations en protéines et substances humiques solubles (en mgBSA-eq/L)
PO ₄ ³⁻	Phosphate (en mgP/L)
PT	Phosphore total (en mgP/L)
PTM	Pression Trans Membranaire (en Pa ou mbar)
PTM ₂₀	Pression Trans Membranaire à 20°C (en Pa ou mbar)
PTM _T	Pression Trans Membranaire à la température T (en Pa ou mbar)
Q	Débit (en m ³ /j)
Q _{agitateur}	Débit spécifique de l'agitateur (en m ³ /s)
Q _{extrac.} ^t	Débit d'extraction des boues à l'instant t (en m ³ /j)
Q _F	Débit de filtration (en m ³ /s ou L/h)
R	Résistance à la filtration (en 1/m)
R ₀	Résistance au lancement de la filtration (en 1/m)
R _c	Résistance due au gâteau formé sur la membrane (en 1/m)
R _f	Résistance due au blocage des pores (en 1/m)
R _m	Résistance intrinsèque de la membrane (en 1/m)
rO ₂	Respiration de la biomasse (en mgO ₂ /L.h)
R _t	Résistance après « t » minutes de filtration (en 1/m)
S	Surface de la membrane (m ²)
S _{DCO}	Fraction soluble de la DCO (en gDCO/m ³)
S _I	Fraction soluble inerte de la DCO (en mgDCO/L)
S _{ND}	Azote organique soluble (en gN/m ³)
S _{NH}	Concentration en ions ammonium (en gN/m ³)

S_{NO}	Concentration en nitrates et nitrites (en gN/m^3)
SRF	Specific Resistance to Filtration (en $1/m^2$)
S_S	Fraction soluble biodégradable de la DCO (en $mgDCO/L$)
T	Température (en $^{\circ}C$)
T_b	Diamètre du bassin (en m)
t_{circ}	Temps de circulation (en s)
$t_{extrac.}$	Temps de marche de l'extraction à l'instant t (en j)
TSH	Temps de séjour hydraulique (en jours ou heures)
TTF	Time To Filter (en min)
V_{bassin}	Volume du bassin (en m^3)
X_{BH}	Biomasse hétérotrophe (en $mgDCO/L$)
X_{BA}	Biomasse autotrophe (en $mgDCO/L$)
X_{DCO}	Fraction particulaire de la DCO (en $gDCO/m^3$)
X_I	Fraction particulaire inerte de la DCO (en $mgDCO/L$)
X_{ND}	Azote organique particulaire (en mgN/m^3)
X_P	Fraction particulaire inerte provenant du décès des bactéries (en $mgDCO/L$)
X_S	Fraction particulaire biodégradable de la DCO (en $mgDCO/L$)
Y_A	Rendement autotrophe (en $gDCO/gN$)
Y_H	Rendement hétérotrophe (en $gDCO/gDCO$)
$Y_{H,anox}$	Rendement hétérotrophe en période anoxie (en $gDCO/gDCO$)
$y_j(\theta_i)$	Donnée de sortie j pour l'analyse de sensibilité

Lettres grecques :

α	Résistance spécifique du gâteau déposé sur la membrane (en m/kg)
α_a	Résistance spécifique du gâteau déposé sur la membrane pendant le test de filtratio avec la cellule agitée (en m/kg)
$\delta_{i,j}$	Variation relative du paramètre θ_i sur la donnée de sortie $y_j(\theta_i)$ pour l'analyse de sensibilité (en %)
Δm_{boues}^P	Variation de masse de boues pendant la période P (en kg)
$\Delta \bar{X}_{abs.}$	Déviatio moyenne absolue pour la donnée de sortie X (en unité de X)
$\Delta \bar{X}_{rel.}$	Déviatio moyenne relative pour la donnée de sortie X (en unité de X)
$\Delta \theta_i$	Perturbation sur le paramètre i pour l'analyse de sensibilité
ϵ_T	Puissance de mélange (en W/kg)
γ	taux de cisaillement ou vitesse de cisaillement ou gradient de vitesse (en $1/s$)
η_a	Viscosité apparente (en $Pa.s$)
η_G	Facteur de croissance anoxie
η_H	Facteur de l'hydrolyse anoxie
μ	Viscosité du perméat (assimilée à celle de l'eau, soit $10^{-3} Pa.s$)

Nomenclature

μ_A	Taux de croissance des bactéries autotrophes (en 1/j)
μ_H	Taux de croissance des bactéries hétérotrophes (en 1/j)
θb_A	Coefficient de dépendance à la température du taux de décès des autotrophes b_A selon la formule : $b_{A,T} = b_{A,20} \times \theta b_A^{T-20}$
θb_H	Coefficient de dépendance à la température du taux de décès des hétérotrophes b_H : $b_{H,T} = b_{H,20} \times \theta b_H^{T-20}$
θ_i	Paramètre i pour l'analyse de sensibilité
$\theta \mu_A$	Coefficient de dépendance à la température du taux de croissance des autotrophes μ_A : $\mu_{A,T} = \mu_{A,20} \times \theta \mu_A^{T-20}$
$\theta \mu_H$	Coefficient de dépendance à la température du taux de croissance des hétérotrophes μ_H : $\mu_{H,T} = \mu_{H,20} \times \theta \mu_H^{T-20}$
θ_m	Temps de mélange (en s)

Introduction

En France, les 5.6 milliards de m³ d'eaux usées d'origine domestique sont traitées par 16 100 stations d'épurations publiques qui sont pour la plupart de taille moyenne à petite (Coutelier, 2006). Celles-ci utilisent généralement le procédé conventionnel par boues activées.

Développés depuis la fin des années 1970, les bioréacteurs à membranes ont tout d'abord été utilisés pour le traitement des eaux usées d'origine industrielle. Les premiers bioréacteurs à membranes à être utilisés pour l'assainissement public sont apparus au début des années 2000 en France. Depuis, la technologie est en plein essor sur le marché de la construction de stations d'épuration ou celui de la réhabilitation d'anciennes structures.

La technologie des bioréacteurs à membranes emprunte le traitement biologique classique par boues activées des procédés conventionnels mais la séparation entre boues activées et eaux traitées ne s'effectuent plus par un clarificateur mais à travers une membrane d'ultrafiltration. Les avantages sont nombreux comme une excellente capacité épuratoire, un gain d'emprise au sol, ou encore une rétention totale des bactéries et accrue pour les virus.

Néanmoins, les coûts d'investissement et d'opération restent plus élevés que pour une station à boues activées classique malgré une nette réduction avec l'évolution de la technologie et son arrivée à maturité.

L'automatisme très présent sur ces installations mais surtout le phénomène de colmatage des membranes nécessitent un personnel qualifié et formé à la gestion des caractéristiques des membranes. Le colmatage reste d'ailleurs l'un des principaux soucis des exploitants de ces stations.

Le besoin d'informations concernant la gestion, l'optimisation mais aussi l'évaluation des bioréacteurs à membranes grandit chez les collectivités avec l'augmentation des réponses aux appels d'offre impliquant cette technologie et aussi chez les exploitants, pour la conduite de ce procédé.

La modélisation est un outil puissant d'aide à la gestion et à la compréhension de systèmes complexes comme le sont les bioréacteurs à membranes. Ainsi, deux aspects de ces procédés peuvent être modélisés : le traitement biologique et la filtration.

Les modèles biologiques ASM (pour « Activated Sludge Modelling »), dont le premier a été publié en 1987 (Henze *et al.*, 1987), ont déjà prouvé leur efficacité pour les procédés conventionnels à boues activées sur installations pilotes (par exemple : Stricker (2000), Choubert (2002)) et sur installations réelles (par exemple : Marquot (2006)). Par contre, les études de modélisation concernant les bioréacteurs à membranes sont plutôt rares et aucune ne s'est attachée au calage complet d'un modèle ASM sur une installation réelle.

Les modèles de filtration et de détermination du colmatage sont, quant à eux, à l'état de recherche sur installations pilotes. Plusieurs modèles existent mais aucun n'est vraiment transférable sur installations réelles du fait du grand nombre de paramètres à estimer. De plus,

les facteurs agissant sur le colmatage et permettant donc de le prédire sont connus mais l'intensité de cette influence et leur capacité de prédiction du phénomène de colmatage restent encore floues. En effet, des désaccords existent sur plusieurs de ces paramètres au sein de la communauté scientifique (par exemple sur la répartition des rôles dans le colmatage des particules solides, des colloïdes et des matières solubles).

Ainsi, l'objectif principal de ce projet a été d'étudier les possibilités de modélisation des bioréacteurs à membranes réels. Trois installations de taille industrielle ont été suivies au cours de ce travail : les stations de Guéthary, Le Guilvinec et Grasse. L'acquisition des données sur ces bioréacteurs à membranes et l'analyse des prélèvements d'eaux d'entrée, de sortie et des boues ont permis la réalisation de cette étude. Les capacités de ce procédé de traitement des eaux usées ont été évaluées sur ces trois stations. Le calage du modèle ASM1 a été effectué dans le but de prouver la capacité de ce modèle à simuler le fonctionnement biologique des bioréacteurs à membrane. Parallèlement, l'étude des propriétés physico-chimiques des boues et de leurs interactions avec les conditions opératoires et le colmatage a été réalisée avec pour objectifs la caractérisation du système « membrane/boue » et la définition des paramètres importants influençant le colmatage sur installations réelles.

Ce travail est présenté sous la forme d'un mémoire comprenant cinq parties :

- Une synthèse bibliographique regroupant les principaux travaux concernant le colmatage des membranes, une introduction à la modélisation biologique par les modèles de type ASM et les études de modélisation de bioréacteur à membranes
- La présentation du matériel et des méthodes utilisées pendant cette étude : les trois stations d'épuration suivies, les méthodes de dosage chimique et les tests physiques utilisés sur les boues activées, et le protocole de calage du modèle ASM1 adapté aux bioréacteurs à membranes
- L'étude des procédés sur les trois sites : le descriptif des suivis et les évolutions des principales conditions opératoires ainsi que le choix de la station à modéliser (station de Guéthary)
- Le calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary incluant le calage de l'apport d'oxygène au système, l'estimation des paramètres cinétiques et stœchiométriques, les problèmes rencontrés et leur résolution, la validation du modèle et une conclusion sur la modélisation ASM1 pour les bioréacteurs à membranes
- L'étude des propriétés physico-chimiques des boues de deux stations (Guéthary et Grasse) et leurs interactions avec les conditions opératoires de fonctionnement mais surtout avec les caractéristiques de la filtration incluant également une comparaison des deux sites d'étude

Partie n°1 :
Synthèse bibliographique

I - Les bioréacteurs à membranes

I.1. Un peu d'histoire

I.1.1. Introduction au traitement des eaux usées

Dans un article paru en 1986 dans le journal *La Tribune du Cebedeau*, Boutin relate de façon détaillée l'histoire du traitement des eaux usées. C'est au début du 19^{ième} siècle à Londres et à Paris que se développe peu à peu la collecte des eaux usées par les réseaux d'égouts, première étape dans le domaine de l'épuration (Boutin, 1986). Ainsi, en 1832, la grande épidémie de peste et de choléra fait sentir le besoin d'un vrai réseau d'assainissement à Paris du fait du manque d'hygiène. En effet, jusqu'à cette date, les matières fécales et les urines étaient récupérées dans des fosses étanches qu'il fallait vidanger tous les deux ans (Vedry, 1996). Paris adopte alors un réseau unitaire (où eaux usées et eaux de ruissellement ne sont pas séparées) au contraire de Londres qui opte pour un réseau séparatif. Dans les deux cas, les eaux usées sont directement rejetées dans les fleuves (la Seine et la Tamise), causant des émanations d'odeurs pestilentielles qui, dès 1847, commencent à poser des problèmes à Londres. L'épandage est alors rapidement adoptée comme solution alternative, mais il demande une surface importante (11L par m² de surface, Vedry (1996)). D'autres techniques sont découvertes à la même époque (milieu du 19^{ième} siècle) : la désinfection, la filtration et la décantation.

Ensuite, les lits bactériens font leur apparition dont Warington posera les bases en 1882 et Corbett ajoutera l'aération du lit et le drainage de l'effluent en 1889. Deux types de lits sont en concurrence : les lits bactériens à percolation et les lits à contact. Ces derniers vont peu à peu être délaissés au profit des premiers qui se développeront rapidement, notamment en Angleterre avec 120 systèmes installés en 1907 (pour 22 en Allemagne et quelques unes en France, Calmette (1907)).

Puis, c'est le système des boues activées qui est découvert par Ardern et Lockett qui, entre 1914 et 1915, firent trois communications et déposèrent un brevet sur cette technique. Parallèlement, la société britannique Jones and Attwood travaillaient sur des procédés d'aération dès 1913 et c'est ainsi qu'en 1916, la première station d'épuration à base du procédé par boues activées fut installée à Worcester avec un débit nominal de 7 500 m³/j. Ensuite, avec l'arrivée de la Première Guerre Mondiale, les américains ont pris le relais du développement du traitement par boues activées avec les premières installations de taille importante : Milwaukee II avec 170 000 m³/j en 1925 et Chicago en 1927 avec un débit de 660 000 m³/j (Boutin, 1986).

Concernant les autres procédés de traitement des eaux usées, la digestion anaérobie a été initiée en Angleterre par le docteur Travis puis perfectionnée en 1905 par le docteur Imhoff en

Allemagne. C'est en 1874 que le docteur Gérardin eu l'idée d'utiliser des végétaux dans des bassins pour traiter les eaux usées et il posa ainsi les bases du lagunage. La station d'épuration de Strasbourg, la Wantzenau, exploita ce procédé pour traiter les eaux usées de la ville de 1911 à 1950. Des carpes et des truites y étaient même élevées et le produit de la vente de ces poissons permettaient d'entretenir la station (Vedry, 1996).

1.1.2. L'apparition des bioréacteurs à membranes

C'est en observant la nature que l'homme y a généralement tiré ses meilleures découvertes. Ainsi, les membranes utilisées pour la filtration dans le domaine du traitement des eaux s'inspirent directement des membranes que l'on trouve dans les milieux naturels comme celles des cellules vivantes (Wilderer et Paris, 2007). En effet, ces dernières servent de frontière entre les mondes intérieur et extérieur mais aussi de moyen de transport sélectif des molécules ainsi que de lieux pour des réactions biochimiques.

Les membranes sont d'abord apparues dans le domaine de l'eau potable puis elles ont investi les eaux usées où elles ont remplacé le clarificateur pour la séparation de la boue et de l'eau traitée. C'est à la fin des années 60 que des ingénieurs de la société Dorr-Oliver (Rugby, Royaume-Uni) développèrent les premiers bioréacteurs à l'aide de membranes d'ultrafiltration (Smith *et al.*, 1969). Associé à Sanki Engineering Co. Ltd (Nihonbashi-Muromachi, Japon), Dorr-Oliver entra sur le marché japonais au début des années 1970 où les bioréacteurs à membranes (BAM) connurent un fort essor. Ainsi, ils étaient déjà largement répandus dans les années 80 au Japon pour le traitement des eaux résiduaires urbaines (ERU) et en particulier pour la réutilisation de l'eau dans les immeubles japonais. Les membranes étaient utilisées en boucle externe, situées à l'extérieur du bassin entraînant et non immergées alors des coûts élevés en consommation énergétique. C'est pourquoi, en dehors du Japon, le procédé restait peu utilisé et plutôt restreint au traitement des eaux industrielles.

Parmi les autres procédés qui se sont développés ces dernières années, tels les biofiltres, les BAM ne constituent pas seulement une légère amélioration du système conventionnel par boues activées. En effet, les membranes d'ultrafiltration permettent d'obtenir une qualité d'eau qui la rend réutilisable sous certaines conditions (arrosage municipal, procédés industriels, prétraitement pour potabilisation, ...).

Le développement des procédés membranaires en eaux usées n'en est encore qu'à ses débuts mais leur capacité à produire une eau qui soit réutilisable représente sans doute une étape importante dans le domaine du traitement des eaux résiduaires urbaines.

I.2. Principe des bioréacteurs à membranes

I.2.1. Les bioréacteurs à boucle externe

La Figure 1 propose le schéma d'un bioréacteur à membranes utilisées en boucle externe. La membrane, remplaçant le clarificateur dans le rôle de séparation des matières solides et de l'eau traitée, offre une barrière infranchissable pour les matières en suspension ou les bactéries et elle élimine aussi une grande partie des virus du fait de son seuil de coupure généralement compris entre 0.1 et $0.01\mu\text{m}$ (microfiltration ou ultrafiltration, Figure 2).

Ce procédé est encore beaucoup utilisé dans le milieu industriel, cependant du fait des coûts importants dus à la pompe de recirculation, cette technologie est peu à peu abandonnée par les constructeurs. Désormais, on lui préfère les bioréacteurs à membranes immergées.

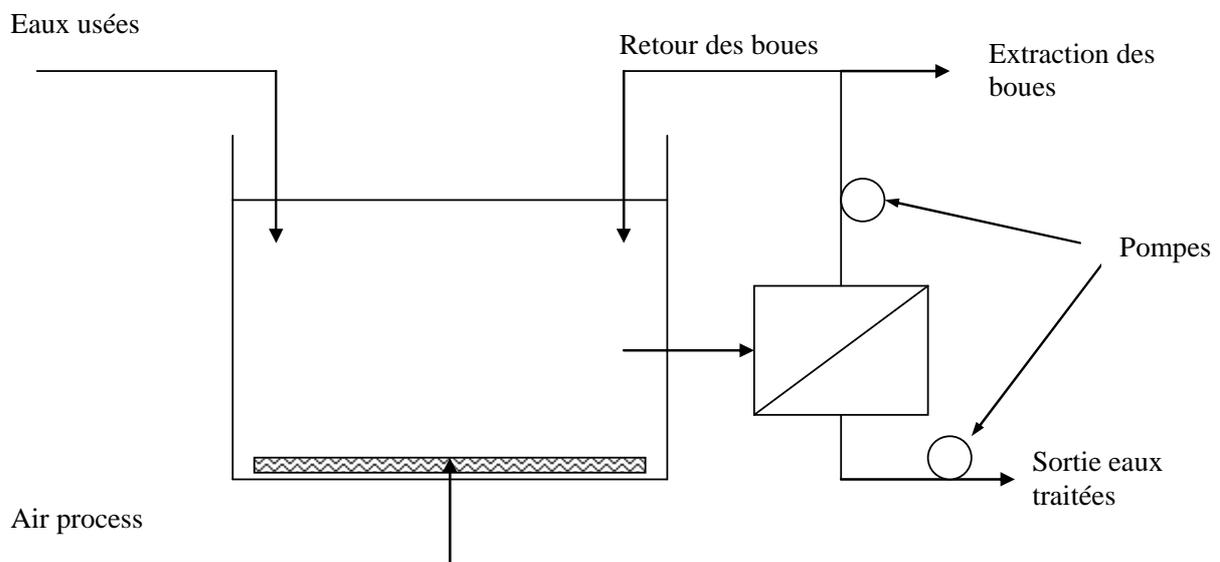


Figure 1: Principe du bioréacteur à membranes en boucle externe

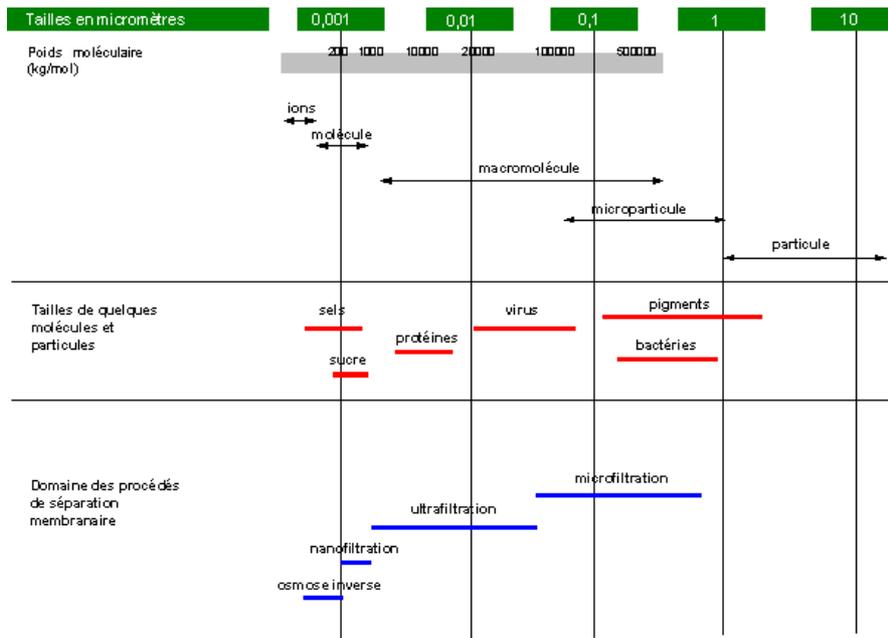


Figure 2 : Seuil de coupure des différents procédés membranaires (ADEME, 2006)

1.2.2. Les bioréacteurs à membranes immergées

Yamamoto et son équipe (Yamamoto *et al.*, 1989) modifièrent la place des membranes en 1989 : ils les introduisirent directement dans le bassin d'aération donnant naissance aux bioréacteurs à membrane immergées (BAMI). Ceux-ci sont moins énergivores que les bioréacteurs à boucle externe car l'immersion des membranes permet de gagner la pression exercée par la hauteur de boues au dessus des membranes. Ils restent tout de même plus coûteux du point de vue de l'investissement mais aussi de la maintenance et de l'opération que les procédés conventionnels par boues activées (PCBA).

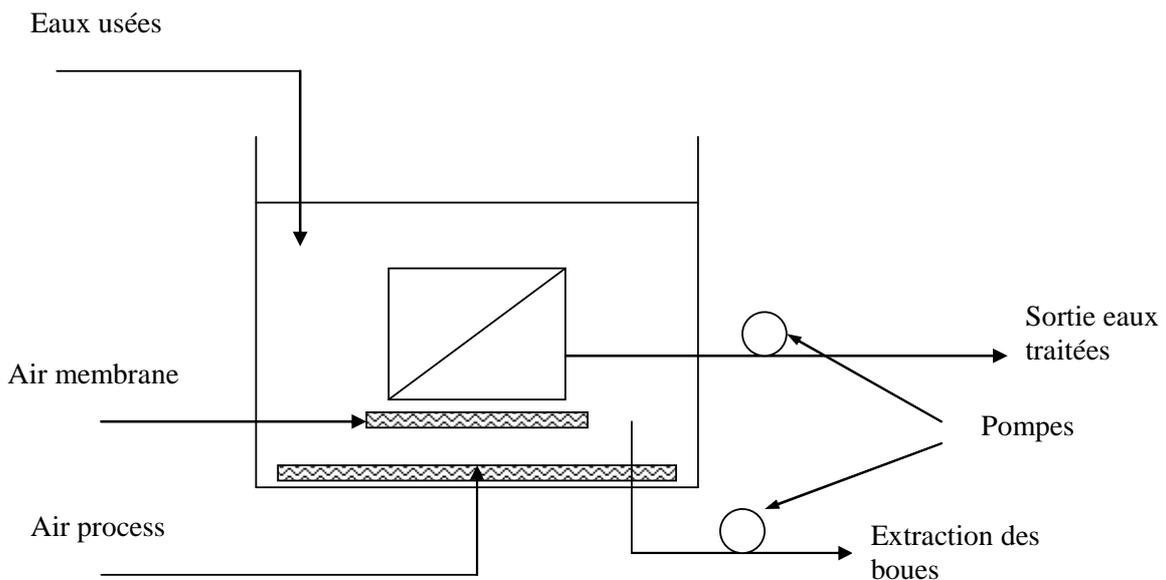


Figure 3 : Principe du bioréacteur à membranes immergées dans le bassin d'aération

On trouve deux configurations différentes de BAMI : membranes immergées dans le bassin d'aération (Figure 3) ou membranes immergées dans des compartiments spécifiques (Figure 4). De Wever *et al.* (2008) ont rapporté les avantages et les inconvénients de chaque configuration ainsi que les tendances actuelles. Ainsi, les bioréacteurs à membranes immergées dans un compartiment externe sont désormais souvent préférés notamment parce que les opérations de maintenance y sont plus aisées (lavages chimiques, changement/ajout de membranes, ...). L'immersion des membranes dans le bassin d'aération est toutefois préférée pour les plus petites installations pour des aspects économiques (génie civil) ou quand seul l'élimination du carbone est requise car alors la dénitrification n'est pas perturbée par l'aération décolmatante.

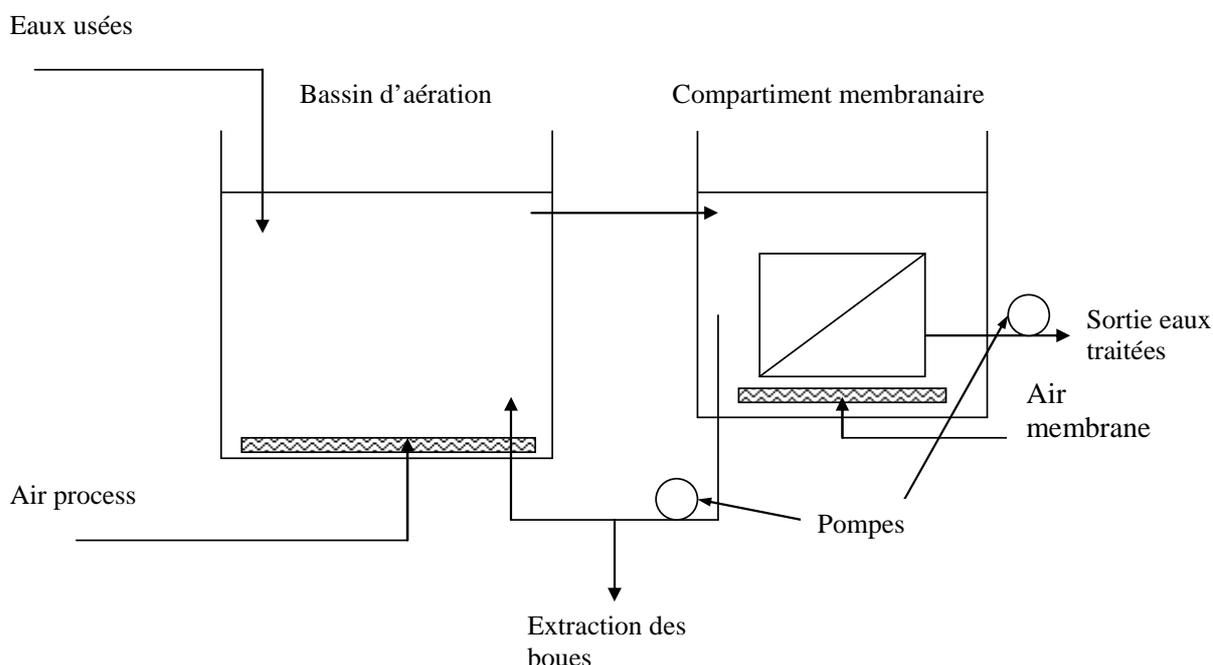


Figure 4 : Principe du bioréacteur à membranes immergées dans un compartiment séparé

1.2.3. Types de membranes utilisées

Plusieurs types de membranes sont utilisés : les membranes à fibres creuses, les membranes planes et plus rarement les membranes tubulaires. Les membranes à fibres creuses se présentent sous la forme faisceaux de fibres de 1.5 à 2.5 mm de diamètre où la filtration s'effectue de l'extérieur vers l'intérieur. Les principaux fournisseurs sont Zenon (Oakville, Canada), US filters (Plymouth, Etats-Unis), Koch Membrane Systems (Wilmington, Etats-Unis), Huber (Berching, Allemagne), Memcor (Derby, Royaume-Uni) et Mitsubishi (Japon). La photographie de la Figure 5 montre une cassette membranaire Zenon 500c après avoir été retiré du bassin d'aération de la station de Guéthary et avant immersion dans un compartiment annexe pour nettoyage.



Figure 5 : Photographie d'une cassette de membranes Zenon 500c de la station de Guéthary, sortie pour nettoyage

Les membranes planes sont constituées de plaques espacées de 6 à 7 mm minimum afin d'obtenir les meilleures conditions hydrodynamiques possibles évitant le colmatage. Contrairement aux membranes à fibres creuses, les membranes planes ne sont *a priori* pas rétrolavables à fort flux (flux de perméat dans le sens inverse de la filtration afin de décolmater les pores). En effet, le rétrolavage risquerait d'endommager les membranes planes. Elles peuvent néanmoins être rétrolavées gravitairement. Kubota (Osaka, Japon) et Toray (Tokyo, Japon) sont les principaux constructeurs, mais de nouveaux modèles font leur apparition notamment une version facilement rétrolavable Bio-Cel® de la société Microdyn Nadir (Wiesbaden, Allemagne) (Lamparter *et al.*, 2008). La Figure 6 représente une cassette membranaire Kubota, la photographie a été prise sur la station de Le Guilvinec à l'intérieur d'un compartiment membranaire avant l'introduction de la boue dans le bassin.



Figure 6 : Photographie d'une cassette membranaire Kubota de la station de Le Guilvinec, avant remplissage des bassins

L'utilisation des membranes tubulaires sur installations réelles reste plutôt anecdotique mais elles sont en développement par la société Millipore par exemple.

I.3. *Performance des bioréacteurs à membranes*

I.3.1. *Une technologie en plein essor*

Dans son rapport sur le marché des bioréacteurs à membranes (Hanft, 2006), la Business Communications Company, Inc. prévoit une croissance de 10.9% du marché des BAM ce qui lui ferait atteindre les 363 millions de dollars en 2010 (environ 280 millions d'euros au 29/10/2008). Ce taux de croissance est bien plus important que les deux autres procédés de traitement des eaux usées dits « avancés », les biofiltres et les réacteurs SBR (pour *sequencing batch reactor*) ou que les autres techniques membranaires utilisées en traitement de l'eau (de 8 à 10% pour l'ultrafiltration et l'osmose inverse)

Quatre projets initiés par la commission européenne (AMADEUS, EUROMBRA, MBRTRAIN et PURATREAT) montrent bien l'engouement pour cette technologie. Ces projets réunissent des universités européennes et internationales, des centres de recherche, des entreprises (dont des opérateurs de BAM). Dans le premier, AMADEUS, le but est de développer des membranes européennes car les plus gros constructeurs sont non-européens (canadien pour Zenon et japonais pour Kubota). Ensuite, les partenaires d'EUROMBRA souhaitent développer un traitement avancé qui soit rentable, efficace, durable afin de satisfaire la Directive Cadre sur l'Eau européenne (2000/60/DCE, 23 octobre 2000). Le troisième projet, MBRTRAIN, est centré sur le problème du colmatage alors que PURATREAT a pour but de réduire les coûts énergétique et de maintenance afin de rendre cette technologie accessible à tous les pays du pourtour méditerranéen.

En France, les réponses aux appels d'offres des collectivités ou industriels pour la construction de nouvelles stations d'épuration ou la réhabilitation d'anciennes structures sont de plus en plus basées sur le procédé BAM.

I.3.2. *Avantages/Inconvénients du procédé*

Le principal avantage du procédé BAM par rapport aux autres procédés de traitement des eaux usées est sa capacité à traiter une charge organique importante avec d'excellents résultats. En effet, l'effluent est exempt de particules solides (retenues par les membranes), et il ne reste plus que la partie de la pollution carbonée inerte, non biodégradable par les bactéries des boues activées. Ses résultats sur les pollutions azotée et phosphorée sont aussi excellents sous réserve d'une bonne exploitation et d'un bon dimensionnement de la station. Les bioréacteurs à membranes sont aussi particulièrement adaptés aux fortes variations de charge entrante en raison de la possibilité d'augmenter la concentration des boues. En effet, les BAM peuvent fonctionner à des concentrations en MES plus importantes du fait du découplage entre l'âge des boues et le temps de séjour hydraulique. Ainsi, cela peut réduire la

quantité de boues produites et donc le traitement de celles-ci devient moins coûteux. De même, les fortes concentrations en MES et le remplacement du clarificateur par des membranes rendent les BAM plus compacts que les procédés classiques par boues activées. C'est un atout important après la hausse des prix qu'a connu le domaine foncier et à l'heure de l'urbanisation croissante. Toutefois, cette hausse de la concentration en boues est limitée par les capacités du transfert de l'oxygène qui s'effectue avec des rendements moindres à des concentrations élevées en MES ce qui augmente la facture énergétique de l'aération.

Le coût d'investissement et les coûts d'opération des bioréacteurs à membranes sont en baisse mais malgré tout, ils restent toujours plus élevés que pour les procédés classiques par boues activées et en revanche, sensiblement identiques voire légèrement moindres que si l'on ajoute un traitement tertiaire (filtre à sable par exemple).

Compacité, capacité à traiter des charges variables, rejet d'excellente qualité font du BAM une technologie fortement appréciée pour les installations où les contraintes sont importantes. Ainsi, il est bien adapté pour les stations balnéaires qui rejettent généralement leurs eaux dans des milieux sensibles (zones de baignade, conchylicoles, etc...). Les BAM sont également de plus en plus utilisés pour la rénovation d'anciennes stations (physico-chimiques ou à boues activées classiques) lorsque la charge sur celles-ci a augmenté (développement de la collectivité) et qu'elles ne sont plus capables de traiter correctement la pollution. La compacité des BAM permet de pouvoir traiter une charge polluante plus importante sur la même superficie que l'ancienne station. Les ouvrages déjà présents peuvent aussi être utilisés pour la nouvelle station (exemple de la station de Guéthary où les anciens clarificateurs servent de bassins d'orage).

L'absence de clarificateur simplifie la gestion de la décantabilité des boues, ainsi le risque de foisonnement est éliminé. La flexibilité des cassettes membranaires permettant une augmentation rapide de la capacité de filtration et la possibilité de développer des biomasses spécifiques du fait des longs âges de boues sont aussi d'autres avantages des BAM.

Les stations d'épuration à base de BAM sont très souvent fortement automatisées et donc complexes à gérer. De plus, la gestion du colmatage des membranes étant un poste primordial et délicat de l'opération de ces installations, le personnel doit être qualifié et formé aux problématiques des bioréacteurs à membranes.

Précisément, le problème du colmatage reste le principal frein au développement des BAM et le prochain paragraphe (II) de cette première partie lui est entièrement consacré. Les avantages et inconvénients des bioréacteurs à membranes sont rassemblés en conclusion dans le Tableau 1 avec les principales applications des BAM.

Tableau 1 : Récapitulatif des avantages, inconvénients et principales utilisations du procédé bioréacteur à membranes

Avantages	Inconvénients	Utilisations
Efficacité épuratoire	Coûts d'exploitation et d'investissement	Rejet dans milieu sensible
Gestion des variations de charge	Gestion du colmatage des membranes	Variations importantes de charge (station balnéaire)
Découplage Ab/TSH*	Transfert de l'oxygène	Adaptation d'une ancienne station
Compacité, flexibilité	Gestion complexe du procédé	

* Ab : âge des boues, TSH : temps de séjour hydraulique

1.3.3. Abattement des virus et bactéries

Le procédé BAM est plus efficace que l'association d'un traitement conventionnel et d'une filtration tertiaire en ce qui concerne la rétention des bactéries et des virus. En effet, Ottoson *et al.* (2006) ont calculé un taux d'élimination approchant les 5 log pour la bactérie *E.coli* (soit une réduction de 99.999% ou une division par 10^5) alors qu'il est de 3 log (soit une réduction de 99.9%) pour la filtration tertiaire sur filtre à sable. Les bioréacteurs à membranes ont également de meilleures performances en ce qui concerne les virus, avec une rétention complète des coliformes déjà montrée par Ueda et Horan (2000) et confirmée par Zhang et Farahbakhsh (2007). Ils ont aussi un excellent taux de rétention de 5.8 log pour les coliphages (Zhang et Farahbakhsh, 2007).

1.3.4. Substances prioritaires

En application de la Directive Cadre sur l'Eau (décision n° 2455/2001/CE du 20 novembre 2001) 41 substances ont été classées comme étant prioritaires et elles ne doivent pas pouvoir être détectées dans les eaux de surface, parmi lesquelles quelques métaux et une série de composés organiques, principalement des perturbateurs endocriniens. Les études évaluant les performances des BAM (et des autres procédés de traitement des eaux usées) vis-à-vis de ces substances se multiplient, témoignant de l'attention portée à ses composés. Ainsi, la rétention des métaux par les BAM est généralement bonne, excepté pour l'arsenic avec un taux de rétention ne dépassant pas les 40% malgré de longs âges de boues (Innocenti *et al.*, 2002). En comparant avec le procédé conventionnel par boues activées, Fatone *et al.* (2006) ont montré que les BAM offraient de meilleures performances d'élimination pour la plupart des métaux.

Reif *et al.* (2008) se sont intéressés aux performances d'un BAM sur 12 micropolluants. Les substances hydrophobes (des parfums ici) sont absorbées par les boues et retenues à hauteur de 50% en moyenne alors que les substances anti-inflammatoires (ibuprofen et naproxen) sont plutôt bien dégradées par les bactéries avec un excellent taux de rétention (98 et 84%, respectivement). Par contre, le carbamazepine et le diclofenac sont très mal dégradés (taux de rétention inférieur à 9%). La comparaison des performances des BAM par rapport aux procédés conventionnels dépendrait de la biodégradabilité des composés selon Lesjean *et al.* (2005a). Si celle-ci est importante, le résultat sera meilleur pour les BAM alors que si elle est plutôt médiocre, les différences seront faibles. Cela est principalement dû au fait que les âges

de boues dans les BAM sont plus élevés que dans les procédés avec clarificateur. Finalement, c'est aussi ce qu'on peut déduire des résultats de l'étude de Chen *et al.* (2008). Les auteurs ont utilisé un perturbateur endocrinien typique, le Bisphenol A, et ils ont conclu que l'élimination était légèrement meilleure pour les BAM que pour les PCBA et surtout qu'ils avaient une meilleure capacité à traiter des flux plus importants.

II - Le phénomène de colmatage

Les avantages des bioréacteurs à membrane par rapport aux systèmes conventionnels (cf. I.3.2) n'éclipsent pas l'inconvénient principal qui reste la gestion du colmatage. En effet, celle-ci implique un surcoût énergétique dû à l'aération par grosses bulles destinée à décolmater les membranes. De plus, un suivi régulier des capacités de filtration de la membrane (par la perméabilité notamment) est nécessaire et des actions doivent être prises en conséquence (nettoyages préventifs et curatifs à l'hypochlorite de sodium et à l'acide).

Ce paragraphe tente de rassembler les principales connaissances concernant les mécanismes de ce phénomène, l'ensemble des facteurs influençant le colmatage ainsi que les moyens de prévention. Toutefois, une simple recherche sur les principaux portails scientifiques permet de se rendre compte du nombre considérable de publications sur le sujet (plus de 800 selon van Nieuwenhuijzen *et al.* (2008)). De plus, l'exhaustivité n'étant pas le but recherché ici, seuls les principaux points seront abordés. Pour plus d'informations, il existe d'excellentes synthèses bibliographiques sur le sujet (Chang *et al.* (2002), Pollice *et al.* (2005), Drews *et al.* (2006), Le-Clech *et al.* (2006), van Nieuwenhuijzen *et al.* (2008)).

II.1. Flux critique

Le flux traversant la membrane est défini par la relation :

$$J = \frac{Q_F}{S} \quad (1.1)$$

Avec :

J : Flux à travers la membrane (en $\text{m}^3/\text{m}^2.\text{s}$, unité usuelle $\text{L}/\text{m}^2.\text{h}$ ou LMH)

Q_F : Débit de filtration (en m^3/s)

S : Surface de la membrane (en m^2)

Dans la compréhension du phénomène de colmatage des membranes, le concept de flux critique a permis une avancée certaine. Introduit par Field *et al.* (1995), il a été défini comme étant le flux marquant l'apparition du colmatage. En effet, pour de faibles flux, les auteurs ont observé une perméabilité constante avec le temps alors que pour des flux plus importants, la membrane se colmatait (perte de perméabilité).

Depuis lors, la définition a évolué car des études ont montré que malgré un flux inférieur à ce flux critique, la membrane se colmatait lentement et à vitesse constante (Cho et Fane (2002), Ognier *et al.* (2002)). Désormais, on distingue deux formes de flux critiques : le flux critique dit « fort » et celui dit « faible » (strong et weak en anglais). Le premier reste équivalent à celui défini initialement alors que le second correspond au flux au delà duquel le colmatage n'est plus linéaire et devient au contraire exponentiel.

C'est sous sa forme « faible » que le flux critique est le plus exploité. La méthode de détermination du flux critique la plus utilisée est celle dite des paliers de flux (Ognier *et al.*,

2002). Celle-ci consiste à augmenter progressivement, par paliers, le flux de filtration et d'observer la variation de la pression transmembranaire (ou PTM, différence de pression à la membrane entre le perméat et la boue). C'est lorsque la variation de la pression devient exponentielle que l'on considère que le flux critique a été dépassé. La valeur de flux critique ainsi obtenue donne une information sur l'état de la membrane et aussi sur la qualité de la boue (Fan *et al.*, 2006), il est cependant difficile d'en déduire des informations sur de plus longues périodes de filtration.

Une évolution de cette technique de détermination du flux critique a été apportée par Espinasse *et al.* (2008). Elle consiste à revenir à la valeur du flux précédent entre chaque palier. Ainsi, en utilisant l'effet d'hystérésis, le flux critique est défini comme le plus petit flux à partir duquel un colmatage irréversible est observé. Le graphique de la Figure 7 illustre le principe de cette méthode avec un exemple théorique. Le dernier retour au palier précédent de la Figure 7 montre une PTM légèrement supérieure à celle obtenue auparavant avec le même palier. On peut donc considérer le colmatage comme étant irréversible car la PTM ne revient pas à sa valeur avant l'augmentation de flux. Le flux critique est ainsi défini comme le flux du palier ayant conduit au colmatage irréversible (35L/m².h sur l'exemple de la Figure 7).

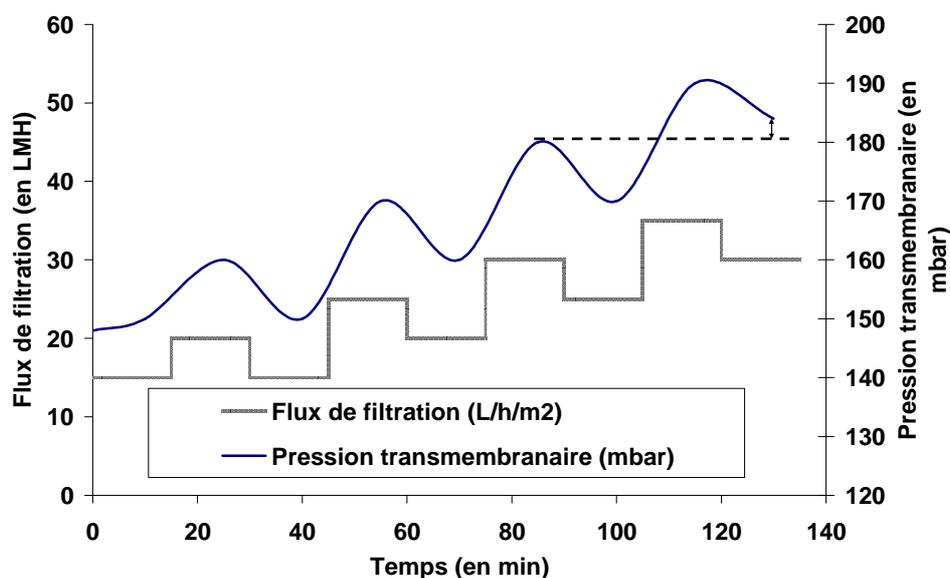


Figure 7 : Principe de la détermination du flux critique par paliers avec retour au palier précédent

A noter que, comme Bacchin (2004) l'a montré, la valeur du flux critique est spécifique à une configuration donnée qui inclut les propriétés de la boue, celles de la membrane et les conditions hydrodynamiques.

II.2. Mécanismes du colmatage

Lorsque la filtration est opérée à un flux sous-critique constant, l'évolution du colmatage présente deux étapes. La première étape montre une croissance linéaire et faible de la pression transmembranaire (PTM), ensuite, après un certain temps de filtration, la seconde étape se caractérise par une évolution beaucoup plus forte de la pression transmembranaire. Pollice *et al.* (2005) ont défini le temps critique comme étant la durée de la période au cours de laquelle l'évolution de la PTM est constante ainsi que la vitesse de colmatage au cours de cette période, (exprimée ici comme étant la perte de pression transmembranaire $dPTM/dt$). En effet, ils ont observé qu'une fois ce temps critique dépassé, un colmatage irréversible par des matières solubles apparaissait même à des flux sous-critiques.

Zhang *et al.* (2006) ont proposé une explication physique pour chaque étape tout en y adjoignant une étape préliminaire dite de conditionnement. Cette dernière se caractérise par une rapide montée de la PTM pendant laquelle s'effectue une adsorption passive de produits microbiens solubles (PMS) et un blocage partiel des pores (Figure 8). Ensuite, ce dernier s'accélère, le biofilm se développe à la surface de la membrane et un gâteau de particules se forme en même temps que le biofilm. La troisième étape est caractérisée par un bond de la PTM (« TMP jump »). Le flux critique J_c est alors localement dépassé sur certaines zones de la membrane ce qui déclencherait ce bond, le colmatage se propageant alors comme une réaction en chaîne par dépassement du flux critique sur des surfaces de plus en plus larges. Les deux principales phases de ce colmatage sous-critique (blocage des pores puis développement d'un gâteau de particules) sont exposées sur le schéma de la Figure 8 selon Ognier *et al.* (2004).

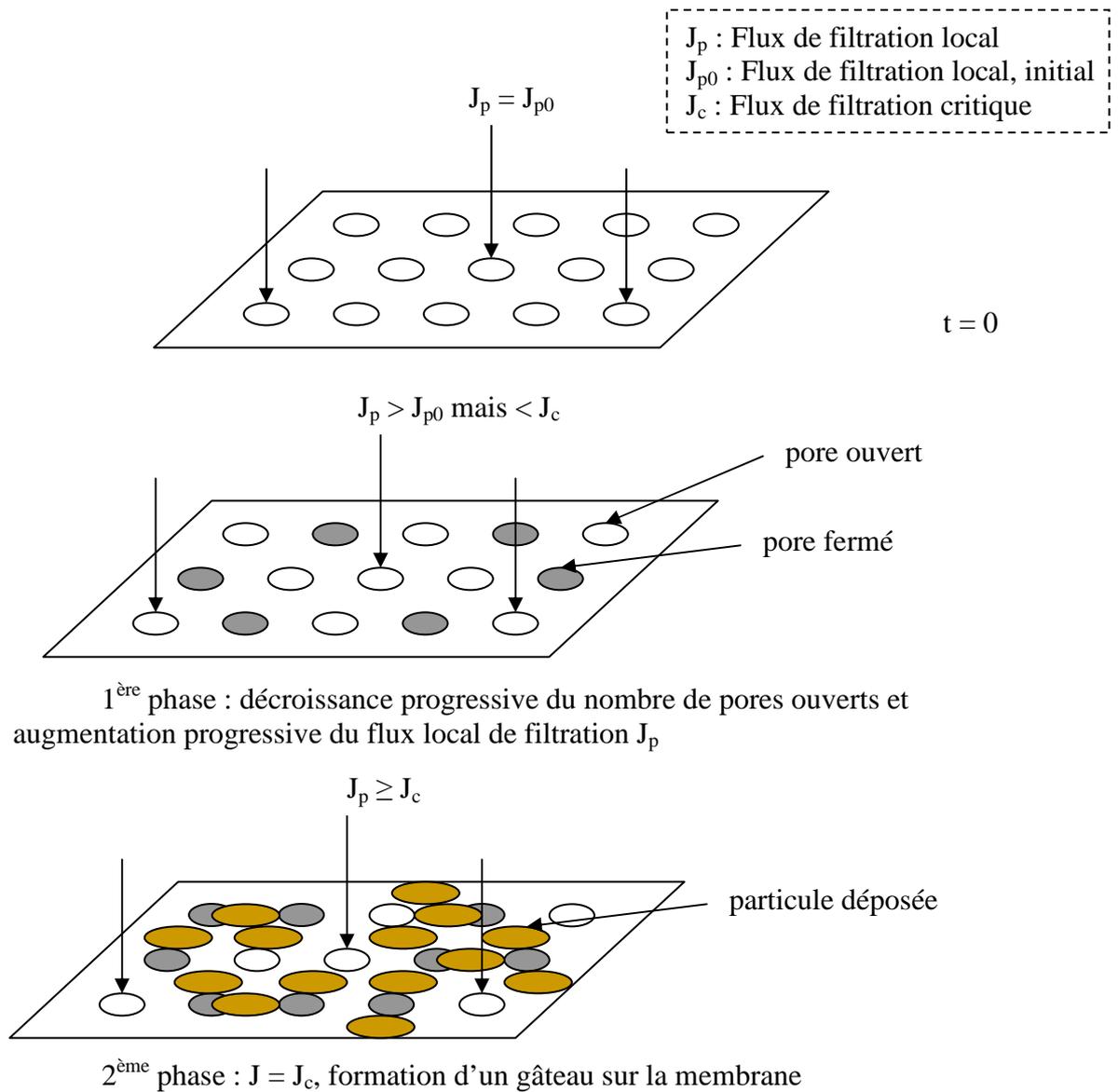


Figure 8 : Mécanisme du colmatage à des flux sous-critiques selon la théorie du flux critique local (d'après Ognier *et al.* (2004))

En conclusion, le colmatage est un phénomène complexe et certaines zones d'ombre subsistent encore dans la compréhension de son mécanisme.

II.3. Méthodes de quantification du colmatage

Afin de pouvoir déterminer les facteurs qui auront de l'influence sur le colmatage, il est important dans un premier temps de pouvoir quantifier ce colmatage.

II.3.1. Données intégrées

II.3.1.1 Pression transmembranaire, perméabilité et résistance à la filtration

Dans le cas d'une filtration, la loi de Darcy s'exprime par :

$$J = \frac{PTM}{\mu R} \quad (1.2)$$

Avec :

PTM : Pression transmembranaire, (en Pa)

μ : Viscosité dynamique du perméat, assimilée à celle de l'eau, soit 10^{-3} Pa.s à 20°C

R : Résistance à la filtration (en m^{-1})

Les flux de filtration dans les BAM sont généralement constants (le débit est imposé, J ne varie pas). Ainsi, lorsque la membrane se colmate, les pompes qui aspirent le perméat augmentent leur pression d'aspiration afin de fournir le débit imposé, la pression transmembranaire va alors augmenter. Ainsi, la PTM est le paramètre le plus simple à suivre au cours d'une filtration pour évaluer le colmatage.

Toutefois, certains bioréacteurs à membranes fonctionnent avec des paliers de flux (suivant la charge hydraulique entrant sur la station) et l'exploitation des PTM devient plus difficile voire impossible si le flux varie. La perméabilité (L_p) permet de s'affranchir du flux :

$$L_p = \frac{J}{PTM} = \frac{1}{\mu R} \quad (1.3)$$

Avec :

L_p : Perméabilité de la membrane (en $m^3/m^2 \cdot s \cdot Pa$, unité usuelle LMH/bar)

Cependant, la viscosité μ et la perméabilité dépendent de la température (plus celle-ci augmente et plus la viscosité diminue, à l'inverse de la perméabilité), il existe des moyens de corriger la PTM ou la perméabilité avec des modèles d'évolution de la viscosité avec la température pour la ramener à une valeur standard à 20°C (Rosenberger *et al.*, 2006) :

$$PTM_{20} = \frac{PTM_T}{e^{-0.0239(T-20)}} \quad (1.4)$$

Avec :

T : Température du perméat (en °C)

Dans un souci de pouvoir comparer les résultats entre différentes installations, on utilise plutôt R, la résistance à la filtration, qui est indépendante de la température. Elle est constituée de trois composantes :

$$R = R_m + R_f + R_c = \frac{PTM}{\mu J} = \frac{1}{\mu L_p} \quad (1.5)$$

Avec :

R_m : Résistance intrinsèque de la membrane (en m^{-1})

R_f : Résistance due au blocage des pores (en m^{-1})

R_c : Résistance due au gâteau formé sur la membrane (en m^{-1})

II.3.1.2 Expression de la capacité à colmater d'une boue donnée

A partir d'une boue activée, il existe plusieurs tests afin de déterminer sa filtrabilité, sa capacité à passer à travers les membranes sans colmater ces dernières.

Le CST (« Capillary Suction Time ») a été développé au laboratoire de recherche sur la pollution des eaux de Stevenage au Royaume-Uni dans les années 70 afin de mesurer la filtrabilité de suspension liquide-solide (Gale et Hsu, 1967). Appliqué aux boues activées, il a d'abord été utilisé afin d'évaluer la capacité de ces boues à être traitée par les filières de traitement. Le test consiste à mesurer le temps que met un échantillon de boues à se déshydrater par capillarité sur un papier filtre. La mesure s'effectue par deux électrodes connectées au papier filtre que le filtrat traverse.

Le TTF (« Time To Filter ») est la mesure du temps de filtration d'un certain volume d'échantillon sur un filtre donné (Fan *et al.*, 2006). C'est une mesure qui reste peu utilisée.

La résistance spécifique à la filtration (aussi appelée SRF), α , est déterminée avec une filtration frontale en utilisant la loi de Darcy.

$$\frac{t}{V} = \frac{2\mu\alpha C}{S^2PTM} V + \frac{\mu R_m}{PTM.S} \quad (1.6)$$

Avec :

t : Temps de filtration (en s)

V : Volume filtré (en m^3)

μ : Viscosité du perméat, assimilée à celle de l'eau, 10^{-3} Pa.s à 20°C

R_m : Résistance de la membrane utilisée lors de la filtration (en m^{-1})

α : Résistance spécifique du gâteau déposé sur la membrane (en m/kg)

C : Concentration en matières sèches dans le gâteau (en kg/m^3)

S : Surface de la membrane (en m^2)

L'expérience est effectuée dans une cellule sous pression transmembranaire constante. Le volume de filtrat est suivi par pesée.

Le FI (« Fouling Index ») est un rapport de perméabilité, entre celle de la boue et celle de l'eau après avoir filtré une certaine quantité d'échantillon :

$$FI_V = \frac{L_{P(\text{boue, après } V \text{ filtré})}}{L_{P(\text{eau, après } V \text{ filtré})}} \quad (1.7)$$

En général, $V = 40$ mL (Rosenberger et Kraume, 2003) ou 15 mL (Al-Halbouni *et al.*, 2008).

Les deux dernières méthodes utilisent des membranes différentes mais proches de celles utilisées dans les installations dont on teste la filtrabilité des boues. Le but est de pouvoir déterminer une donnée intrinsèque de la boue quelles que soient les membranes utilisées dans le BAM afin de pouvoir comparer des boues de plusieurs stations différentes entre elles.

II.3.2. Données instantanées - Expressions de la vitesse de colmatage

La vitesse de colmatage peut être estimée de plusieurs manières. Dans tous les cas, c'est une mesure instantanée, dérivée par rapport au temps. Ainsi, le paramètre le plus commun est la simple dérivée de la pression transmembranaire par rapport au temps $dPTM/dt$. Toutefois, on a vu en II.3.1.1 que pour les BAM fonctionnant à des flux de filtration changeants, l'exploitation des PTM n'était pas aisée. On lui préfère alors la dérivée par rapport au temps de la perméabilité dL_p/dt ou de la résistance à la filtration dR/dt . On passe de l'une à l'autre avec les formules suivantes :

$$\frac{dL_p}{dt} = -\mu \times L_p^2 \times \frac{dR}{dt} \quad (1.8)$$

$$\frac{dR}{dt} = -\frac{1}{\mu \cdot L_p^2} \times \frac{dL_p}{dt} \quad (1.9)$$

La vitesse de colmatage est aussi parfois exprimée comme la dérive de la résistance à la filtration pendant un certain temps de filtration :

$$\Delta R_t = \frac{R_t - R_0}{t} \quad (1.10)$$

Avec :

R_0 : Résistance au lancement de la filtration (en m^{-1})

R_t : Résistance après « t » minutes de filtration (en m^{-1})

Le temps de filtration doit être relativement long afin d'obtenir une mesure représentative (30 min, Wang *et al.* (2006)). De ce fait, son utilisation est difficile sur les BAM à cycles de filtration courts comme pour les membranes à fibres creuses.

II.4. Paramètres influençant le colmatage

Les paramètres influençant le colmatage de la membrane sont nombreux, on peut les classer en trois grands groupes. On distingue, tout d'abord, les caractéristiques mêmes de la membrane (taille des pores, porosité, hydrophobicité, matériel utilisé, ...), ensuite les propriétés de la boue et finalement les conditions opératoires dans lesquelles la filtration est effectuée.

II.4.1. Caractéristiques des membranes

Il existe un large choix de publications concernant l'impact des caractéristiques intrinsèques des membranes sur le colmatage. En 2002, Choi et son équipe testèrent trois membranes différentes et conclurent sur l'affinité au colmatage des membranes hydrophobes (Choi *et al.*, 2002). Yamato *et al.* (2006) comparèrent des membranes en polyvinylidène fluorure (PVDF) avec d'autres en polyéthylène (PE) et montrèrent que ces dernières étaient plus exposées au colmatage irréversible. De même, Choi et Ng (2008) testèrent quatre membranes qui montrèrent toutes des propriétés différentes par rapport au colmatage. En 2000, Ma *et al.* (2000) avaient déjà observé qu'après 1h de filtration, les membranes étaient suffisamment colmatées pour que l'influence des propriétés de celles-ci devienne minime. Lorsque la membrane est neuve, les caractéristiques des membranes sont importantes puisqu'elles vont influencer les premiers dépôts sur la membrane. Une fois la membrane totalement couverte, les propriétés de la couche colmatante prévaudront sur celles de la membrane.

En conclusion, les caractéristiques des membranes ont une influence sur le colmatage dans les premiers temps de la filtration (lorsque la membrane est neuve ou lorsque celle-ci vient d'être régénérée par lavages chimiques). Toutefois, sur le long terme, du fait de la formation d'une couche de biofilm, l'influence des caractéristiques de la membrane devient minime.

II.4.2. Propriétés des boues

II.4.2.1 Matières solubles, colloïdes et particules

Les paramètres impactant le colmatage sont nombreux mais leur influence est plus ou moins importante selon le paramètre. Celle-ci varie avec le temps et aussi en fonction des autres paramètres. Il devient alors difficile d'établir des conclusions générales, puisqu'un résultat sur l'influence d'un paramètre sur le colmatage dépend de l'ensemble des paramètres du système étudié. Il existe de nombreux exemples dans la littérature pour illustrer ce propos, notamment concernant l'influence des trois fractions de la boue que sont les matières en suspension, les colloïdes et les matières solubles. Le Tableau 2 reproduit les résultats extraits de plusieurs études qui font apparaître des différences marquées. Les colloïdes sont des objets de taille comprise entre 1 nm et 1 µm et donc les particules ont une taille supérieure à 1 µm alors que les matières solubles sont inférieures à 1 nm. L'hétérogénéité des conclusions du Tableau 2 vient d'une part des différences au niveau des conditions opératoires, des caractéristiques de la membrane et des propriétés des boues, et aussi des méthodologies de détermination des résistances qui varient d'une étude à l'autre.

Tableau 2 : Participation des différentes fractions de la boue à la résistance totale à la filtration Rt

Référence	Matières solides	Colloïdes	Matières solubles
Wisniewski et Grasmick (1998)	24%	24%	52%
Defrance <i>et al.</i> (2000)	65%	30%	5%
Bouhabila <i>et al.</i> , (2001)	24%	50%	26%
Bae et Tak (2005)	72-83%	4-14%	13-14%

II.4.2.2 La concentration en matières en suspension (MES)

Des caractéristiques de la boue activée, la concentration en MES a longtemps été considérée comme le principal facteur colmatant. Rosenberger *et al.* (2005) ont montré qu'une augmentation de la concentration en MES avait un impact positif sur le colmatage jusque 6 g/L alors que cet impact devenait négatif pour des concentrations supérieures à 15 g/L. Entre 8 et 12 g/L (plage d'opération actuelle des bioréacteurs à membrane), la concentration en MES ne semble pas avoir d'influence sur le colmatage.

Un des principaux arguments des constructeurs pour promouvoir les BAM il y a quelques années étaient qu'ils pouvaient supporter des concentrations en MES pouvant aller jusqu'à 15 g/L. Cependant, suite aux diverses observations de membranes qui se colmataient pour des concentrations en MES élevées, ils conseillent désormais des valeurs comprises entre 8 et 12 g/L. Bien gérée, la concentration en MES n'est plus un paramètre déterminant pour le colmatage des membranes contrairement à l'âge de boues qui lui est pourtant directement relié (voir II.4.3.1).

II.4.2.3 La température

La température a également une influence sur la filtration notamment par son action sur la viscosité du perméat. Afin de prendre en compte cette dépendance de la viscosité à la température, Rosenberger *et al.* (2006) ont utilisé la formule (1.4) déjà reportée.

Cependant, malgré une normalisation de la pression transmembranaire selon une formule plus élaborée (équation (1.11)), Jiang *et al.* (2005a) ont observé une résistance à la filtration plus importante lorsque la température était plus basse (12-13°C contre 17-18°C) :

$$\ln \frac{\mu}{\mu_0} \approx a + b \left(\frac{T_0}{T} \right) + c \left(\frac{T_0}{T} \right)^2 \quad (1.11)$$

Avec :

T : Température du perméat (en °K)

$T_0 = 273.16$ K

μ : Viscosité à la température T (en Pa.s)

μ_0 : Viscosité à la température T_0 (en Pa.s)

$a = -1.94$; $b = -4.80$; $c = 6.74$

Les auteurs donnent quatre raisons possibles à ce phénomène :

- L'augmentation de la viscosité de la boue de 10% avec la réduction de la température, réduisant le taux de cisaillement induit par les grosses bulles
- La réduction de la taille des floccs et la libération des exopolymères sécrétés (EPS, voir II.4.2.5) à basse température
- La réduction du taux de détachement des particules de la membrane due à la diminution de l'agitation brownienne avec la température
- L'augmentation de la concentration en DCO dans le réacteur par diminution du potentiel épuratoire à faible température

Fan *et al.* (2006) ont obtenu une régression non linéaire entre le flux critique et la température :

$$J_{c,T} = J_{c,20} \times 1.025^{T-20} \quad (1.12)$$

Avec :

$J_{c,t}$: Flux critique à la température T en °C (en LMH)

$J_{c,20}$: Flux critique à 20°C (en LMH)

L'influence de la température sur le phénomène de colmatage des membranes est donc sans aucun doute importante. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle les problèmes de colmatage des membranes sur installations réelles se produisent généralement en hiver lorsque la température de la boue est la plus froide augmentant sa viscosité et diminuant sa filtrabilité.

II.4.2.4 La viscosité dynamique

Les premiers résultats de mesures de viscosité dynamique sur des boues de BAM datent de 2001 par Xing *et al.* (2001) qui avaient observé un comportement newtonien de la boue. Depuis Rosenberger *et al.* (2002), les chercheurs s'accordent sur le fait que la boue a plutôt un comportement rhéologique de type Ostwald (et donc non newtonien) :

$$\mu_a = k \cdot \gamma^{n-1} \quad (1.13)$$

Avec :

η_a : Viscosité dynamique apparente de la boue, en Pa.s

k : Consistance du fluide

n : Indice d'écoulement

γ : Taux de cisaillement ou vitesse de cisaillement ou gradient de vitesse, en s^{-1}

On retrouve aussi avec la relation viscosité/colmatage des résultats différents selon les auteurs. Ainsi, selon les études, Wu *et al.* (2007) ont trouvé une très faible corrélation entre le colmatage et la viscosité mais pour Meng *et al.* (2006), cela serait dû à une augmentation de la concentration en EPS et donc une plus grande propension au colmatage. Aussi, Oh *et al.* (2007) ont relié le saut de pression transmembranaire (signe du dépassement du temps critique de filtration défini par Pollice *et al.* (2005), voir II.2.) avec une augmentation subite de la viscosité.

Toutefois, la plupart des études sont en accord concernant la corrélation observée entre concentration en MES et viscosité. Pour chacune des relations reliant ces deux paramètres, les modèles utilisés sont plus ou moins complexes. Le Tableau 3 présente les résultats des principales études sur le sujet.

Tableau 3 : Différents modèles de dépendance de la viscosité par rapport à la concentration en MES

Référence	Modèles Viscosité vs MES	
Xing <i>et al.</i> (2001)	$\mu_a = 0,1488 \times \text{MES} + 1.036$	(1.14)
Rosenberger <i>et al.</i> (2002)	$\mu_a = \frac{1}{1000} \times \exp(2 \times \text{MES}^{0.41}) \times \left(\frac{dv}{dy} \right)^{(-0.23 \times \text{MES}^{0.37})}$	(1.15)
	Avec $\left(\frac{dv}{dy} \right)$: taux de cisaillement	
Trussell <i>et al.</i> (2007)	Selon l'âge de boues, pour $\theta=30j$: $\mu_a = 7,4013 \times \exp(0,1656 \times \text{MES})$	(1.16)
Laera <i>et al.</i> (2007)	$\mu_a = (0,233 + 1) + (28,939 \times \text{MES}) \times \left(\frac{dv}{dy} \right)^{-1}$	(1.17)
Delgado <i>et al.</i> (2008)	$\mu_a = \exp(1,71 \times \text{MES}^{0.45}) \times G^{(-0,068 \times \text{MES}^{0.81})}$	(1.18)
	Avec G : Intensité du cisaillement	

II.4.2.5 Les exopolymères (EPS)

Les polymères extracellulaires sécrétés (EPS) sont également des paramètres importants concernant le colmatage des membranes et ils font l'objet de la plus grande attention au vu du nombre d'articles publiés sur le sujet. Flemming et Wingender (2001) les définissent comme l'ensemble des macromolécules présentes à la surface des bactéries ou dans l'espace intercellulaire des floccs : polysaccharides, protéines, lipides, acides nucléiques, substances humiques, ...

Deux types de polymères extracellulaires sont à différencier suivant leur mode d'extraction : les EPS extraits (eEPS) lorsqu'ils sont issus des floccs et les EPS solubles (sEPS ou produits microbiens solubles, PMS) lorsqu'on parle des polymères contenus dans le surnageant de la boue.

Les études sur le colmatage des BAM portent plus particulièrement sur deux catégories d'EPS, les polysaccharides et les protéines. On peut les doser par différentes méthodes, les principales pour les polysaccharides ont été mises au point par Dubois *et al.* (1956) et Dreywood (1946). Concernant les protéines, il existe la méthode de Lowry (1951) et celle à base d'acide bicinchonique (Wiechelman *et al.*, 1988).

- Les eEPS

Cho *et al.* (2005) ont montré une influence des EPS extraits des floccs, les eEPS, sur la résistance à la filtration pour des concentrations comprises entre 20 mg/gMVS et 80 mg/gMVS mais aucune en dehors de ces deux limites. Dans une autre étude, Fawehinmi *et al.*

(2004) montrèrent une croissance linéaire de la résistance spécifique avec les eEPS entre 20 et 130 mg/gMES, alors que Geng *et al.* (2007) n'ont pas pu établir de lien entre les eEPS et le colmatage sur une installation pilote.

Toutefois, malgré ces différences sur les résultats de leur impact sur le colmatage, les eEPS présenteraient des similarités entre les différents BAM du point de vue de leur composition, au moins sur installations réelles. En effet, après analyse de boues de plusieurs stations d'épuration par chromatographie d'exclusion de taille à haute performance (HPSEC), des profils analogues d'eEPS ont été détectés (Jefferson *et al.*, 2004).

Le point sur lequel toutes les recherches sur les eEPS s'accordent concerne leur rôle dans la formation des floccs. Ainsi, Liu et Fang (2003) suggèrent qu'une baisse de concentration en eEPS entraîne une désagrégation des floccs ce que les résultats de Jiang *et al.* (2005a) tendent également à confirmer.

Il est communément admis que lorsque l'âge des boues augmente, la concentration en eEPS décroît (Brookes *et al.*, 2003). C'est d'ailleurs une des conditions opératoires influant le plus sur la concentration en eEPS dans les boues.

- Les PMS

Les EPS contenus dans le surnageant ou EPS soluble (sEPS) et les produits microbiens solubles (PMS) sont deux concepts qui ont été unifiés par Laspidou et Rittmann (2002). Ils réunissent l'ensemble des produits cellulaires solubles qui sont soit relargués pendant la lyse cellulaire, soit diffusés à travers la membrane cellulaire, soit excrétés ou perdus au cours du métabolisme bactérien ou encore provenant des eaux usées. On peut les extraire de différentes façons dont la centrifugation et/ou la filtration (Evenblij et van der Graaf, 2004).

Selon Mukai *et al.* (2000), les protéines (PMSp) sont hydrophobes et les polysaccharides (PMSc) relativement plus hydrophiles, et le ratio PMSp/PMSc joue un rôle important dans le déclin du flux dû au colmatage. Ce rapport serait même plus important que la concentration totale en PMS pour juger de la capacité d'une boue à colmater la membrane (Lee *et al.*, 2002).

Les PMS agissent sur le colmatage en venant se déposer sur la membrane, bloquant les pores de celle-ci et formant un gel fournissant ainsi un substrat possible pour le biofilm et constituant une résistance à la filtration (Rosenberger *et al.*, 2005). En comparant les bioréacteurs à membranes aux procédés classiques par boues activées, Massé *et al.* (2006) ont montré des concentrations similaires en eEPS mais des concentrations beaucoup plus importantes pour les PMS dans les premiers, dues à la capacité de rétention des membranes.

Tout comme pour les eEPS, l'âge de boue semble être déterminant concernant la concentration en PMS dans le surnageant des boues. Grelier *et al.* (2006) ont observé des

concentrations en PMSp et PMSc divisées d'un facteur 3 et 6 respectivement pour un âge de boue passant de 4 à 22 jours.

- Les polysaccharides du surnageant (PMSc)

Dans le processus de colmatage des membranes, les polysaccharides solubles PMSc seraient, selon Khor *et al.* (2007), les premiers à se déposer sur la membrane formant un gel qui favoriserait l'adhésion d'autres PMSc ou de PMSp (et la formation d'un biofilm).

De plus, les PMSc sont souvent cités comme principaux responsables du colmatage des membranes, Lesjean *et al.* (2005b) ont relié leur concentration avec la vitesse de colmatage. Une autre preuve de leur influence sur le colmatage a été apportée par Rosenberger *et al.* (2005) lorsqu'ils ont mis en évidence l'impact des PMSc sur le flux critique. D'autres études ont également pu montrer l'impact des PMSc sur la filtrabilité de la boue exprimée par l'indice de filtration ou par le Capillary Suction Time (CST) (Grelier *et al.* (2006), Lee *et al.* (2002), Tarnacki *et al.* (2005)).

Toutefois, dans les installations réelles de bioréacteurs à membranes, les conditions opératoires varient continuellement afin de satisfaire les besoins de traitement et ont logiquement un impact sur la production d'EPS et également sur leur nature même. En effet, Drews (2006) a observé une variation de la propension à colmater des PMSc au cours du fonctionnement d'un bioréacteur à membranes en régime non permanent.

- Les protéines du surnageant (PMSp)

Le rôle des protéines dans le phénomène de colmatage est certain mais son importance est encore mal connue. En effet, même si Hernandez Rojas *et al.* (2005) ont montré une multiplication de la résistance spécifique d'un facteur 10 lorsque la concentration en PMSp augmentait de 30 à 100 mg/L, deux études différentes ont mis en évidence une concentration dans le biofilm accumulé sur les membranes plus importante en PMSc et plus faible en PMSp comparativement à leur concentration dans la boue du bassin (Chu *et al.* (2005) et Zhang *et al.* (2006)).

Par ailleurs, les résultats de l'étude menée par Reid *et al.* (2008) sur cinq installations réelles de bioréacteurs à membranes planes montrent que les PMSc auraient plus d'influence sur la filtrabilité et la perméabilité que les PMSp, malgré des concentrations bien plus faibles dans les boues. Toutefois, Meng *et al.* (2006) ont trouvé des résultats contraires avec une plus grande contribution au colmatage des PMSp par rapport aux PMSc.

Cet exemple de résultats divergents montre une fois de plus la complexité du phénomène et la difficulté à conclure en ce qui concerne les paramètres les plus influents.

II.4.3. Les conditions opératoires

La troisième catégorie de paramètres qui influencent le colmatage est constituée des paramètres de fonctionnement de la station, soit l'ensemble des réglages effectués par l'opérateur afin d'avoir le meilleur compromis entre traitement épuratoire et coût d'exploitation.

II.4.3.1 L'âge des boues

L'âge des boues influe sur l'ensemble des paramètres de la boue, c'est pourquoi il est considéré comme le paramètre le plus important dans la gestion du colmatage. Ainsi, si celui-ci passe de 10 à 2 jours, la vitesse de colmatage est multipliée par 10 (Trussell *et al.*, 2006). Toutefois, des âges de boues trop importants ont également un effet néfaste sur la filtration : en passant de 30 à 100 jours (de 7 à 18g/L et de 0.15 à 0.05 kgDCO/kgMVS.j), la vitesse de colmatage a été doublée et ce malgré une augmentation de 65% de l'aération décolmatante (Han *et al.*, 2005). L'âge de boues influe aussi sur la taille des floccs, ainsi Massé *et al.* (2006) ont montré une diminution de la taille moyenne des floccs de 240µm à 70µm pour un âge de boues passant de 9 à 106 jours.

L'âge de boues découle généralement du choix de l'opérateur en ce qui concerne la concentration en MES (à concentration en MES constante, les variations d'âges de boues sont le résultat des variations de la charge entrante).

II.4.3.2 Concentration en oxygène dissous

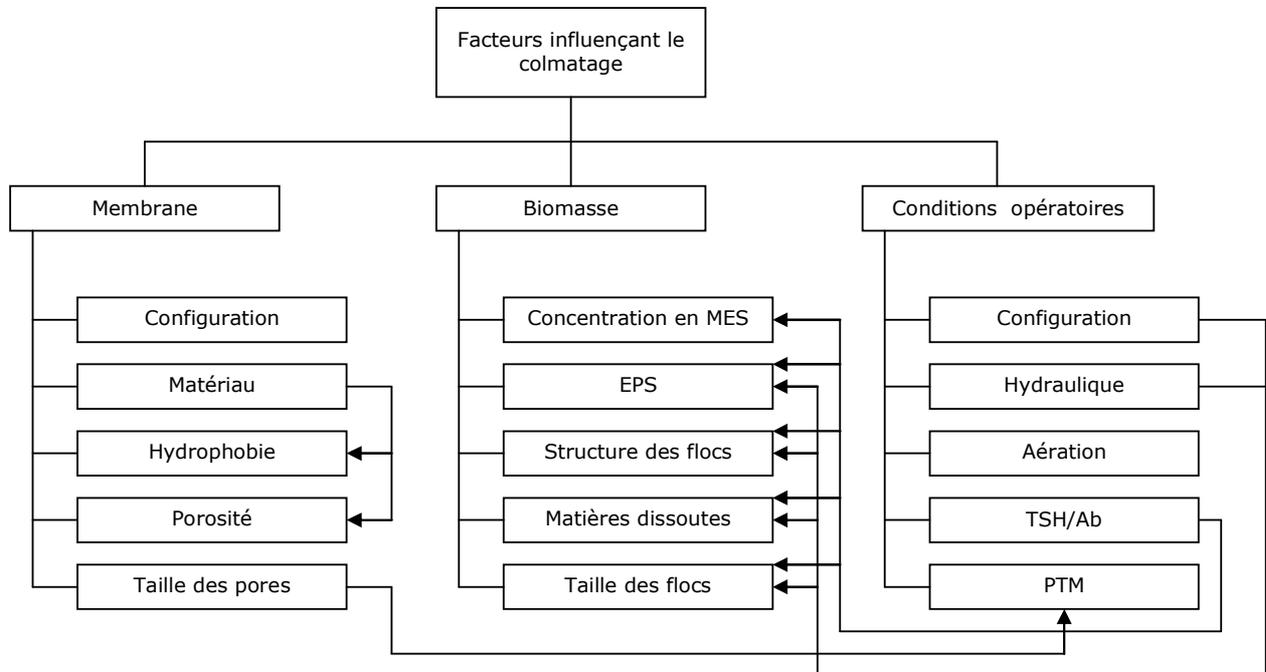
La concentration en oxygène dissous a également un impact sur le colmatage des membranes. En effet, celle-ci influe sur la taille des floccs, la concentration en produits microbiens solubles ainsi que sur la structure du biofilm (Lee *et al.*, 2005). De même, Jiang *et al.* (2005a) ont observé de plus grandes vitesses de colmatage avec des boues anoxiques par rapport à des boues aérobies, l'expliquant par la dégradation des floccs dans les boues en anoxie. En outre, lorsque la concentration en oxygène dissous ne dépasse pas 0.1 mg/L dans le bassin, Jin *et al.* (2006) ont observé que la vitesse de colmatage était multipliée par 7.5 par rapport à la situation où cette concentration est supérieure à 3 mg/L.

II.4.3.3 Les conditions hydrodynamiques

Les conditions hydrodynamiques induites par les systèmes d'aération et l'agitation jouent un rôle important. En effet, plus le régime hydrodynamique est turbulent autour de la membrane et plus le dépôt de particules sur la membrane se fera difficilement. C'est pourquoi une aération spécifique pour décolmater la membrane est généralement utilisée dans un BAM (voir chapitre suivant, II.5).

II.4.4. Bilan sur les paramètres influençant le colmatage

Pour conclure ce chapitre, il existe des relations entre ces trois catégories de facteurs (caractéristiques de la membrane, propriétés des boues et conditions opératoires). Celles-ci ont bien été représentées par Chang *et al.* (2002) dans la Figure 9 reproduite ci-dessous.



TSH : temps de séjour hydraulique, Ab : âge des boues

Figure 9: Interactions entre les différents facteurs influençant le colmatage d'après Chang *et al.* (2002)

II.5. Moyens de lutter contre le colmatage

II.5.1. L'aération membranaire par grosses bulles

Outre la compréhension du phénomène de colmatage des membranes et sa caractérisation, les recherches sur le sujet s'orientent également sur les moyens de prévention et de lutte contre ce phénomène. L'aération grosses bulles (à différencier de l'aération par fines bulles destinée à apporter l'oxygène nécessaire au traitement des pollutions carbonée et azotée par les bactéries) est le moyen privilégié pour décolmater les membranes. De nombreuses études montrent d'ailleurs l'intérêt de l'aération dans la limitation du colmatage notamment pour les membranes à fibres creuses (Cabassud *et al.*, 2001).

Cette aération spécifique a deux objectifs. D'une part, elle prévient le dépôt de particules pendant la filtration et elle permet aussi d'enlever les matières colmatantes de la membrane (lorsque la filtration est séquencée).

La contrainte tangentielle induite par les bulles empêche les particules de se déposer sur la membrane. Ce phénomène a été largement étudié (par exemple Chang et Judd (2002)). Dans

le cas de membranes à fibres creuses, l'aération permet aussi une agitation des fibres et donc un décollement des matières déposées (Wicaksana *et al.*, 2006).

Ueda *et al.* (1997) ont été les premiers à montrer qu'au-delà d'un certain débit d'aération, une augmentation de celui-ci n'entraînait plus d'amélioration en matière de prévention du colmatage. Ce résultat a par la suite été confirmé par de nombreuses études.

L'optimisation de l'aération décolmatante est un enjeu certain pour le développement des BAM puisque la consommation énergétique de ce poste est souvent équivalente à celle de l'oxygénation pour les besoins biologiques.

II.5.2. Le rétrolavage

Une autre option de décolmatage physique consiste à rétrolaver à travers la membrane une partie de l'eau déjà filtrée à des flux importants (typiquement 1.5 fois le débit de filtration). Du fait des contraintes physiques supportées par la membrane pendant ces rétrolavages, ces derniers ne peuvent être, pour le moment, effectués que sur les membranes à fibres creuses (Lamparter *et al.*, 2008).

L'optimisation du débit, de la durée et de la fréquence des rétrolavages fait l'objet de multiples publications (Jiang *et al.* (2005a), Smith *et al.* (2006) entre autres). Ainsi, Jiang *et al.* (2005a) ont montré que des rétrolavages moins fréquents mais plus longs (45s de rétrolavage pour 600s de filtration) sont plus efficaces que des rétrolavages plus fréquents et par contre moins longs (15s de rétrolavage pour 200s de filtration). Toutefois, chaque système de membrane à fibres creuses a sa propre configuration de rétrolavages en terme de débit, fréquence et durée du rétrolavage.

II.5.3. Les périodes de relaxation

Les membranes planes actuelles ne peuvent être rétrolavées car elles n'ont pas la résistance physique nécessaire, c'est pourquoi les périodes de filtration sont entrecoupées de périodes de relaxation qui va permettre à la membrane de recouvrer une partie de ses capacités de filtration initiales.

Ainsi, en laissant l'aération décolmatante en fonctionnement, un meilleur rendement pour le recouvrement des performances de filtration est obtenu (Hong *et al.*, 2002). Gui *et al.* (2003) expliquèrent le dépôt des particules sur la membrane comme provenant de l'équilibre entre les forces dues au débit de filtration et les forces de cisaillement autour de la membrane. Lorsque le débit de filtration est nul, il ne reste plus que les forces de cisaillement qui vont décoller une partie de la couche colmatante.

Néanmoins, tout comme le rétrolavage, la relaxation ne permet pas d'éliminer le colmatage irréversible (Hong *et al.*, 2002). La relaxation reste plutôt moins efficace que le rétrolavage, en revanche, elle a l'avantage de ne pas utiliser de perméat et d'avoir un coût énergétique nul,

c'est pourquoi elle est fréquemment utilisée en complément du rétrolavage pour les installations réelles à fibres creuses.

II.5.4. Les lavages chimiques

Les lavages chimiques permettent un retour à de meilleures capacités de filtration (quantifiées par la perméabilité membranaire) plus importants que le rétrolavage ou la relaxation car ils agissent aussi sur le colmatage irréversible. Ils sont de deux sortes : les lavages préventifs par rétrolavages et en boues qui sont opérés à des fréquences courtes (de toutes les semaines à tous les mois) et à de faibles concentrations et les lavages curatifs plus rares avec cependant, des concentrations plus importantes, lorsque la perte de perméabilité est devenue trop conséquente.

Les lavages peuvent être soit à l'eau de javel, soit acide. L'hypochlorite de soude (ou eau de Javel NaOCl) est utilisée pour éliminer les matières organiques alors que de l'acide citrique (ou plus rarement de l'acide oxalique) va permettre la dissolution des matières minérales.

Chaque constructeur a sa propre formule (nature des produits chimiques, concentrations, durée et fréquence) qui diffère également selon les sites (nature des eaux usées, conditions opératoires). L'utilisation de produits chimiques sur des installations de traitement des eaux peut comporter des risques pour la biomasse et le traitement de la pollution mais l'expérience a montré que les effets de ceux-ci sur l'activité bactérienne et l'efficacité épuratoire étaient minimes.

II.5.5. Autres méthodes de décolmatage des membranes

Une nouvelle méthode de nettoyage de la membrane a fait son apparition récemment, le nettoyage par ultrasons. Il permet de casser le gâteau en plus petites particules, par contre, de ce fait, il n'est pas efficace contre tous les types de colmatages et c'est en l'associant aux rétrolavages et aux lavages chimiques qu'il est le plus efficace et qu'un retour au flux nominal est possible (Lim et Bai, 2003).

Une autre intervention sur les membranes et que l'on peut classer parmi les méthodes de décolmatage concerne les systèmes à fibres creuses. Elle consiste à enlever à la main tous les filaments ou particules qui ont pu s'incruster dans les faisceaux de fibres, notamment à la base et au sommet de ceux-ci. Cette intervention manuelle est nécessaire avant tout lavage chimique curatif afin d'améliorer l'efficacité de ce dernier. C'est une tâche longue et fastidieuse qui demande un arrêt complet et une émergence de la cassette membranaire.

Pour conclure, le Tableau 4 résume les différentes techniques permettant de lutter contre le colmatage.

Tableau 4 : Moyens de lutte contre le colmatage

Colmatage réversible	Aération membranaire :	Grosses bulles décolmatantes
	Relaxation :	Période d'arrêt de la filtration
	Rétrolavage :	Flux à contre-sens
	Lavage manuel :	Enlever les filaments
Colmatage irréversible	Lavage chimique acide :	Contre le colmatage inorganique
	Lavage chimique NaOCl :	Contre le colmatage organique
	Ultrason :	Casse le gâteau

II.6. Améliorations et autres utilisations du procédé

Ce chapitre expose les différentes pistes qui sont suivies par les équipes de recherche pour une modification/amélioration du procédé des BAM permettant la limitation du colmatage, l'amélioration des capacités épuratoires ou encore l'utilisation du procédé dans un autre contexte. Tous ces tests ont été effectués à l'échelle du pilote.

II.6.1. Produits chimiques améliorant le débit de filtration

De nombreuses équipes de recherche essayent d'améliorer le procédé BAM en y ajoutant des composés sensés améliorer le flux de filtration comme du charbon actif en poudre, des sels (comme le chlorure de fer, FeCl_3) ou des polymères. Koseoglu *et al.* (2008) testèrent 7 de ces produits chimiques dont trois polymères cationiques, deux sels (FeCl_3 et un polymère alun, le PACl), un biopolymère et un glucide complexe. Les meilleurs résultats furent obtenus avec les polymères cationiques qui permettent une augmentation du flux de l'ordre de 40%. De plus, leurs performances ne sont pas altérées par des petites variations de dosage au contraire des autres produits chimiques. La poudre de charbon actif est aussi utilisée pour améliorer la filtration, elle permet une diminution des EPS liés et du colmatage irréversible (Ying et Ping, 2006). Par contre, les quantités à introduire pour obtenir de tels résultats sont assez importantes (maintien d'une concentration de 0.75 g/L par ajouts quotidiens).

Arabi et Nakhla (2008) ont testé les effets du calcium sur la filtration : celui-ci réduit la vitesse de colmatage en formant des ponts cationiques Ca^{2+} entre les EPS dans les floccs. Par contre, le dosage est très sensible car en cas de surdose, les auteurs ont observé une augmentation du colmatage inorganique.

Ces méthodes sont intéressantes mais restent pour le moment au stade de la recherche pure, aucune étude grandeur nature n'a été effectuée. Plusieurs points restent encore à éclaircir notamment concernant l'accumulation de ces produits chimiques dans les boues ou leurs effets sur le long terme ou sur les coûts engendrés.

II.6.2. Améliorations du procédé

Comme on a déjà pu le constater, les bioréacteurs à membranes sont largement étudiés et certains de ces travaux portent sur les différentes améliorations possibles du procédé. Ainsi, Wu *et al.* (2008a) ont testé un bioréacteur où les membranes sont en rotation ce qui impliquerait un meilleur décolmatage des membranes.

Les chercheurs s'intéressent également à l'utilisation de l'ozone dans les BAM. Une unité d'ozonation sur une boucle de recirculation permettrait d'améliorer la filtrabilité des boues. Huang et Wu (2008) ont montré que la technique était réalisable, efficace et qu'elle entraînait même une réduction de la production de boue (He *et al.*, 2006). Cependant le coût d'une telle technologie accentue encore les coûts importants d'opération des BAM et reste donc prohibitif pour le moment.

Kimura *et al.* (2008) ont testé une nouvelle configuration de BAM. Ils ont ajouté des cloisons autour des membranes afin de pouvoir effectuer simultanément la nitrification et la dénitrification en créant des zones anoxiques lorsque le niveau dans le BAM est bas (Figure 10). Li *et al.* (2008) utilisent un système similaire associant le principe de l'airlift avec celui du bioréacteur à membranes. Dans ce procédé, les membranes se situent dans la partie ascendante alors que la partie descendante est séparée par une cloison. Cette configuration a également pour but d'effectuer une nitrification/dénitrification simultanée.

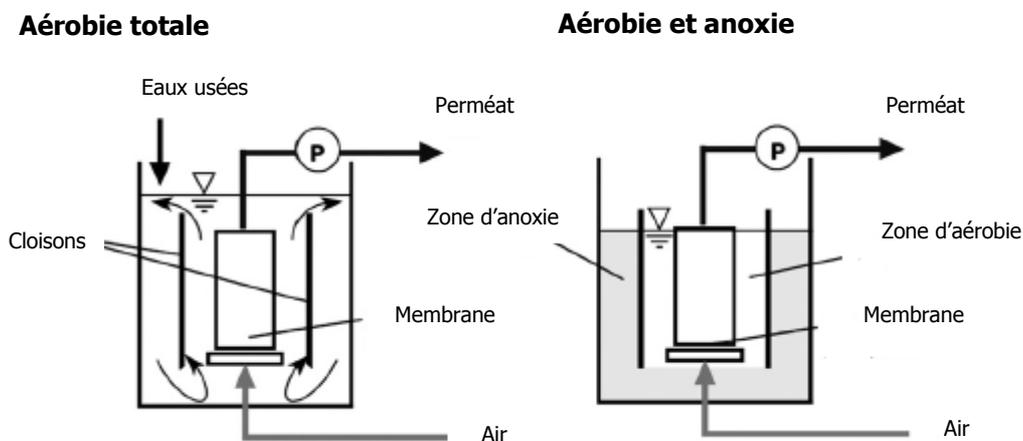


Figure 10 : Concept de BAM avec cloisons, d'après Kimura *et al.* (2008)

D'autres configurations sont également à l'étude comme ce BAM utilisant une distillation par membrane (Phattaranawik *et al.*, 2008), la membrane sépare verticalement les boues du perméat. Le système utilise des bactéries thermophiles à $40 \pm 10^\circ\text{C}$ et une membrane hydrophobe afin d'empêcher la pénétration de liquide dans les pores. Une interface liquide/vapeur s'établit au niveau de ces pores et la dépression créée de l'autre côté de la membrane par la circulation du perméat entraîne l'eau traitée sous forme gazeuse à travers celle-ci. Le temps de séjour des matières organiques est alors supérieur au temps de séjour hydraulique. Il serait ainsi possible d'obtenir les mêmes résultats épuratoires qu'un système associant un BAM et une unité d'osmose inverse.

Les membranes ont un coût important ce qui constitue un obstacle de taille à une meilleure expansion du procédé. Toutefois, il existe des membranes avec un coût de fabrication bien moindre, les membranes non tissées. Elles ont été testées par Zhi-Guo *et al.* (2005) pour une utilisation dans des BAM et leur efficacité a été prouvée, ouvrant la voie à un possible avenir de celles-ci dans le domaine du traitement des eaux usées.

II.6.3. Autres possibilités d'utilisation des bioréacteurs à membranes

Du fait de leur coût, les bioréacteurs à membranes ont initialement été utilisés dans le domaine industriel. Ainsi, afin de conclure cette introduction aux bioréacteurs à membranes, ce dernier paragraphe propose un bref exposé sur les possibilités d'utilisation des BAM autres que pour le traitement des eaux usées urbaines.

Les BAM sont en effet capables de traiter des fortes charges organiques et ils sont donc particulièrement adaptés aux effluents chargés que ce soit ceux de l'industrie du papier ou de tannerie (Viero *et al.*, 2008). Dans ce dernier cas, en comparaison avec les procédés conventionnels à boues activées, les BAM permettent d'obtenir une meilleure élimination de la DCO ainsi qu'une nitrification plus stable et plus efficace (Munz *et al.*, 2008).

Artiga *et al.* (2005) ont traité deux effluents (de tannerie et viticoles) avec de bons résultats. En effet, même si ceux-ci sont chargés en produits phytosanitaires, il est possible de les traiter en remplaçant la membrane d'ultrafiltration par une membrane de nanofiltration comme l'ont montré Massot *et al.* (2008).

Les eaux usées de raffineries sont également concernées, les effluents peuvent être ensuite ré-utilisés directement dans le procédé ou alors en tour de refroidissement ou dans des turbines à vapeur après traitement tertiaire (Torres *et al.*, 2008).

Dernier exemple, les BAM peuvent également servir à faire croître des cultures de bactéries annamox presque pures (à 97.6%) du fait de l'absence de la décantation, facteur de sélection des bactéries (van der Star *et al.*, 2008).

III - La modélisation des bioréacteurs à membranes

III.1. Introduction à la modélisation

Un modèle est une formalisation mathématique qui permet la reproduction, de manière simplifiée, de la réalité d'un phénomène dans le but de comprendre et/ou d'agir sur celui-ci. Les modèles sont de deux types selon que des variables aléatoires interviennent ou non dans le modèle. Dans le cas de la **modélisation stochastique**, la présence de variables aléatoires induit une multitude de résultats pour les simulations, et non un seul comme dans le cas d'un **modèle déterministe** qui ne fait intervenir aucune variable aléatoire.

Dans un bioréacteur à membranes, deux systèmes distincts peuvent être modélisés. Le premier, le système biologique, est composé des différentes communautés de bactéries qui vont transformer les polluants entrant sur la station. Le deuxième système représente la filtration membranaire et son interaction avec les conditions environnementales (propriétés des boues, conditions opératoires), c'est à dire le colmatage. La modélisation du colmatage à l'aide d'équations prenant en compte les données d'entrée permet la prédiction de l'évolution de la pression transmembranaire (ou du flux filtré). Les deux modélisations sont donc *a priori* déterministes.

Le chapitre qui suit introduit ces deux aspects de la modélisation des BAM avec tout d'abord une introduction aux modèles biologiques, les modèles ASM (« Activated Sludge Model »).

III.2. Les modèles biologiques – les modèles ASM

La modélisation biologique de procédés de traitement des eaux usées consiste à utiliser les caractéristiques des eaux usées (concentrations des polluants, débits), celles des conditions opératoires (aération, âge des boues, volumes des installations, débits internes, ...) pour alimenter et résoudre des équations mathématiques décrivant le comportement des communautés bactériennes et le devenir des polluants. Le modèle permet alors de traduire le comportement réel et de prédire l'efficacité épuratoire du procédé, autrement dit les concentrations et débits en sortie de l'installation.

En 1982, l'ancêtre de l'IWA (International Water Association), l'IAWPRC (International Association on Water Pollution, Research and Control) créa un groupe de travail afin de développer et faciliter l'application des modèles pour le dimensionnement et l'opération des installations de traitement des eaux usées. C'est ainsi que le premier modèle « Activated Sludge Model », l'ASM1, a été publié en 1987 par Henze *et al.* (1987), en s'inspirant du modèle défini par Dold *et al.* (1980). Ensuite, parce que l'ASM1 ne prend pas en charge le traitement biologique du phosphore, l'ASM2/ASM2d (Gujer *et al.* (1995), Henze *et al.* (1999)) a été développé. En 1999, le principe de mort/régénération de l'ASM1 a été remplacé au profit de celui de la respiration endogène et du stockage dans l'ASM3 (Gujer *et al.*, 1999).

Les concepts de l'ASM1 et de l'ASM3 sont détaillés dans la suite de ce chapitre alors que ceux de l'ASM2/ASM2d ne seront pas présentés car le traitement biologique du phosphore n'a pas été étudié au cours de ce travail.

III.2.1. Principe des modèles de type ASM

III.2.1.1 Le fractionnement de la DCO

Dans les modèles ASM, la DCO et les composés azotés sont fractionnés en catégories selon leur biodégradabilité et leur état physique (soluble ou particulaire) comme le montre la Figure 11.

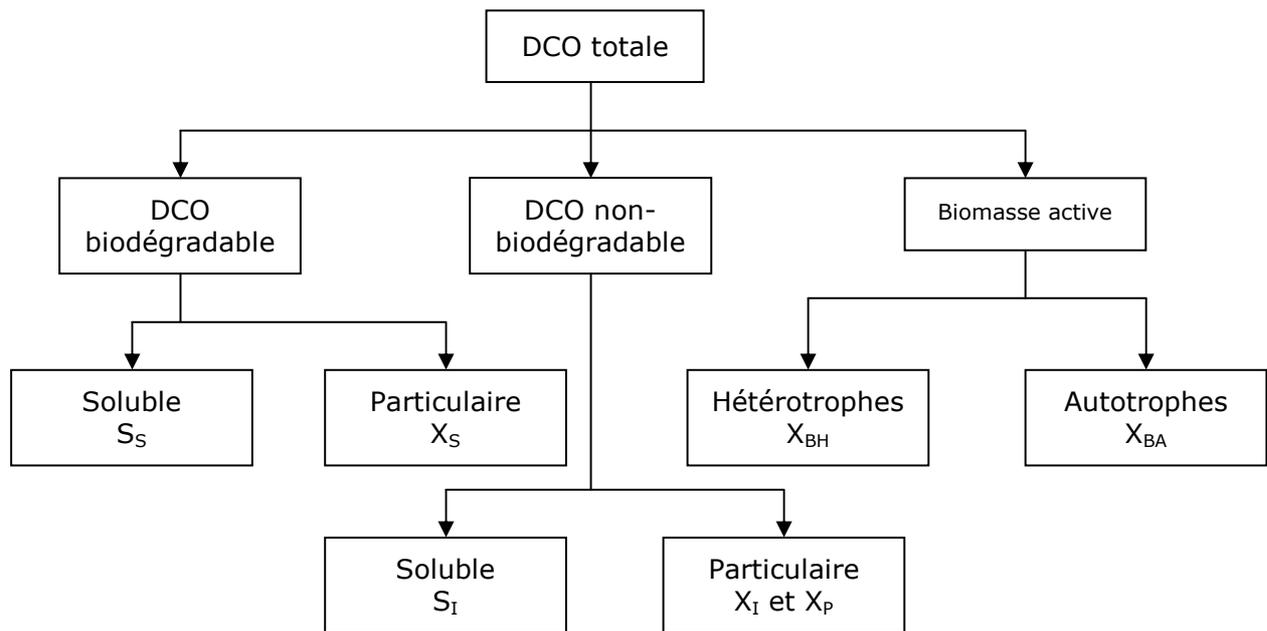


Figure 11 : Fractionnement de la DCO selon l'ASM1

Ces fractions sont des variables d'entrée (fractions des eaux usées) ou de sortie (fractions des eaux de sortie).

Par rapport à l'ASM1, l'ASM3 contient une fraction en plus, X_{STO} , qui correspond à la fraction de la DCO qui est stockée dans la biomasse.

III.2.1.2 Le fractionnement de l'azote

Tout comme la pollution carbonée, la pollution azotée se présente sous forme particulaire et soluble ainsi que biodégradable ou inerte. Les modèles ASM utilisent différentes fractions pour caractériser l'azote. La Figure 12 illustre la manière dont l'azote est fractionné dans le modèle ASM1 avec l'ajout des fractions spécifiques à l'ASM3 (en italique dans la figure).

Le fractionnement de l'azote pour l'ASM3 est simplifié, les composants S_{ND} et X_{ND} disparaissent en considérant que les fractions azotées correspondantes sont proportionnelles à

leur équivalent en DCO (Tableau 5). Ainsi $i_{NSS} \cdot S_S$ correspond à la fraction biodégradable soluble de l'azote organique, de même $i_{NXS} \cdot X_S$ est la fraction biodégradable particulaire de l'azote organique.

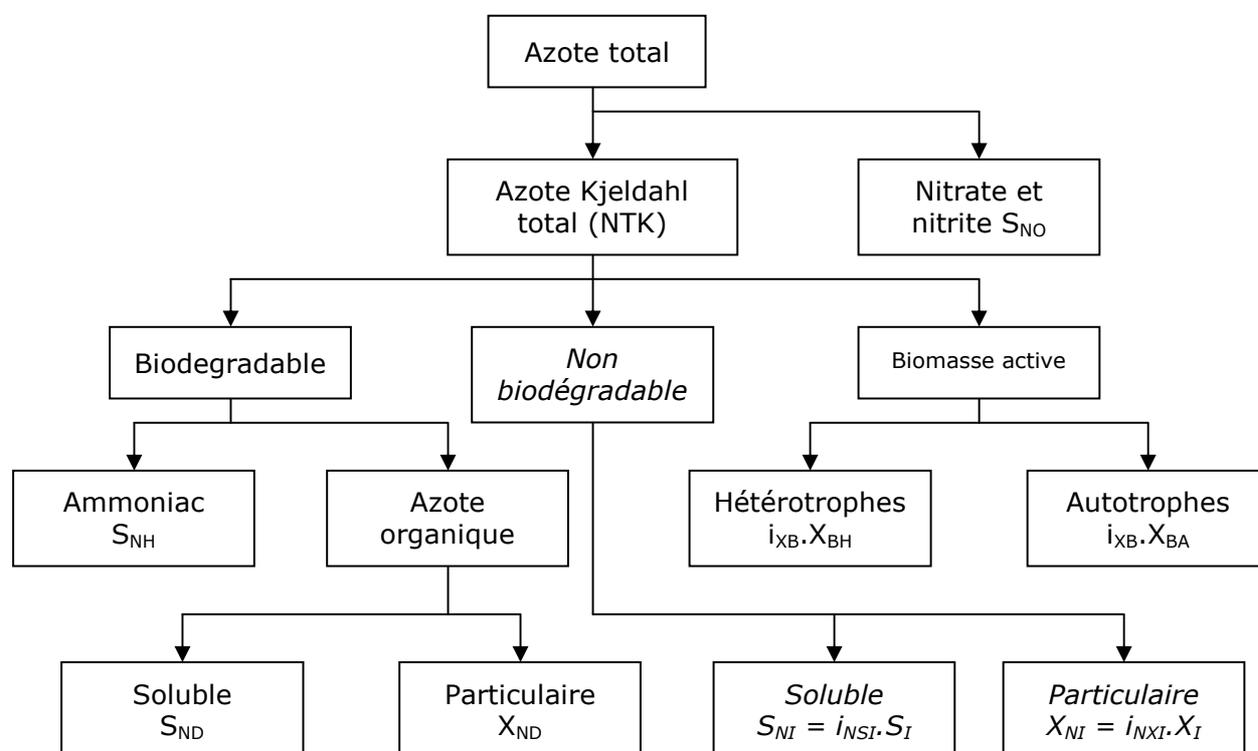


Figure 12 : Fractionnement de l'azote selon l'ASM1 avec ajout des fractions inertes selon l'ASM3 (en italique)

Tableau 5 : Paramètres décrivant le fractionnement de l'azote pour l'ASM3

Paramètre	Description
i_{XB}	Teneur en azote de la biomasse
i_{NXI}	Teneur en azote du particulaire inerte
i_{NXS}	Teneur en azote du particulaire biodégradable
i_{NSI}	Teneur en azote du soluble inerte
i_{NSS}	Teneur en azote du soluble biodégradable

III.2.1.3 Principe de la modélisation biologique avec les modèles ASM1 et ASM3

La Figure 13 illustre la modélisation des processus biologiques par l'ASM1. Ainsi, en période aérobie, les bactéries hétérotrophes utilisent la DCO sous forme soluble biodégradable S_S alors que les bactéries autotrophes nitrifient l'ammoniaque. Ces réactions créent ainsi de nouvelles bactéries (X_{BH} et X_{BA}). Le décès d'une partie de ces bactéries crée du nouveau substrat X_S ainsi qu'une fraction inerte de DCO, X_P aux propriétés identiques à la fraction X_I mais provenant de la mort de la biomasse. L'hydrolyse est une partie importante de ces processus car elle permet de passer de fractions particulaires potentiellement assimilables (X_S et X_{ND}) aux fractions solubles biodégradables par les bactéries.

En période d'anoxie, les autotrophes ne disposent plus de substrat et ne produisent plus de nouvelle biomasse, par contre, elles continuent à mourir. De leur côté, les bactéries

hétérotrophes vont utiliser les nitrates comme donneur d'électrons en lieu et place de l'oxygène, lors de cette phase dite de dénitrification, en produisant du dinitrogène gazeux. Ces réactions cinétiques sont régies par les lois de type Monod et font donc intervenir des constantes de demi-saturation.

L'ASM3 utilise quant à lui des concepts un peu différents de l'ASM1. Ainsi, le processus de décès/régénération propre à l'ASM1 est remplacé par la respiration dite endogène où la mort des bactéries s'effectue en consommant de l'oxygène (Figure 14). L'autre différence est l'apparition d'une fraction de la DCO stockée dans les bactéries, X_{STO} , qui sert d'intermédiaire entre la fraction directement biodégradable de la DCO et son utilisation pour la croissance des bactéries. Pour autant, les réactions épuratoires considérées restent les mêmes : la consommation de la DCO, la nitrification et la dénitrification. Aussi, la fraction X_P provenant du décès des bactéries dans l'ASM1 disparaît au profit de la fraction X_I et donc l'origine de la fraction particulaire n'est plus différenciée (eaux usées ou décès des bactéries).

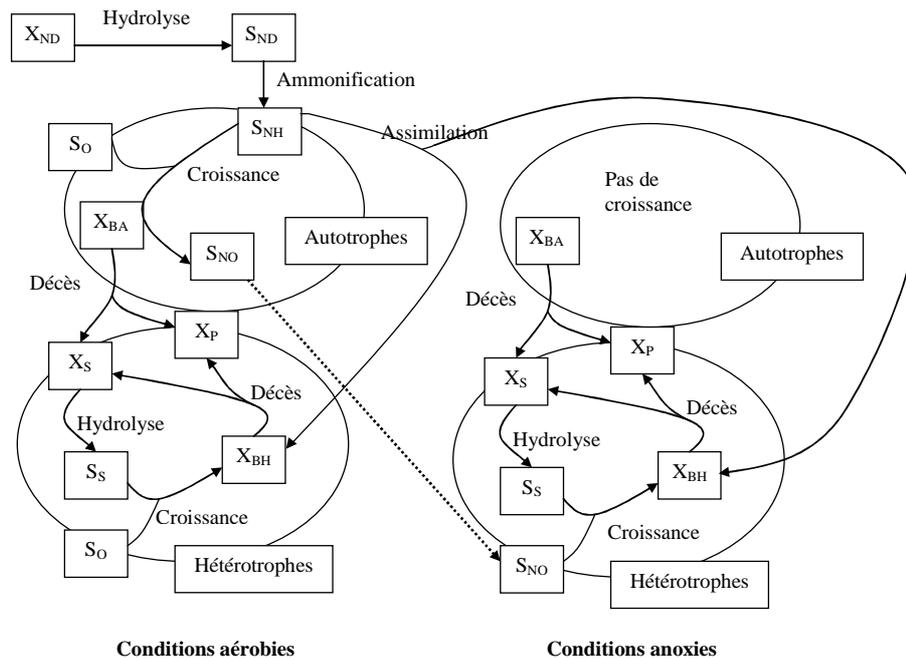


Figure 13 : Processus ASM1, adapté de Gujer *et al.* (1999)

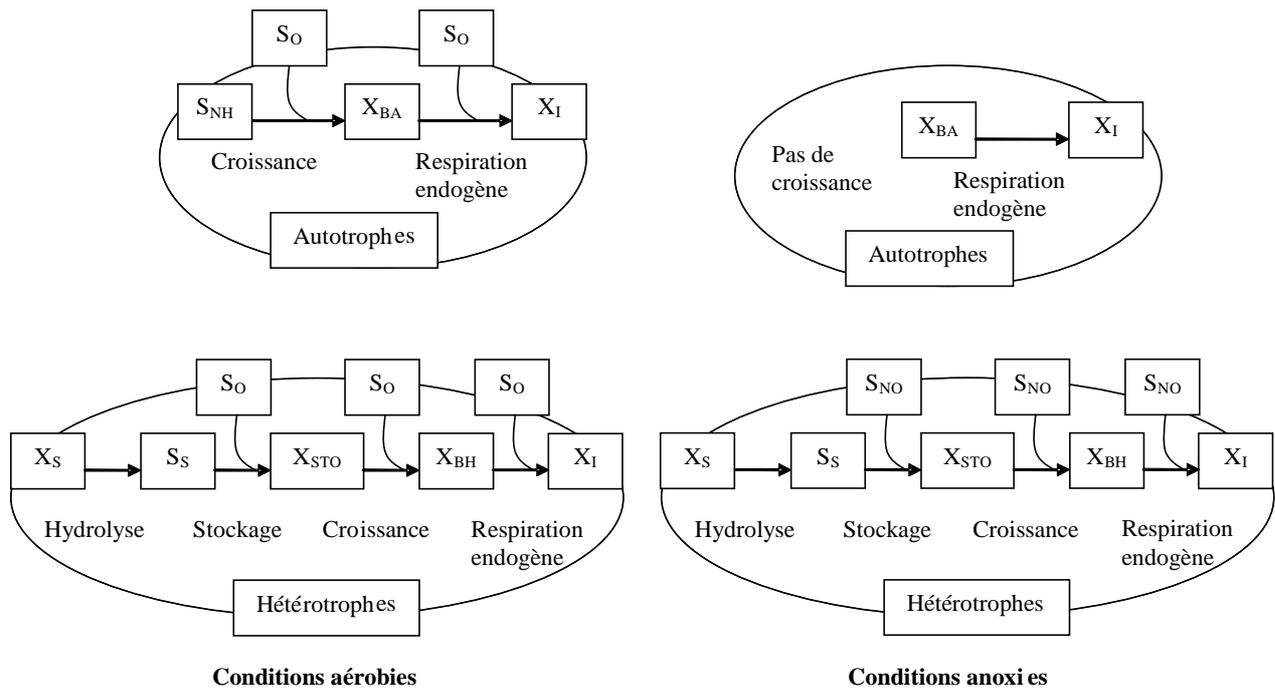


Figure 14 : Processus ASM3, adapté de Gujer *et al.* (1999)

III.2.2. Calage des modèles ASM

Le calage est une étape capitale de la modélisation, elle consiste à adapter le modèle à la station étudiée avec les informations récoltées sur celle-ci. Petersen (2000) a résumé les informations qui doivent être collectées pour cette étape :

- Informations sur le dimensionnement : Volumes des ouvrages, débits des pompes et capacités d'aération
- Informations sur les conditions opératoires :
 - o Débits de l'eau brute, de l'effluent, de la recirculation et de l'extraction des boues
 - o pH, aération et température
- Caractérisation du comportement hydraulique
- Caractérisation du modèle de décantation
- Caractérisation du modèle biologique ASM :
 - o Concentrations d'entrée et de sortie (MES, DCO, NTK, NH_4-N , NO_3-N ,...)
 - o Composition de la boue (MES, MVS, DCO, N)
 - o Cinétiques (croissance, décès)
 - o Stoechiométrie (rendement de la biomasse)

Il existe un grand nombre de protocoles de calage (BIOMATH, STOWA, HSG Guidelines, WERF, ...) sans qu'une méthode standard ne s'impose encore. Toutefois, les principales étapes sont communes à tous ces protocoles : le calage du modèle hydraulique, le calage en régime permanent, le calage en régime dynamique et enfin la validation du modèle.

Les techniques respirométriques sont souvent utilisées dans la détermination des coefficients cinétiques (Vanrolleghem et Spanjers (1998), Sperandio et Paul (2000)). La respirométrie consiste à mesurer et interpréter la vitesse de consommation de l'oxygène (ou respiration) dans les boues activées ou les eaux usées. Cette dernière est constituée de deux composantes, la respiration exogène, qui résulte du besoin en oxygène pour dégrader un substrat et la respiration endogène, qui correspond à la respiration en l'absence de substrat directement assimilable (Spanjers, 1993).

Des campagnes de mesures sur site avec des variations imposées et rapides des formes azotées ($\text{NH}_4\text{-N}$ et $\text{NO}_3\text{-N}$) sont une autre manière, parfois complémentaire, de déterminer certains paramètres cinétiques du modèle (Stricker (2000), Lagarde (2003)). Marquot (2006) propose une campagne de 8 heures avec périodes imposées de non aération et d'aération successives (voir partie II « Matériels et méthodes », III.2.5.) qui permettent de mesurer la nitrification et la dénitrification dans des conditions variées (limitantes et non-limitantes).

La caractérisation des eaux usées va permettre de définir les différentes fractions de la DCO et de l'azote qui constitueront des données d'entrée du modèle (Figure 11 et Figure 12). C'est pourquoi cette étape de fractionnement des eaux d'entrée est importante dans la procédure de calage des modèles ASM. On peut classer les méthodes disponibles pour séparer les fractions en deux catégories :

- Les techniques respirométriques
- Les méthodes physiques et/ou chimiques

Ces dernières rassemblent les différentes filtrations possibles (généralement à des seuils de coupure de $0.45\ \mu\text{m}$ (Henze *et al.*, 1987) ou $0.1\ \mu\text{m}$ (Levine *et al.*, 1985)) et la coagulation-floculation qui utilise du chlorure ferrique (FeCl_3) ou de l'hydroxyde de zinc (Zn(OH)_2) comme coagulants (Mamais *et al.*, 1993).

Les techniques de fractionnement seront approfondies dans la partie II « Matériels et méthodes » (paragraphe III.2.2.).

III.3. La modélisation des bioréacteurs à membranes

Le but de ce chapitre est d'exposer les différentes avancées effectuées dans le domaine de la modélisation des BAM ces dernières années. Les études de modélisation sont classées selon leur sujet : la biologie des BAM, le colmatage des membranes ou ces deux problématiques simultanément.

Sur le sujet de la modélisation des bioréacteurs à membranes, Ng et Kim (2007) ont effectué une revue bibliographique pertinente.

III.3.1. Modélisation biologique des BAM

III.3.1.1 Spécificités des BAM

La modélisation des BAM présente des différences avec la modélisation des boues activées du fait de leurs spécificités. Tout d'abord, l'absence de clarificateur simplifie la modélisation car celui-ci pouvait présenter un certain nombre de difficultés comme par exemple la question de son activité biologique (Marquot, 2006). Ensuite, les caractéristiques spécifiques de fonctionnement des bioréacteurs à membranes apportent deux nouvelles complications au travail de modélisation. La première concerne les cinétiques des équations du modèle qui sont affectées par les faibles charges massiques et les longs âges de boues. Ainsi, les carences en substrat modifient les pressions de sélection sur les bactéries. De plus, afin d'évaluer l'importance d'un processus au sein du modèle, il faut comparer son temps de réaction (sa cinétique) avec l'âge des boues. Ce dernier est bien plus élevé dans un bioréacteur à membrane et donc des procédés qui pouvaient être considérés comme importants dans un procédé conventionnel deviennent négligeables dans un BAM comme par exemple l'hydrolyse.

La seconde complication est due à la présence de l'aération de décolmatage des membranes. Celle-ci induit des taux de cisaillement importants qui influent sur la taille des floes et aussi sur l'activité biologique (Brockmann et Seyfried, 1996). Les floes étant plus petits, les transferts de substrats et d'oxygène sont également modifiés (Manser *et al.* (2005), voir ci-dessous). De plus, les fortes concentrations en MES rendent la modélisation du transfert en oxygène plus délicate.

III.3.1.2 Quelques modèles

Les tentatives de modélisation de BAM sont assez récentes, la première étude réelle de modélisation date de 2001 par Lu *et al.* (2001), même si Wen *et al.* (1999) avaient élaboré un modèle cinétique en 1999. Ainsi, Lu *et al.* (2001) ont utilisé le modèle ASM1 en y incluant la formation et la dégradation des produits microbiens solubles (PMS) tout comme Ahn *et al.* (2006) dont le modèle prend également en compte le sort des EPS liés.

III.3.1.3 Paramètres ASM1 des bioréacteurs à membranes

Les études portant sur le calage de paramètres du modèle ASM1 pour les bioréacteurs à membrane sont plutôt rares et très peu portent sur des installations réelles. Ainsi, les quatre travaux décrits par le Tableau 6 ont été effectués sur installations pilotes dont les conditions opératoires sont rapportées dans le Tableau 7.

Tableau 6 : Différents travaux sur le calage des paramètres de l'ASM1 pour les BAM

Étude	Description
Jiang <i>et al.</i> (2005b)	Calage d'une installation pilote de bioréacteur à membrane avec boucle externe
Ahn <i>et al.</i> (2006)	ASM1 et modèle de dégradation des EPS et des PMS, sur pilotes
Manser <i>et al.</i> (2005)	Estimation des constantes de demi-saturation sur deux pilotes, un BAM et un PCBA
Spérandio et Espinosa (2008)	Calage du modèle ASM1 sur une installation pilote à différents âges de boues

Tableau 7 : Conditions opératoires de quatre études de calage de paramètres du modèle ASM1

Paramètres	Jiang <i>et al.</i> (2005b)	Ahn <i>et al.</i> (2006)	Manser <i>et al.</i> (2005)	Spérandio et Espinosa (2008)
Température (°C)	22-28	/	15-20	20
Nature de l'effluent	urbain	synthétique	urbain	urbain
Débit (m ³ /j)	/	/	0.58	/
Charge organique (kg _{DCO} /m ³ .j)	/	0.37	/	0.6
Age des boues (j)	20	30-60-90	20	10-37-53-110
Temps de séjour hydraulique (h)	8	8	/	16
Concentration en oxygène (mg/L)	3-8	>2	2.5-3	2-6
Concentration en MES (g/L)	8-12	/	/	2-8

Par souci de clarté, les valeurs des paramètres de l'ASM1 déterminés dans chaque étude ont été rapportées dans deux tableaux différents, l'un pour les paramètres cinétiques μ_H , b_H , μ_A et b_A et pour les paramètres stœchiométriques Y_H et Y_A (Tableau 8), le deuxième pour les constantes de demi-saturation K_{NH} , K_{NO} , K_{OH} et K_{OA} (Tableau 9).

Les différences observées entre les valeurs des paramètres pour les BAM et celles par défaut de l'ASM1 pour les PCBA (Tableau 8) ne sont pas forcément liées au procédé car d'une part les conditions opératoires sont très différentes entre les deux procédés (forts âges de boues, charge massique plus faible pour les BAM) et aussi parce que les valeurs par défaut ont depuis été modifiées par plusieurs études. Ainsi, la valeur du taux de croissance des autotrophes a été revue à la baisse depuis alors que les estimations récentes du taux de décès des autotrophes fournissent des valeurs plus élevées que la valeur par défaut (par exemple Marquot (2006)).

Tableau 8 : Valeurs de quelques paramètres de l'ASM1 pour plusieurs études

Paramètres de l'ASM1	Valeurs par défaut ASM1 PCBA*	Jiang <i>et al.</i> (2005b)	Ahn <i>et al.</i> (2006)	Spérandio et Espinosa (2008)
Y_H (g _{DCO} /g _{DCO})	0.67	0.72	0.43	/
μ_H (j ⁻¹)	6.0	/	1.17	/
b_H (j ⁻¹)	0.62	0.25	0.77	/
Y_A (g _{DCO} /g _N)	0.24	0.25	0.3	/
μ_A (j ⁻¹)	0.8	/	0.48	0.45
b_A (j ⁻¹)	0.04	0.08	0.18	0.04

* Henze *et al.* (1987)

Des disparités sont aussi observées pour les paramètres du Tableau 8 entre les études sur les bioréacteurs à membranes. Pour Jiang *et al.* (2005b), la valeur du rendement hétérotrophe Y_H serait plus élevée que celle habituellement utilisée et au contraire plus faible pour Ahn *et al.* (2006). De même pour les taux de décès b_H et b_A , les valeurs varient d'une étude à l'autre. Toutefois, les conditions opératoires sont assez différentes selon les études (Tableau 7) ce qui peut expliquer l'hétérogénéité des résultats.

Les valeurs des constantes de demi-saturation ont été reportées dans le Tableau 9 ci-dessous.

Tableau 9 : Valeurs de quelques constantes de demi-saturation de l'ASM1 pour plusieurs études

Constantes de demi-saturation de l'ASM1	Valeurs par défaut ASM1 PCBA*	PCBA, (Manser <i>et al.</i> , 2005)	BAM, (Manser <i>et al.</i> , 2005)	BAM, (Spérandio et Espinosa, 2008)
K_{NH} (gN/m ³)	1.0	0.14±0.1	0.13±0.05	0.2 - 0.6
K_{NO} (gN/m ³)	0.5	0.28±0.2	0.17±0.06	/
K_{OH} (gO ₂ /m ³)	0.2	0.79±0.08	0.18±0.04	/
K_{OA} (gO ₂ /m ³)	0.4	0.47±0.04	0.13±0.06	/

* Henze *et al.* (1987)

Selon Manser *et al.* (2005), les constantes de demi-saturation pour les substrats sont similaires entre les deux procédés, mais pour l'oxygène, les auteurs ont déterminé des constantes de demi-saturation bien plus faibles dans le bioréacteur à membrane. Ils expliquent cette différence par des effets de transferts de matière au niveau des floes qui sont plus petits dans les BAM et qui donc offrent une moindre résistance au transfert.

Spérandio et Espinosa (2008) ont trouvé plusieurs valeurs de la constante K_{NH} en fonction de la concentration en MES, celles-ci varient entre 0.2 et 0.6 mg_N/L pour des concentrations en MES entre 2 et 8 g/L. La densité des floes augmente avec la concentration en boues et la résistance au transfert.

Finally, Jiang *et al.* (2005b) also estimated that the non-biodegradable fraction f_p of biomass in a BAM was equal to 0.06 instead of 0.08. This is a coherent result because as the sludge ages increase, the fraction of DCO that biomass can degrade increases. Reducing f_p has the consequence of reducing sludge production and increasing oxygen demand.

The ASM2dSMP model (Jiang *et al.*, 2008) adds four parameters related to PMS to the ASM2d model and it allows predicting PMS concentrations. Sludge age has been defined by simulations using this model as the main parameter controlling PMS concentration. The value of sludge age minimizing PMS concentration can be determined. However, the model is complex and many parameters need to be calibrated, in addition to the usual parameters of the ASM2d model (already more complex than the ASM1 and ASM3 models).

III.3.2. Modélisation du colmatage

Sludge fouling being the main technological barrier of BAM, understanding its functioning is a priority for many researchers and can also be approached through modeling. Thus, Li and Wang (2006) subdivided the membrane into sections and applied a mathematical model that is still complex and therefore difficult to implement on real installations. Similarly, Meng *et al.* (2005) use a fractal permeation model to simulate filtration and fouling and there, too, calibrating parameters from real data seems for the moment relatively difficult.

The most complete, but certainly also the most complex, model was developed by Busch *et al.* (2007) since it takes into account membrane geometry, hydrodynamics of the sludge, hydrodynamics of the permeate, fouling formation, pore blocking, polarization, fouling by mineral matter and finally biofilm formation. The same year, Guglielmi *et al.* (2007) modeled mathematically filtration using local flux theory. They succeeded in obtaining a good prediction of the duration of permanent filtration (just before the PTM limit) but only for constant fluxes. Finally, Delgado *et al.* (2008) expressed the average fouling rate in permanent regime (slope of PTM) as a function of stress intensity G by an exponential function.

This quick enumeration of different filtration and fouling models for BAM is intentionally not detailed because all these models are very complex and involve concepts that belong to fundamental research.

III.3.3. Modélisation associant le colmatage et la biologie

There are models associating biological processes with fouling prediction. These use more accessible filtration models and they are, for the most part, based on Darcy's law (equation (1.2)).

La résistance totale à la filtration R_t possède trois composantes :

- R_m : Résistance de la membrane, en m^{-1} , constante ($\# 10^{11} m^{-1}$)
- R_f : Résistance de blocage des pores, en m^{-1} , plutôt constante ($\# 10^{12} m^{-1}$)
- R_c : Résistance du gâteau, en m^{-1} ($\# 10^{13} m^{-1}$)

La résistance de blocage des pores est généralement plus faible que celle due à la couche de gâteau (environ $10^{13} m^{-1}$ contre $10^{12} m^{-1}$), c'est pourquoi elle est négligée dans le modèle de Lee *et al.* (2002) :

$$R_t = R_m + m \cdot \alpha \quad (1.19)$$

$$m = k_m \cdot \frac{V_p \cdot MES}{S} \quad (1.20)$$

Avec :

m : Masse accumulée sur la surface de la membrane, kg/m^2

α : Résistance spécifique, m/kg

V_p : Volume du perméat, m^3

MES : Concentration totale des solides en suspension, kg_{MES}/m^3

S : Surface de la membrane, m^2

k_m : Coefficient, de valeur comprise entre 0 et 1, vaut 1 pour une filtration frontale

Quatre équations différentielles du premier ordre permettent également de prédire le devenir des PMS. Toutefois, le modèle ne s'appuie, pour le moment, sur aucune donnée réelle et reste donc purement théorique.

Wintgens *et al.* (2003) ont utilisé l'ASM3 qu'ils ont couplé avec un autre modèle de colmatage également basé sur la loi de Darcy pour laquelle ils ont aussi négligé la résistance due au blocage des pores R_f :

$$J(t) = \frac{PTM}{\mu} \times \frac{1}{R_m + k_c \cdot MES \cdot e^{\frac{J(t)}{k_p}}} \quad (1.21)$$

Avec :

k_c : Paramètre concernant la couche de gâteau, m^2/kg

MES : Concentration de la solution, g_{MES}/m^3

k_p : Coefficient du transfert de masse, $m^3/m^2 \cdot s$

Ainsi, les auteurs ont pu ainsi calibrer leur modèle pour que celui-ci simule correctement la perte de perméabilité sur une année.

La couche de gâteau qui se forme sur la membrane joue le rôle de barrière supplémentaire pour les matières organiques qui vont s'y adsorber. Ainsi, Di Bella *et al.* (2008) ont réussi à mieux simuler les concentrations en sortie de la DCO avec l'aide d'un modèle de filtration couplé au modèle ASM1. Par contre, la variation de PTM ou de flux (et donc le colmatage) n'a pas été étudiée par les auteurs.

La prochaine étape consistera à utiliser un modèle ASM incluant la prédiction des concentrations en EPS et en PMS qui serviront de données d'entrée à un modèle de colmatage, on parle alors de « modèle complet » (Saroj *et al.*, 2008).

Les modèles spécifiques aux BAM restent toutefois au stade de développement et il faudra encore attendre quelques années avant de pouvoir prédire correctement les concentrations en PMS et EPS et surtout avant d'obtenir un modèle de colmatage fiable. De plus, les EPS et PMS ne sont pas les seuls facteurs influençant le colmatage des membranes, notamment sur installations réelles où de nombreux paramètres rentrent en jeu. L'un des deux objectifs de ce travail est d'essayer de dégager les principaux paramètres influençant le colmatage que ce soit parmi les propriétés physico-chimiques des boues ou les conditions opératoires. Cet aspect sera abordé dans la partie V. La partie chapitre III concerne l'analyse d'installations réelles de bioréacteurs à membranes et un exemple de modélisation biologique d'une de ces stations est proposé dans la partie IV afin de tester la capacité des modèles ASM à simuler un BAM malgré ses spécificités. Les méthodologies utilisées au cours de ces deux approches sont abordées dans le prochain chapitre.

Partie n°2 :
Matériels et méthodes

I - Présentation des stations d'épuration

Pour les besoins de cette étude, trois stations d'épuration utilisant le procédé bioréacteur à membranes immergées ont été suivies. Compte tenu du faible nombre de BAM traitant les eaux usées urbaines en France, le choix de ces stations a été rapide.

Dans ce chapitre, le fonctionnement des trois BAM sera détaillé ainsi que le protocole de suivi des stations. Le tableau récapitulatif de l'Annexe n°1 rassemble les paramètres importants concernant les trois stations suivies : Guéthary (64), Le Guilvinec (29) et Grasse (06).

I.1. Station de Guéthary

I.1.1. Présentation de la station

La station de Guéthary a été construite par la société MSE filiale du groupe Véolia et mise en service en 2004. Elle est dimensionnée pour 4100 EH (« équivalent habitants ») en basse saison et 10000 EH en haute saison et se situe dans une région touristique ce qui entraîne une importante augmentation de la population en été. Le réseau apporte à la station une part non négligeable d'eaux pluviales et le rejet s'effectue en mer via un émissaire de 400 m non loin d'une zone de baignade, c'est d'ailleurs les contraintes de qualité du rejet qui ont poussé la municipalité à adopter, en 2004, un traitement par bioréacteur à membrane basé sur le procédé Biosep® de Veolia Water Systems (Figure 15).

Les eaux usées arrivant sur la station passent à travers un tamis rotatif de 1 mm de taille des mailles afin de protéger les membranes des matières pouvant les endommager (notamment les filasses). Les effluents sont ensuite stockés dans deux bassins tampons.

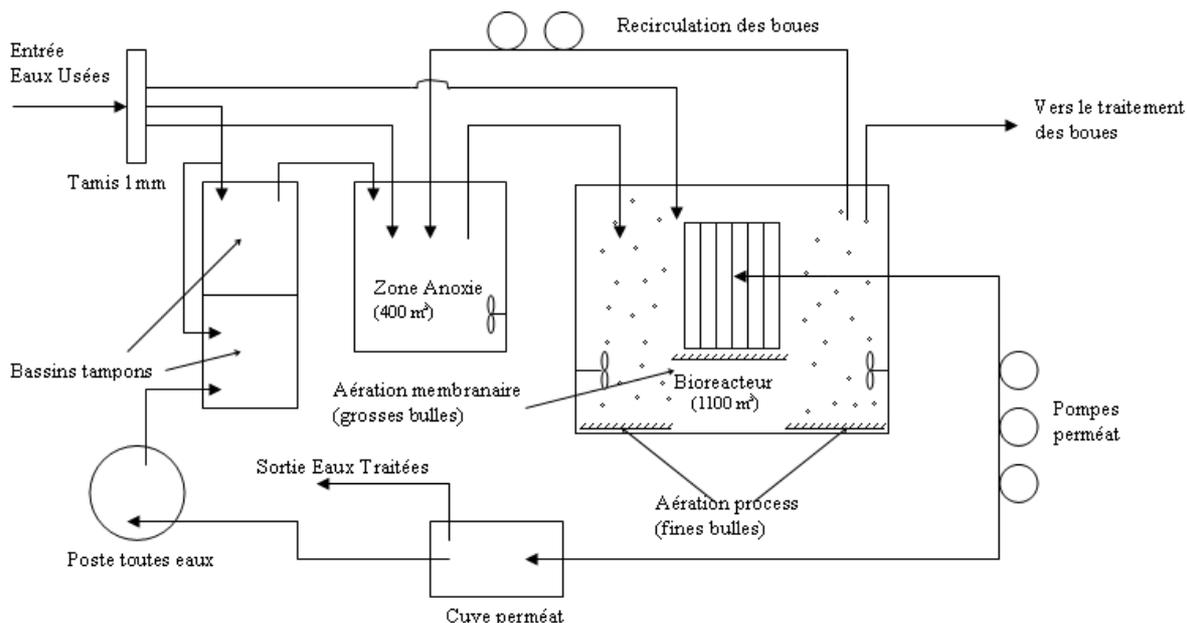


Figure 15 : Schéma du BAM de Guéthary

L'étage biologique est composé d'une zone d'anoxie de 400 m³ et d'un bassin d'aération d'un volume de 1100 m³ contenant les membranes. La zone d'anoxie est équipée d'un agitateur fonctionnant en continu. Elle est utilisée uniquement en été et se retrouve court-circuitée en hiver. L'aération par fines bulles (1722 Nm³/h pour les besoins biologiques) est séquencée dans le bioréacteur afin de permettre, dans le même bassin, la nitrification et la dénitrification. Un système d'aération par grosses bulles est également présent dans ce bassin dont le but est le décolmatage des membranes. Deux débits d'air (vitesses) sont disponibles, le plus faible (800 Nm³/h) lorsque les membranes sont au repos et le plus important (1540 Nm³/h) lorsque les membranes sont en phase de filtration. Deux agitateurs situés aux parois du bioréacteur et diamétralement opposés assurent le mélange dans le bassin lorsque l'aération par fines bulles est à l'arrêt.

Le bioréacteur comprend 8 cassettes et demie de membranes Zenon ZeeWeed ZW500c pour une surface totale de filtration de 3740 m². Celle-ci s'effectue à l'aide de trois pompes qui fonctionnent en alternance : une seule est en fonctionnement lorsque l'eau est soutirée alors que les rétrolavages nécessitent l'utilisation de deux pompes. Ces rétrolavages (auxquels s'ajoutent le lavage des appareillages) représentent de 20 à 25% de la totalité de l'eau filtrée. Les cycles de filtration durent 10 minutes à débit fixe (le plus souvent 30 L/h.m² ou LMH) suivis de 45 secondes de rétrolavage à un débit 1.5 fois supérieur au débit de filtration (45 LMH).

Des lavages chimiques (hypochlorite de soude et acide citrique) sont préconisés environ tous les ans. C'est une étape assez coûteuse en temps et en main d'œuvre puisque les cassettes sont lavées séparément. La cassette est tout d'abord retirée de son socle à l'aide d'un treuil. Puis les filasses piégées dans le réseau de fibres creuses et surtout aux points d'attache supérieurs, sont enlevées manuellement. Finalement, la cassette est placée dans un bassin spécialement conçu pour les lavages chimiques avec successivement une immersion (ainsi que des rétrolavages) dans une solution basique (hypochlorite de soude) puis acide (acide citrique).

Les deux tableaux suivants (Tableau 10 et Tableau 11) présentent les données constituant le cahier des charges pour le dimensionnement de la station. Le Tableau 10, détaille les flux nominaux d'entrée de la station. Le Tableau 11, reproduit les concentrations minimales du perméat à ne pas dépasser en sortie de la station sur les échantillons moyens 24h par arrêté préfectoral.

Tableau 10 : Flux nominaux en entrée de station de Guéthary

Paramètre	Flux basse saison	Flux haute saison
DBO ₅ (kg/j)	248	600
DCO (kg/j)	598	1320
MES (kg/j)	372	564
NTK (kg/j)	55	136
PT (kg/j)	16	28
Qjour (m ³ /j)	248	600
Qpointe (m ³ /h)	755	1600

Tableau 11 : Garanties du constructeur et exigences de l'arrêté préfectoral sur les paramètres en sortie de la station de Guéthary sur échantillons moyens 24h

Paramètre	Exigence arrêté préfectoral
DBO ₅	25mg/L
DCO	90mg/L
MES	25mg/L
NGL	20mg/L
NTK	10mg/L
Escherichia Coli	Flux < 10 ⁵ /s

1.1.2. Protocole de suivi

Le Cemagref a suivi la station de Guéthary pendant environ deux ans de début 2005 à fin 2006 avec une surveillance accrue durant les périodes estivales entre juin et septembre de ces deux années. En effet, c'est à ce moment que la charge connaît une augmentation soudaine due aux arrivées de touristes.

Les objectifs du suivi de la station de Guéthary sont au nombre de trois : l'étude du procédé, la collecte de données pour la modélisation de la station et enfin le suivi des propriétés physico-chimiques des boues.

Dans ce but, il est nécessaire d'avoir une bonne connaissance de l'ensemble des flux au sein de la station (charges à traiter, boues recirculées, extraction des boues, sorties...) et aussi de l'ensemble des paramètres du système (concentrations en oxygène, en MES, potentiel redox, pH, température, ...).

Afin de remplir ces objectifs, les données de la supervision (capteurs de la station, débits, horodatages, etc...) ont été récupérées mais celles-ci n'étant pas suffisantes, des capteurs supplémentaires ont été installés. Ainsi, le bassin d'aération a été équipé d'un capteur de MES, de deux oxymètres, d'un pHmètre et de deux thermomètres par le Cemagref. La Figure 16 présente une vue en coupe du bassin d'aération avec les deux oxymètres (une sonde optique LDO DrLange et une sonde électrochimique WTW) qui étaient situés à 2.5 m du bord du réacteur cylindrique, à 2 et 4 m de profondeur respectivement.

Une sonde spectrophotométrique UV-Visible (S::CAN) mesurant la DCO, la DCO soluble ainsi que la concentration en MES (une mesure toutes les 2 minutes) a été placée en entrée de la zone d'anoxie dans un bac fonctionnant en surverse. Ainsi, elle a permis l'estimation des concentrations des polluants entrant sur la station. Une évaluation de ce capteur par comparaison entre ses données et des analyses chimiques en laboratoire a été réalisée pour les trois stations et les résultats montrent une très bonne fiabilité du capteur et sont disponibles dans l'article de Racault *et al.* (2007). Les différents capteurs installés sur la station sont reportés dans le Tableau 12.

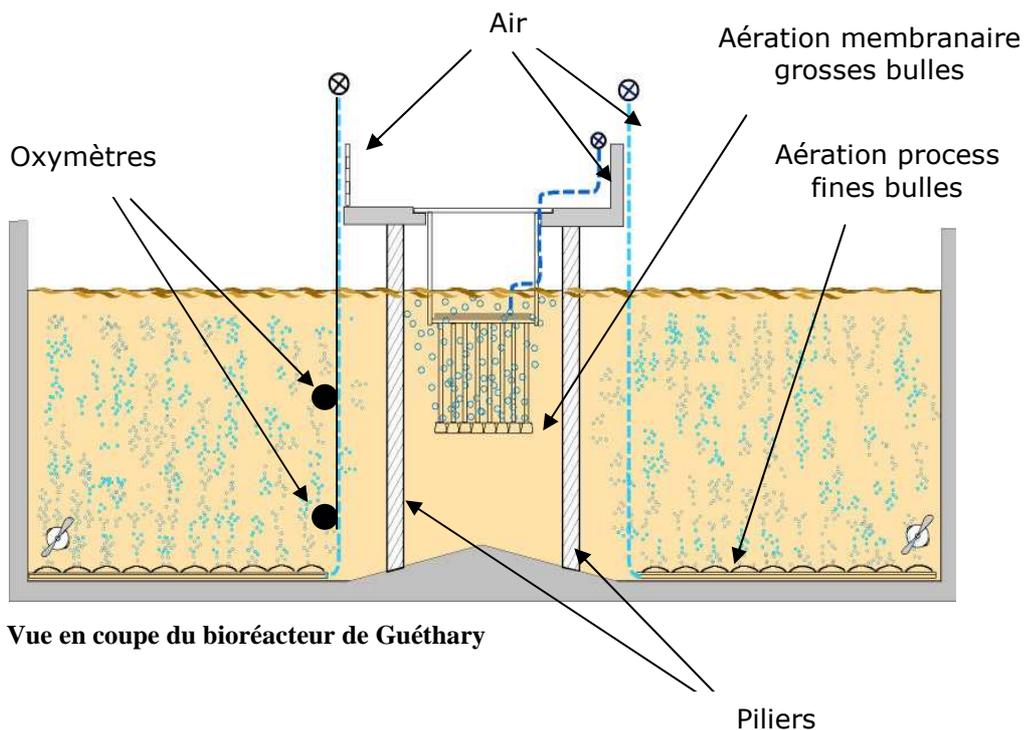


Figure 16 : Vue en coupe du bioréacteur de Guéthary

Tableau 12 : Instrumentation de la station de Guéthary

Capteur	Emplacement (profondeur)	
sonde DCO-MES	Entrée zone anoxie	Cemagref
redox-mètre	Bassin d'aération	Lyonnaise des Eaux
MES-mètre	Bassin d'aération	Lyonnaise des Eaux
oxymètre	Bassin d'aération	Lyonnaise des Eaux
MES-mètre	Bassin d'aération	Cemagref
oxymètre	Bassin d'aération (2 m)	Cemagref
oxymètre	Bassin d'aération (4 m)	Cemagref
température	Bassin d'aération	Cemagref
pH-mètre	Bassin d'aération	Cemagref

Dans un souci d'autonomie vis-à-vis du personnel exploitant la station et de connaissance du fonctionnement en ligne, un système d'acquisition de données basé sur des automates Perax a été mis en place (Figure 17). Celui-ci récupère les enregistrements des capteurs de la station ainsi que ceux installés par le Cemagref qu'il rapatrie sur un PC via une ligne RTC classique. Cette installation a permis un suivi journalier de l'installation.

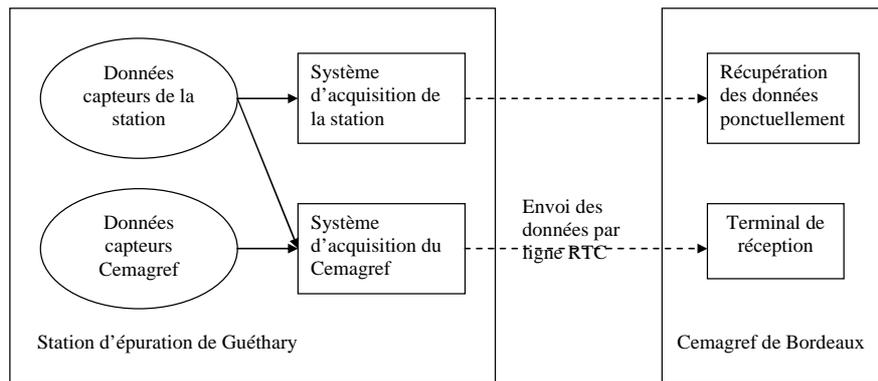


Figure 17 : Système d'acquisition des données sur la station de Guéthary

Pendant les périodes estivales de 2005 et 2006, des échantillons moyens 24h ont été réalisés chaque semaine en entrée et sortie de la station. Ces prélèvements sont effectués par un échantillonneur automatique qui prélève une certaine quantité d'eau (d'entrée ou de sortie) proportionnellement au débit (par exemple, 50 mL vont être prélevés à chaque fois que 10 m³ sont passés). Le but est d'obtenir un échantillon représentatif des flux journaliers d'un volume suffisant afin de pouvoir pratiquer toutes les analyses prévues.

Grâce à ces échantillons moyens 24h des eaux usées en entrée, les concentrations moyennes en DCO, MES, NTK, NH₄⁺, PT, PO₄³⁻ ont été mesurées. Les mêmes jours, les concentrations en DCO, NTK, NH₄⁺, PT, PO₄³⁻, NO₃⁻ et NO₂⁻ ont été déterminées sur des échantillons moyens journaliers de sortie (au niveau de la sortie des membranes). Des échantillons similaires ont également été conservés dans un réfrigérateur par l'exploitant presque tous les jours en semaine, permettant ainsi leur analyse pour les concentrations en NO₃⁻, NO₂⁻ et NH₄⁺. Ce mode de conservation est rendu possible par les membranes car celles-ci retiennent les bactéries et les matières en suspension, ainsi le risque que les concentrations évoluent est très faible.

Rappel : Les principales informations concernant cette station et les deux autres sont disponibles dans le tableau de synthèse de l'Annexe n°1.

I.2. Station de Le Guilvinec

I.2.1. Présentation de la station

Mise en service au début de l'année 2005, la station de Le Guilvinec est dimensionnée pour une capacité nominale de 26000 EH dont 16700 EH d'origine industrielle. Elle est basée sur le procédé Aqua-RM[®] de Stereau et utilise des membranes planes Kubota. Depuis 1998, Le Guilvinec est le troisième port de pêche en France ce qui explique une charge polluante industrielle importante en regard de la population raccordée. Les bases de dimensionnement et les niveaux de rejet attendus sont reportés dans le Tableau 13.

La station est équipée d'une unité collective de traitement biologique des graisses, le Lypocycle[®], installée sur le site. Ainsi, les effluents entrant sur la station sont composés des eaux résiduaires urbaines auxquelles sont associées d'éventuelles graisses provenant d'autres stations, des lixiviats provenant d'une décharge, des sables de curage du réseau et le refoulement des pompes toutes eaux. Après un passage au travers d'un tamis rotatif à mailles fines de 2 mm, les eaux d'entrée sont admises dans un dégraisseur-dessableur qui va séparer les sables (qui vont se déposer au fond) et les graisses (raclées puis traitées dans le réacteur biologique Lypocycle[®]).

Tableau 13 : Bases de dimensionnement et normes de rejets (arrêté préfectoral 7/11/2003)

Paramètre	Charge nominale (kg/j)	Niveau de rejet (mg/L)
DBO ₅	1560	5
DCO	3706	70
MES	1099	5
NTK	242.2	10
NGI	/	15
PT	47.1	2 (1 pour l'été)
Qjour	2600 m ³ /j	/
Qpointe	280 m ³ /h	/
Escherichia Coli	/	1x10 ² u/100 mL

Le traitement biologique est composé d'un bassin d'aération de 1500 m³ (avec 300 m³ de marnage supplémentaire) équipé de deux agitateurs ainsi que de trois compartiments membranaires (CM) de 150 m³ (plus 30 m³ de marnage) comprenant les membranes Kubota. Le Lypocycle[®] se déverse dans le réacteur biologique par bâchées de 150 m³ (environ une fois par semaine). Le traitement physico-chimique du phosphore est effectué sur la station de Le Guilvinec par ajout de chlorure ferrique dans le bassin d'aération.

Chaque compartiment membranaire comporte six modules à deux étages de plaques Kubota, la surface totale de filtration est de 5760 m². Les membranes n'ont pas à subir de rétrolavages fréquents comme les membranes à fibres creuses mais des rétrolavages chimiques (hypochlorite de sodium et acide) épisodiques sont prévus par isolation d'un des compartiments membranaires.

L'eau traitée est ensuite stockée dans une cuve (la cuve perméat) d'où les eaux industrielles sont soutirées pour des opérations de lavage (tamis, membranes, centrifugeuse, etc...). Le trop-plein de la bâche perméat déborde par surverse vers un bassin à marée qui relargue vers le milieu récepteur au jusant (afin d'amener les effluents au large). La Figure 18 propose un schéma global de la station de Le Guilvinec.

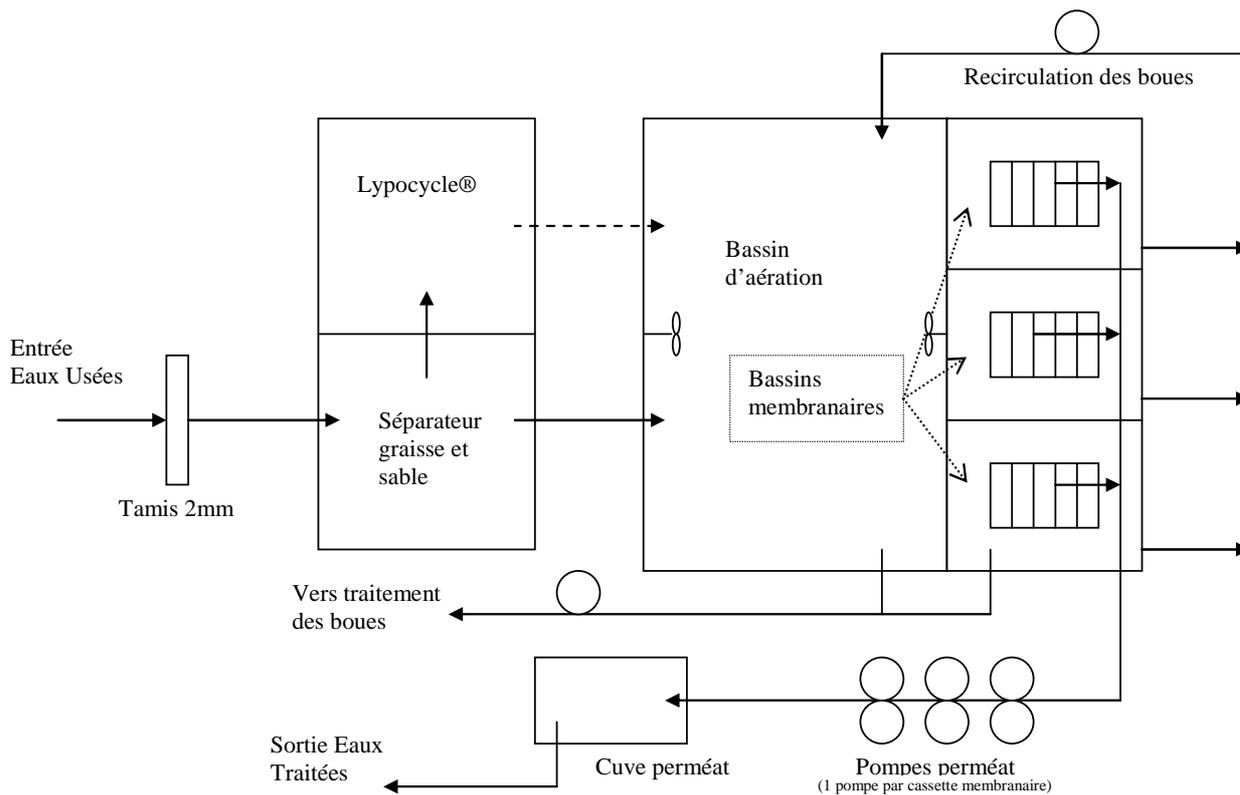


Figure 18 : Schéma du BAM de Le Guilvinec

1.2.2. Protocole de suivi

Les objectifs sont les mêmes que pour la station de Guéthary avec des contraintes supplémentaires dues à la distance du site d'étude par rapport à l'institut de recherche.

Dans le but de connaître la charge entrante en DCO, la sonde spectrophotométrique S::CAN (DCO, MES et DCO soluble) a été installée à l'entrée du bassin d'aération. Elle ne prend donc pas en compte les bâchées venant du Lypocycle® ou les arrivées de lixiviats. Le Cemagref a également mis en place un capteur MES supplémentaire dans le bassin d'aération afin d'avoir une meilleure quantification de la boue présente dans le système (et de son extraction).

L'ensemble des capteurs installés sur la station sont répertoriés dans le Tableau 14. Les données des capteurs du Cemagref sont récupérées par une station Perax puis envoyées par liaison GSM. La récupération des données via la supervision de la station et l'envoi des données par l'exploitant ont été préférés à l'installation d'un système indépendant comme ce fût le cas sur la station de Guéthary. La Figure 19 schématise la méthode de récupération des données de la station de Le Guilvinec.

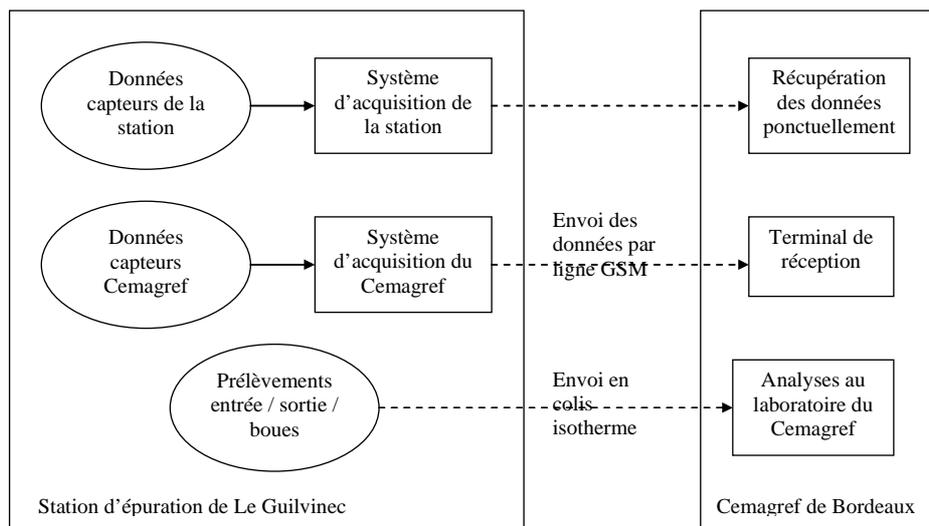


Figure 19 : Système d'acquisition des données de la station de Le Guilvinec

Tableau 14 : Instrumentation de la station de Le Guilvinec

Capteurs	Emplacement	
sonde DCO-MES	Entrée bassin d'aération	Cemagref
oxymètre	Bassin d'aération	Stereau
redox-mètre	Bassin d'aération	Stereau
oxymètre	Bassin d'aération	Cemagref
MES-mètre	Bassin d'aération	Cemagref
MES-mètre	CM n°3	Stereau
pH-mètre	CM n°3	Stereau
température	CM n°3	Stereau
oxymètre	CM n°3	Stereau

La distance entre cette installation et le Cemagref de Bordeaux étant importante, la présence sur site toutes les semaines était impossible. Il a donc été choisi d'effectuer des envois d'échantillons d'eau d'entrée, de boue et d'eau de sortie par colis isothermes (fournis par la société Emballinfor). L'Annexe n°2 présente les résultats très satisfaisants du test des colis effectué par le Cemafroid (Groupe d'Intérêt Economique, GIE, créée en 2000 par le Cemagref, PERIFEM et Transfrigoroute France).

Rappel : Les principales informations concernant cette station et les deux autres sont disponibles dans le tableau de synthèse de l'Annexe n°1.

I.3. Station de Grasse

I.3.1. Présentation de la station

La station d'épuration de Grasse a une capacité de 24000 EH. Elle comprend deux files indépendantes car cette première station établie sur la base du procédé Ultrafor® par la société Degrémont est considérée comme un site expérimental de recherche et développement. Les effluents sont dégrillés à travers deux tamis, l'un grossier (10 mm) et l'autre fin (3 mm).

L'étage biologique comporte deux filières qui se composent chacune d'un bassin d'aération d'un volume de 1000 m³ (soit 2000 m³ au total) et de deux cellules de filtration, Ultrabox (4 au total), contenant les membranes, de volume unitaire 65 m³ (soit 260 m³ au total). Du fait de surcoûts en génie civil trop importants (terrassment, construction sur pieux de 20m), le cahier des charges n'exige qu'une nitrification seule sans dénitrification.

Une déphosphatation physico-chimique est assurée par ajout de FeCl₃ dans le bassin d'aération à l'aide d'une pompe doseuse directement dans les bassins d'aération. Seule la nitrification est exigée comme objectif de traitement, c'est pourquoi les bassins d'aération ne sont pas équipés d'agitateurs. Le schéma de la Figure 20 représente les deux files de traitement biologique de la station de Grasse. Les membranes Zenon ZeeWeed 500d installées représentent une surface totale de filtration de 8968 m². Le rétrolavage fonctionne à un débit égal à 1.5 fois le dernier débit de filtration. Les débits d'aspiration des membranes fluctuent proportionnellement au débit en entrée de la station.

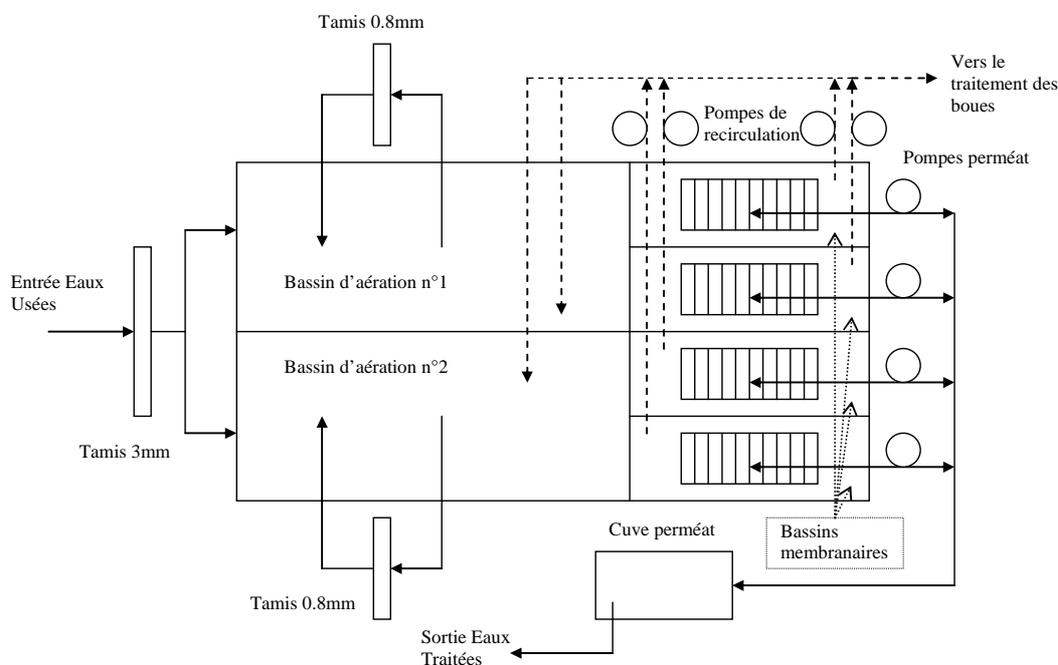


Figure 20 : Schéma du BAM de Grasse

Des nettoyages chimiques des membranes sont également réalisés régulièrement :

- Les lavages préventifs interviennent tous les 4 à 5 jours, ils permettent par injection à contre courant d'eau de javel et d'acide citrique à un débit de 20 LMH de limiter le colmatage sur le long terme. L'opération dure environ 1 heure.
- Les lavages de régénération sont réalisés 2 fois par an. Il s'agit d'un nettoyage curatif pour l'élimination du colmatage accumulé pendant les cycles de filtration. Les membranes sont rétrolavées et immergées soit dans l'eau de javel, soit dans l'acide citrique après vidange de la boue du compartiment des membranes qui vont être lavées.

1.3.2. Protocole de suivi

Le protocole de suivi est identique à celui du site de Le Guilvinec (schématisé par la Figure 19) et comprend l'acquisition d'un maximum de données afin de caractériser le système à tout instant. Ainsi, de nombreux capteurs ont été installés par le Cemagref, leurs données transitent via la centrale d'acquisition de données Perax avant d'être envoyées par ligne GSM au Cemagref de Bordeaux. L'ensemble des capteurs est répertorié dans le Tableau 15 suivant :

Tableau 15 : Instrumentation de la station de Grasse

Capteurs	Emplacement (profondeur)	
sonde DCO-MES	Entrée bassins d'aération	Cemagref
MES-mètre	Sortie bassins d'aération (3m)	Lyonnaise des Eaux
oxymètre	Sortie bassins d'aération (3m)	Lyonnaise des Eaux
redox-mètre	Sortie bassins d'aération (3m)	Lyonnaise des Eaux
oxymètre	Entrée bassin d'aération n°1 (5.5m)	Cemagref
oxymètre	Sortie bassin d'aération n°1 (5.5m)	Cemagref
MES-mètre	Milieu bassin d'aération n°1 (3m)	Cemagref
pH-mètre	Sortie bassin d'aération n°1	Cemagref
température	Ultrabox n°4	Cemagref
MES-mètre	Ultrabox n°4	Degrémont
oxymètre	Ultrabox n°4	Degrémont

L'envoi d'échantillons de boues, d'eau d'entrée et de sortie directement au Cemagref pour analyse (13 envois durant l'été 2007 à raison d'un par semaine environ) a, comme pour la station de Le Guilvinec, été adopté en ajout des campagnes de mesures effectuées sur le site qui seront détaillées dans la prochaine partie sur l'étude des trois procédés.

Rappel : Les principales informations concernant cette station et les deux autres sont disponibles dans le tableau de synthèse de l'Annexe n°1.

1.4. Calculs de la production de boues et de l'âge des boues

En couplant les données de la mesure de concentration en MES dans les bassins où la boue est extraite avec les temps de fonctionnement et débits des pompes d'extraction, la quantité de boues extraite est estimée par la formule :

$$m_{\text{boues extr.}}^P = \int_0^P (t_{\text{extrac.}} \times Q_{\text{extrac.}}^t \times [\text{MES}]_{\text{extr.}}^t) dt \quad (2.22)$$

Avec :

P : Période étudiée (en j)

$m_{\text{boues extr.}}^P$: Masse de boues extraite pendant la période P (en kg)

$t_{\text{extrac.}}$: Temps de marche de l'extraction à l'instant t (en j)

$Q_{\text{extrac.}}^t$: Débit d'extraction des boues à l'instant t (en m³/j)

$[\text{MES}]_{\text{extr.}}^t$: Concentration en MES des boues extraites à l'instant t (en kg/m³)

Ensuite, ce calcul est effectué sur l'ensemble de la période d'étude en y incluant la correction par rapport à la variation de masse de boues dans la station durant ce même intervalle. On obtient ainsi la quantité de boues produites sur la période (en MES ou MVS), celle-ci peut être divisée par la quantité globale de DCO éliminée afin d'obtenir une production de boues relative à la quantité de polluant assimilée par la biomasse (kgMES/kgDCOéliminée) :

$$m_{\text{boues prod.}}^P = m_{\text{boues extr.}}^P + \Delta m_{\text{boues}}^P \quad (2.23)$$

$$PB^P = \frac{m_{\text{boues prod.}}^P}{DCO_{\text{éliminée}}^P} \quad (2.24)$$

Avec :

$m_{\text{boues prod.}}^P$: Masse de boues produites pendant la période P (en kgMES)

$\Delta m_{\text{boues}}^P$: Variation de masse de boues pendant la période P (en kgMES)

PB^P : Production de boues sur la période P (en kgMES/kgDCOéliminée)

$DCO_{\text{éliminée}}^P$: Quantité de DCO éliminée sur la période P (en kgDCOéliminée)

La production journalière moyenne est ensuite estimée en multipliant cette production de boues relative par la masse de DCO éliminée dans la journée. Enfin, l'âge des boues, est calculé sur la base de plusieurs jours glissants afin de s'affranchir des perturbations liées à l'irrégularité des extractions selon la formule :

$$Ab = \frac{m_{\text{boues}}}{m_{\text{boues prod.}}^P} \quad (2.25)$$

Avec :

Ab : Age des boues (en jour)

m_{boues} : Masse de boues présentes dans la station (en kgMES)

Ces étapes sont les bases du calcul et les particularités de chaque station nécessitent l'apport de petites modifications ou d'éléments supplémentaires afin de pouvoir correctement estimer la production de boues et leur âge.

1.4.1. Station de Guéthary

Les boues sont extraites dans le bassin d'aération où les mesures de concentration en MES sont effectuées en continu. Ces valeurs sont ensuite comparées à celles obtenues à l'aide de la masse et de la siccité des boues obtenues après centrifugation. La charge entrante en DCO est connue grâce aux relevés de la sonde spectrophotométrique et aux mesures de débit d'entrée. La production journalière moyenne est calculée en multipliant cette production de boues relative par la masse de DCO éliminée dans la journée.

L'âge des boues, est calculé sur la base de 16 jours glissants.

1.4.2. Station de Le Guilvinec

Les boues de la station de Le Guilvinec ont été prélevées dans le compartiment membranaire n°3 jusqu'au 29 août 2006, puis, après cette date, dans le bassin d'aération (choix de l'opérateur). Ces deux bassins possèdent un capteur mesurant la concentration en MES. La sonde spectrophotométrique fournit les informations concernant la concentration en DCO et les débits entrant sur la station sont connus grâce aux mesures des débitmètres.

L'âge des boues est calculé à partir de la masse de boues présente dans la station en moyenne sur 11 jours et de la moyenne des extractions de boues de la même période.

1.4.3. Station de Grasse

La valeur de la DCO (sonde spectrométrique) et le débit (par les débitmètres) sont des paramètres connus en entrée de station. Les boues sont extraites en fond de chaque compartiment membranaire (Ultrabox). Leur concentration en MES est très variable en raison du principe de fonctionnement de la station. En effet, l'alimentation des Ultrabox s'effectue différemment suivant les files : par le fond du bassin d'aération 1 (BA1) pour la file n°1 et en surface du BA2 pour la file n°2. L'aération des deux bassins est indépendante et l'absence d'agitateurs dans les bassins d'aération entraîne une décantation de la boue en phase non aérée. Il devient donc très difficile de quantifier la concentration en MES des boues sortant des bassins d'aération et arrivant dans les Ultrabox. Ainsi, selon le cas de figure, cette concentration peut ne pas être du tout représentative de la concentration en MES des bassins d'aération, elle le sera uniquement dans le cas où les aérations des deux bassins fonctionnent simultanément. De plus, le capteur de MES, présent dans la Ultrabox n°4, a montré des problèmes de fiabilité de la mesure. Aucune valeur de concentration en MES n'était donc disponible hormis sur des prélèvements ponctuels. Il a donc fallu trouver un moyen de calculer autrement la production de boues.

Aucune extraction de boues n'a été effectuée sur une période de 10 jours (du 23/06/2007 au 02/07/2007). La quantité de boues produites a alors été estimée comme l'augmentation de la masse de boues dans la station pendant cette période. Il a ainsi été possible de déterminer la production de boues avec la quantité de DCO éliminée sur ces 10 jours. Cette production de boues a ensuite été appliquée à l'ensemble de la période de suivi (du 30/05/07 au 19/09/07).

II - Analyse physico-chimiques des boues

II.1. Analyses chimiques

II.1.1. Analyses usuelles : NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^- , NTK, DCO, DBO_5

Les analyses classiques des eaux usées ont été effectuées suivant les normes en vigueur (Tableau 16) par le laboratoire du Cemagref de Bordeaux (NF EN ISO/CEI 17025, 2005). Le prélèvement et la conservation des échantillons ont été réalisés selon la norme NE EN ISO 5667-3 (2004).

Tableau 16 : Méthodes utilisées pour les analyses usuelles de chimie

Analyse	Méthode	Échantillon
DCO	NF T 90-101	ERU, Sortie, Boue
DBO_5	NF EN 1899-1	ERU
NH_4^+	NF T90.015-1	ERU, Sortie, Surnageant boue
NO_3^-	NF EN ISO 13395 (F)	ERU, Sortie, Surnageant boue
NO_2^-	NF EN ISO 13395 (F)	ERU, Sortie, Surnageant boue
NTK: Azote Kjeldahl	NF EN 25663	ERU, Sortie, Surnageant boue
PO_4^{3-}	NF ISO 6878	ERU, Sortie, Surnageant boue
PT : phosphore total	NF ISO 6878	ERU, Sortie, Boue
MES	NF EN 872	Boue

II.1.2. EPS : Exopolymères sécrétés

II.1.2.1 Principe des dosages

Les protéines et les polysaccharides sont dosés par des méthodes spectrophotométriques : la méthode à l'antrone pour les polysaccharides (Dreywood, 1946) avec le D-glucose comme substance étalon et la méthode de Lowry pour les protéines (Lowry *et al.*, 1951) avec le sérum albumine bovin (BSA) comme substance étalon. Ainsi, les concentrations obtenues sont exprimées en $\text{mg}_{\text{Glucose-eq}}/\text{L}$ pour les polysaccharides et en $\text{mg}_{\text{BSA-eq}}/\text{L}$ pour les protéines.

La méthode de Lowry dose également les substances humiques en plus des protéines. C'est pourquoi, pendant le suivi de la station de Grasse, la méthode de Lowry modifiée par Frölund *et al.* (1995) a été appliquée (8 analyses sur 14) car celle-ci permet de séparer les substances humiques des protéines avec l'acide humique comme étalon avec des concentrations obtenues en $\text{mg}_{\text{BSA-eq}}/\text{L}$.

II.1.2.2 Préparation de l'échantillon

L'eau filtrée à travers un bioréacteur à membrane est dépourvue de matières en suspension, c'est une matrice très saine que l'on peut facilement doser directement. Par contre, concernant les eaux brutes et surtout les boues, il devient nécessaire de traiter les échantillons afin d'éliminer, notamment, les matières en suspension qui risqueraient d'interférer avec le dosage. Deux méthodes ont ainsi été testées : la centrifugation et la filtration.

La centrifugation est la méthode qui a été adoptée pour l'ensemble des campagnes de 2006. Elle est effectuée pendant 20 minutes à 2300 G, le surnageant est ensuite prélevé à l'aide d'une micropipette. Le seuil de coupure d'une centrifugation à 2300 G reste assez élevé, c'est pourquoi la centrifugation est ensuite suivie d'une filtration sur filtre papier (Evenblij et van der Graaf, 2004) afin d'éviter que les matières en suspension n'interfèrent pendant le dosage. Deux échantillons sont donc obtenus, l'échantillon correspondant au surnageant de la centrifugation noté « c » et l'échantillon correspondant au surnageant de la centrifugation filtré sur filtre papier 1 µm noté « c+f ». Des essais ont été effectués afin de tester les filtres papier et les filtres en fibre de verre (dits filtres MES) ce qui a permis d'effectuer le choix des filtres papier et ensuite, différentes dimensions de pores et la rétention des EPS sur les filtres papiers ont été étudiées.

Ces tests, rapportés en Annexe n°3, ont été réalisés après le suivi de la station de Guéthary, au mois de septembre 2006, c'est pourquoi seuls les résultats sur les échantillons de surnageant de centrifugation sont disponibles pour cette station. Par contre, pour la station de Grasse, les analyses ont été effectuées sur les deux échantillons. Le schéma de la Figure 21 résume les étapes de préparations des échantillons de boues et d'eaux usées.

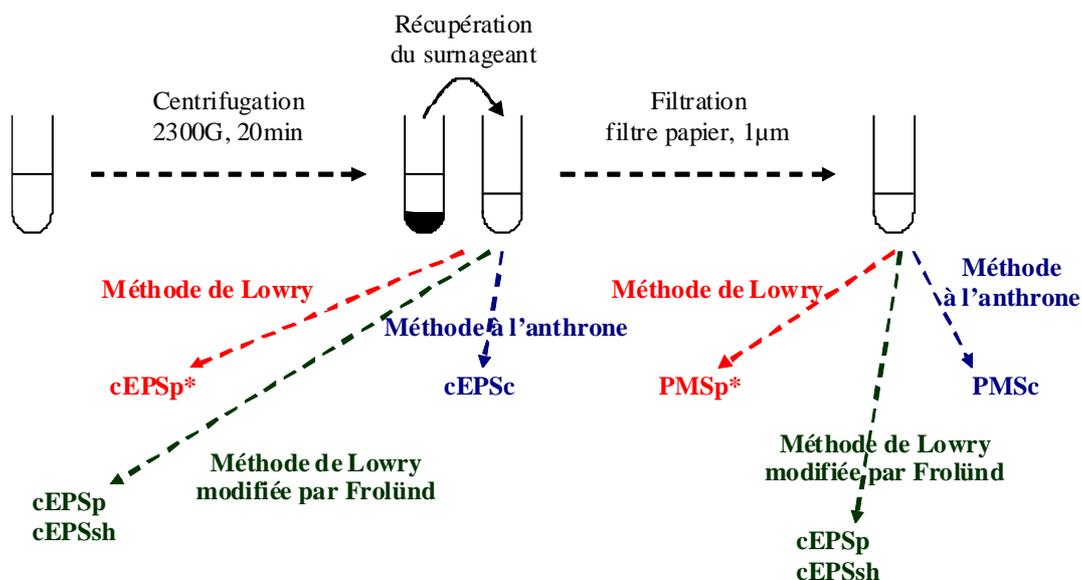


Figure 21 : Préparation et dosage des échantillons de boues et d'eaux usées

II.1.2.3 Nomenclature

Le surnageant des échantillons centrifugés contient toujours des colloïdes et donc ne peut comprendre que les seuls produits microbiens solubles (PMS), c'est pourquoi le terme cEPS sera utilisé. Ainsi, la nomenclature pour les échantillons est rapportée dans le Tableau 17.

Tableau 17 : Nomenclature pour l'analyse des EPS

Nom	Description
cEPSc	concentration en carbohydrates (ou polysaccharides) dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes
PMSc	concentration en carbohydrates (ou polysaccharides) dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes suivi d'une filtration sur un filtre papier de seuil de coupure de 1 µm
cEPSp*	somme des concentrations en protéines et substances humiques dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes
PMSp*	somme des concentrations en protéines et substances humiques dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes suivi d'une filtration sur un filtre papier de seuil de coupure de 1 µm
cEPSp	concentration en protéines dans le surnageant de l'échantillon centrifugée à 2300 G pendant 20 minutes
PMSp	concentration en protéines dans le surnageant de l'échantillon centrifugée à 2300 G pendant 20 minutes suivie d'une filtration sur un filtre papier de seuil de coupure de 1 µm
cEPSsh	concentration en substances humiques dans le surnageant de l'échantillon centrifugée à 2300 G pendant 20 minutes
PMSh	concentration en substances humiques dans le surnageant de l'échantillon centrifugée à 2300 G pendant 20 minutes suivi d'une filtration sur un filtre papier de seuil de coupure de 1 µm

II.1.3. COT : Carbone organique Total

La mesure de carbone organique total (COT) est effectuée selon la norme ISO 8245 :1999.

Tableau 18 : Nomenclature pour la mesure de COT

Nom	Description
cCOT	Concentration en carbone organique dans le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes
COD	Concentration en carbone organique dissous obtenu avec le surnageant de l'échantillon centrifugé à 2300 G pendant 20 minutes puis filtré sur filtre papier 1 µm

Concernant l'eau de sortie, la mesure est réalisée directement sur celle-ci. Pour la boue et les eaux usées, la préparation de l'échantillon est identique à celle de la détermination de la

concentration en EPS, c'est-à-dire par centrifugation suivie ou non d'une filtration sur filtre papier. La nomenclature utilisée pour la mesure de COT est rapportée dans le Tableau 18.

II.2. Validation de la sonde spectrophotométrique S::CAN

La sonde UV-visible a besoin d'être calibrée à chaque changement de nature de l'effluent. Ainsi, elle l'a été à chaque fois qu'elle a été mise en place sur une station. Le protocole de calibration consiste à comparer les valeurs de concentrations de la sonde avec celles du laboratoire. A partir de prélèvements ponctuels d'eau d'entrée (1L), une partie de cet échantillon est analysée par la sonde et l'autre partie par le laboratoire. Une option de la sonde permet la sauvegarde du spectre de l'échantillon et de corriger *a posteriori* la valeur de la mesure. La sonde est alors calibrée avec 5 ou 6 échantillons ponctuels. La validation s'effectue à partir des échantillons moyens 24h. Avec l'aide des valeurs des débits de la supervision et des concentrations de la sonde, la concentration moyenne est reconstituée et comparée à la valeur obtenue par le laboratoire sur les échantillons moyens 24h. La Figure 22 montre un exemple de comparaison des mesures de DCO de la sonde et du laboratoire pour plusieurs échantillons moyens d'eaux usées de la station de Guéthary.

Des échantillons moyens sont effectués toutes les semaines et des prélèvements ponctuels occasionnellement (à chaque visite), les dérives de la sonde sont rapidement observées et corrigées. On peut également se reporter à Racault *et al.* (2007) pour plus d'informations.

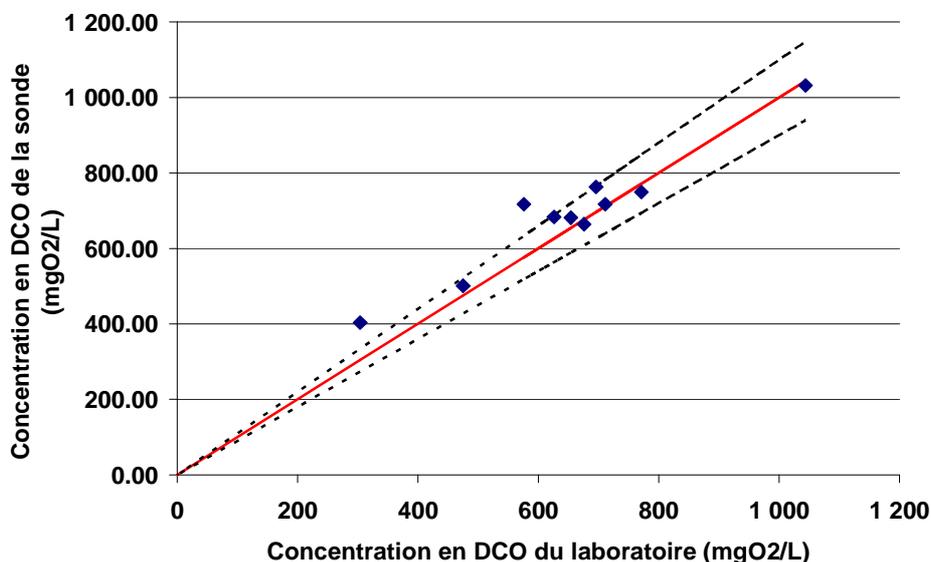


Figure 22 : Exemple de comparaison entre données de la sonde spectrophotométrique et du laboratoire sur échantillons moyens 24h

II.3. Analyses physiques sur les boues activées

II.3.1. Viscosité dynamique

Les mesures de viscosité dynamique ont été effectuées à l'aide du viscosimètre Thermo Haake ViscoTester 7L, généralement en triplicat. Les boues sont conservées à une

température de 10°C avant d'être introduites dans la cellule spécifique pour fluides de faible viscosité du viscosimètre. La température de détermination de la viscosité est restée constante tout au long de l'étude (13 ±1°C) afin d'éviter toute influence de celle-ci. Les mesures sont effectuées de 0.6 à 100 RPM et c'est la valeur à 10 RPM qui est retenue (soit environ 12 s⁻¹) dans les comparaisons entre paramètres physico-chimiques des boues.

II.3.2. Tests de filtrabilité

II.3.2.1 Principe

La mesure de la filtrabilité, inspirée de Bouhabila *et al.* (1998), consiste à filtrer des échantillons de boues de 50 mL en cellule de Sartorius agitée sur une membrane en PVDF de 0.1 µm de dimension de pores. Une pression de 2 bars est appliquée sur la boue à l'aide d'une bouteille d'air comprimé. La masse d'eau filtrée est suivie par pesée toutes les 10 secondes (Figure 23).

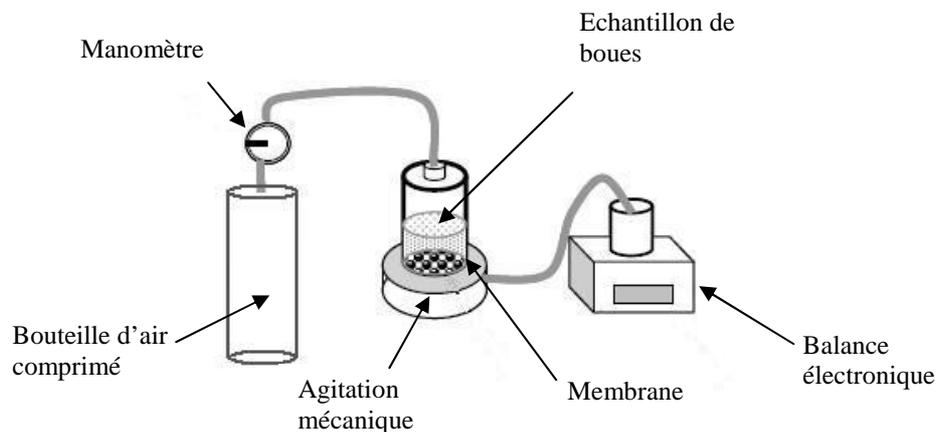


Figure 23 : Montage expérimental pour le test de filtrabilité

II.3.2.2 Calcul de la résistance spécifique

En filtration frontale, on peut utiliser l'équation (1.6) de la Partie I « Synthèse bibliographique » dérivée de la loi de Darcy :

$$\frac{t}{V} = \frac{2\mu\alpha C}{S^2PTM} V + \frac{\mu R_m}{PTM.S}$$

La filtration étant effectuée sous agitation, on ne peut utiliser directement cette équation. Cependant, si l'on trace t/V en fonction de V , on obtient une droite et on peut ainsi définir une résistance spécifique à la filtration avec agitation par analogie avec la filtration frontale (voir Annexe n°14). Elle a donc été notée α_a et c'est donc le produit $\alpha_a.C$ qui est estimé.

Le produit $\alpha_a.C$ est ensuite divisé par la concentration en MES de la boue afin d'obtenir une quantité proportionnelle à la résistance de la boue à la filtration, $\alpha_a.C/MES$. Toutefois, la concentration en MES est différente de la concentration C. En effet, une quantité non négligeable de composés solubles peuvent se déposer sur la membrane par des effets de concentration au niveau de celle-ci et sera ainsi prise en compte dans le terme C. Cependant, le produit $\alpha_a.C$ présente également un intérêt puisque c'est une propriété spécifique au dépôt sur la membrane. Ces deux paramètres sont caractéristiques de la boue indépendamment du procédé utilisé car la même membrane en PVDF est utilisée quelle que soit le type de membrane de l'installation.

Les deux termes ($\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$) ont été conservés dans toute l'étude des propriétés physico-chimiques de boues.

II.3.3. Indice de boues dilué

L'indice de boues dilué, ou IB, défini par Lee *et al.* (1983), est une mesure physique qui permet d'estimer la capacité d'une boue à décanter. Contrairement à l'indice de Mohlman, l'échantillon de boues activées est dilué. Cette dilution est effectuée avec de l'eau de sortie de la station (afin d'avoir une pression osmotique identique à celle de l'échantillon de boues et donc d'éviter l'éclatement des cellules bactériennes). La mesure est considérée comme valide lorsqu'avec un litre de boues diluées, le volume de solides décantés est compris entre 150 et 250 mL. Plusieurs essais sont conduits simultanément avec différentes dilutions afin d'arriver à cet objectif. Ensuite, le volume de boues décantées est divisé par la concentration en matières en suspension de l'échantillon afin d'obtenir l'indice de boues dilué :

$$IB = \frac{V_{\text{décanté}}^{30 \text{ min}}}{MES} \quad (2.26)$$

Avec :

IB : Indice de boues (en mL/gMES)

$V_{\text{décanté}}^{30 \text{ min}}$: Volume décanté de l'échantillon en 30 min (en mL)

MES : Concentration en MES (en kgMES/m³ ou gMES/L)

II.3.4. Propriétés de la filtration

II.3.4.1 Pression transmembranaire et perméabilité

Les données récupérées sur les stations suivies diffèrent selon les supervisions (pression transmembranaire à Guéthary et Le Guilvinec et perméabilité à Grasse), mais on peut passer d'un paramètre à l'autre facilement et la loi de Darcy permet de faire intervenir R, la résistance à la filtration, équation (1.3) de la Partie I « Synthèse bibliographique » :

$$L_p = \frac{J}{PTM} = \frac{1}{\mu R}$$

II.3.4.2 Vitesse de colmatage

Avec ces données, on peut accéder aux vitesses de colmatage dR/dt et $-dL_p/dt$ (en prenant soin de ramener les valeurs à 20°C selon l'équation (1.4)) pour chaque cycle de filtration. Ensuite, on passe de l'une des vitesses à l'autre en utilisant la loi de Darcy, équation (1.8) et (1.9) de la Partie I « Synthèse bibliographique » :

$$\frac{dL_p}{dt} = -\mu \times L_p^2 \times \frac{dR}{dt}$$

$$\frac{dR}{dt} = -\frac{1}{\mu \cdot L_p^2} \times \frac{dL_p}{dt}$$

Ainsi, en prenant l'exemple de la filtration sur la station de Guéthary, la Figure 24 présente son fonctionnement comportant des séries de cycles de 10 minutes, chaque cycle étant suivi de 45 s de rétrolavage :

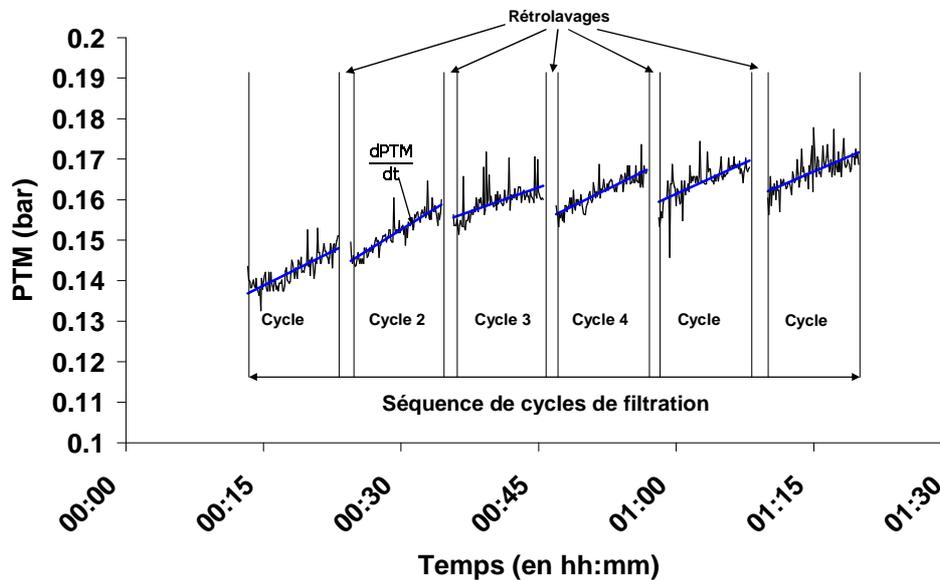


Figure 24 : Exemple d'une série de cycles de filtration (exemple de Guéthary)

Pour la station de Guéthary, la vitesse de colmatage était calculée sur la pression transmembranaire puis les autres vitesses déduites avec la loi de Darcy :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{J}{\mu} \times \frac{dPTM}{dt} \quad (2.27)$$

Pour modéliser chaque cycle de filtration, trois méthodes ont été testées :

- La régression linéaire :

$$PTM = A \times t + B \quad (2.28)$$

- La régression logarithmique :

$$PTM = A \times \ln(t) + B \quad (2.29)$$

- Une régression exponentielle du type :

$$PTM = A \times e^{-k \times t} + B \quad (2.30)$$

Des trois, la régression linéaire donne les meilleurs coefficients de corrélation. C'est donc celle qui a été choisie pour modéliser les cycles de filtration, la pente de la droite donnant tout simplement la vitesse de colmatage ($A = dPTM/dt$ pour l'équation ci-dessus).

Ensuite les cycles anormaux (présentant des erreurs de données du capteur, par exemple) ont été supprimés par un tri statistique simple (élimination des cycles pour lesquels le coefficient de corrélation de la droite de régression est inférieur à 0.7).

La même méthode a été appliquée aux séries de cycles (dont la longueur est variable de quelques minutes à plusieurs heures), mais les résultats se sont révélés moins concluants du point de vue des coefficients de corrélation. Cependant le nombre de ces séries étant aussi beaucoup plus faibles, le traitement statistique en devient plus difficile et aléatoire. Cette méthode a donc été abandonnée.

L'étape finale consiste à effectuer la moyenne de ces vitesses de colmatage de chaque cycle sur la journée. Ainsi, on obtient la vitesse moyenne de colmatage journalière, ceci afin de pouvoir les comparer aux autres données du système qui sont le plus souvent à l'échelle de la journée (paramètres de la boue ou de fonctionnement de l'installation).

Des informations complémentaires sont disponibles en Annexe n°4 notamment les autres méthodes de calcul de la vitesse de colmatage testées ainsi que les raisons pour lesquelles elles n'ont pas été retenues.

III - Modélisation

Le travail de modélisation et de calage du modèle ASM1 a été effectué à partir des données du bioréacteur à membranes de Guéthary. Les raisons de ce choix sont détaillées dans la partie suivante (Partie n°3 « Etude de trois installations réelles »). Ce chapitre concerne donc plus particulièrement la station de Guéthary et le protocole de calage du modèle ASM1 adapté pour cette station.

III.1. Choix du modèle ASM

III.1.1. Pourquoi l'ASM1 ?

Au début du travail de modélisation d'une station, il faut effectuer le choix du modèle ASM à utiliser. Ce choix dépend des caractéristiques de la station et de l'utilisation du modèle. Ainsi, le modèle ASM2/ASM2d est plus complexe que l'ASM1 ou l'ASM3 car il contient des équations décrivant la déphosphatation biologique par les bactéries accumulatrices de phosphates. Or, aucune des stations étudiées dans le cadre de ce travail ne possède de zone anaérobie pour le traitement du phosphore, celui-ci est d'ailleurs précipité chimiquement pour deux d'entre elles. Ce modèle n'a donc pas été retenu tout comme le modèle ASM3. En effet, les concentrations en fractions immédiatement biodégradables (S_S) sont faibles dans les bioréacteurs à membranes du fait des longs âges de boues ce qui ne favorise pas le phénomène de stockage, l'un des principaux principes de l'ASM3.

De plus, ce travail peut s'appuyer sur l'expérience du Cemagref de l'ASM1, de son calage et des modifications apportées à celui-ci (voir ci-dessous, III.1.2). En effet, dès 2000, Stricker (2000) s'est intéressée au fractionnement de la DCO et de l'azote pour le modèle ASM1. Choubert (2002) a utilisé une installation pilote pour calibrer le modèle ASM1 afin d'étudier la nitrification à faible température. Finalement, Marquot (2006) a calibré le modèle ASM1 sur une installation réelle soulignant les difficultés et contraintes rencontrées sur une station d'épuration de taille réelle. L'existence d'une méthode de calage de l'ASM1 spécifique aux stations d'épurations française est donc un atout certain même si celle-ci devra être adaptée aux spécificités des BAM.

III.1.2. Modifications de l'ASM1

Le modèle ASM1 a été modifié afin de prendre en compte les résultats des travaux cités ci-dessus (en III.1.1.), ainsi une valeur anoxie du rendement hétérotrophe a été adoptée ($Y_{H,anox}$) et la valeur communément admise de 0.54 gDCO/gDCO a été retenue (Choubert *et al.*, 2007). En période aérobie, le rendement hétérotrophe prend la valeur classique de 0.66 gDCO/gDCO (équation n° 1 et 3 de la matrice de Petersen de l'ASM1, voir Annexe n°6) et ce paramètre est égal à 0.54 gDCO/gDCO pendant les périodes d'anoxie (équation n°2 de la matrice de Petersen de l'ASM1, Annexe n°6). Le fractionnement de l'azote de l'ASM3 (voir III.2.3.4) a également été utilisé car celui-ci permet d'inclure les fractions inertes solubles (S_{NI}) et

particulaires (X_{NI}) et Marquot (2006) a montré que ces concentrations pouvaient ne pas être négligeables.

III.2. Protocole de calage

Le calage d'un modèle ASM est un processus qui doit s'effectuer étape par étape avec pour chacune d'entre elle une validation des résultats avant le passage à l'étape suivante. Le protocole de calage est constitué de trois grandes étapes : l'initialisation, le calage des paramètres du modèle et la validation.

La Figure 25 illustre la période d'acquisition des données. Celle-ci est divisée en deux intervalles de durée identique séparés par une campagne de calage (prélèvements intensifs pendant 8h, voir III.2.6). Les périodes de calage et de validation sont d'une durée d'un mois environ. Les données de la première vont servir de base à l'initialisation et au calage des paramètres du modèle de même que la campagne de calage. La période de validation sera, quant à elle, utilisée pour valider le jeu de paramètres qui aura été estimé précédemment. Le Tableau 19 résume les étapes de la méthode de calage et les données qui seront utilisées pour chacune d'entre elles.

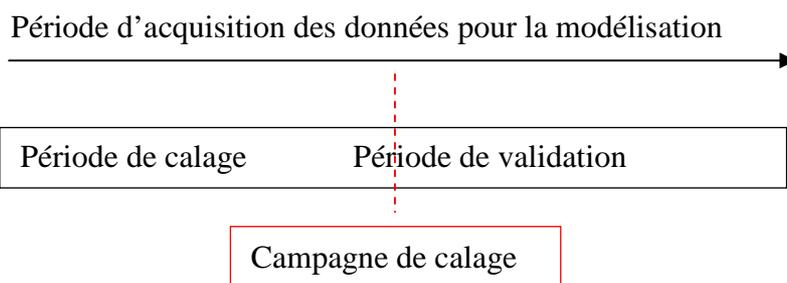


Figure 25: Acquisition des données sur station d'épuration pour le calage d'un modèle ASM

L'acquisition des données, le suivi de la station et l'établissement des échantillons moyens 24h ont été détaillés en I.1. Des mesures de DCO ont également été réalisées sur des échantillons de boues prélevés dans le bassin d'aération hebdomadairement afin d'évaluer le ratio $i_{CV} = X_{DCO}/MVS$.

Tableau 19 : Les trois grandes étapes du calage d'un modèle ASM et les données utilisées

Etape	Données utilisées
Initialisation	Période de calage
Calage du modèle	Période de calage Campagne de calage
Validation du modèle	Période de validation

La période d'acquisition des données a été choisie de telle manière que la gamme de conditions opératoires soit la plus large possible (par exemple en été pour la station de Guéthary où la charge organique est multipliée par 2.5).

Le protocole complet de calage comporte 6 étapes (Figure 26) qui sont détaillées dans les paragraphes suivants.

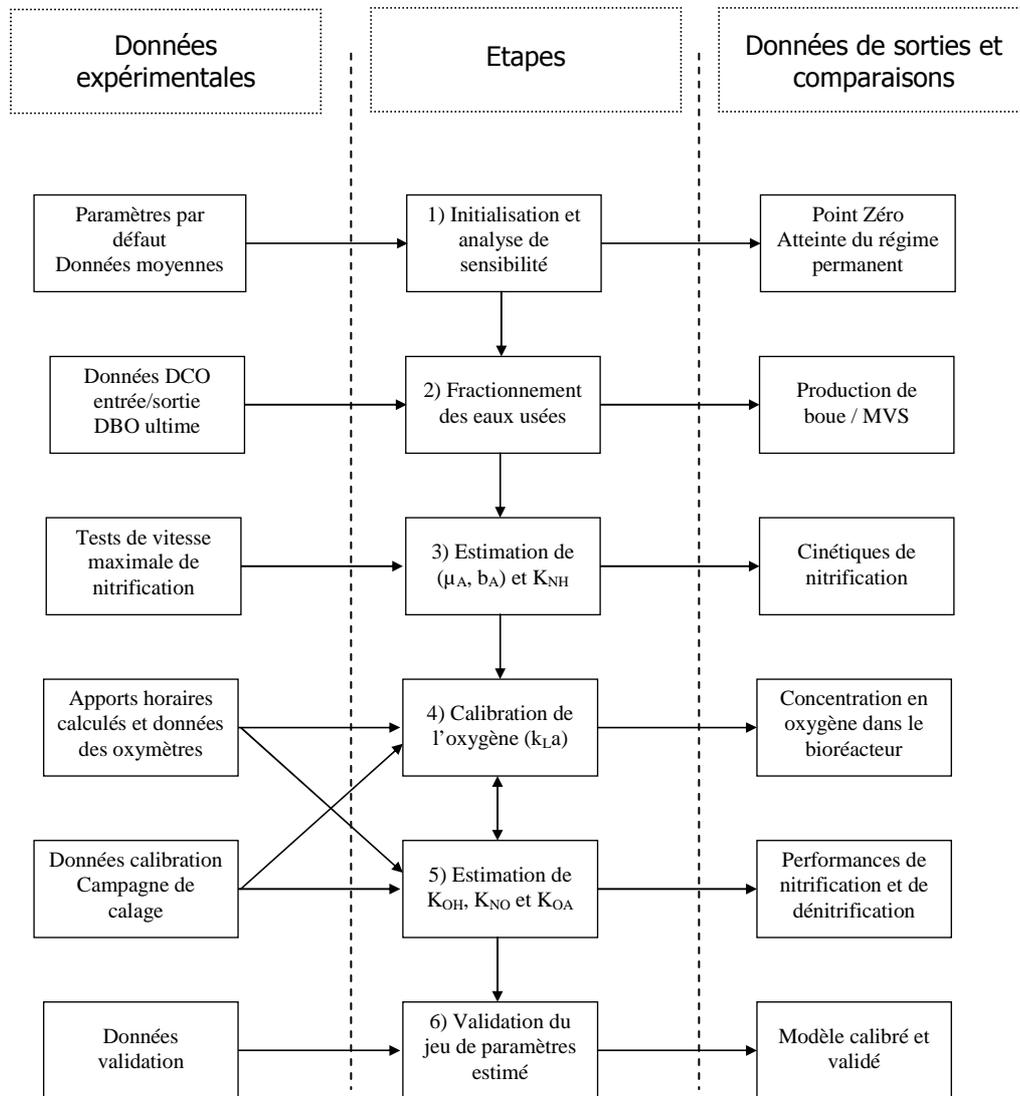


Figure 26 : Protocole de calage du modèle ASM 1

III.2.1. Conditions hydrodynamiques des bassins de la station de Guéthary

Les conditions hydrodynamiques des bassins ont été étudiées afin de déterminer par quels types de réacteurs les symboliser dans les simulations (réacteur parfaitement agité, réacteur piston, cascade de réacteurs, etc...).

III.2.1.1 Hydrodynamique de la zone d'anoxie

La zone d'anoxie est de forme rectangulaire et elle est équipée d'un agitateur fonctionnant en continu doté d'une puissance absorbée de 9.5 kW ce qui représente environ une puissance de mélange de 24 W/m³. Le temps de séjour est de 2.3h en moyenne dans ce bassin et les observations visuelles ont permis d'effectuer l'hypothèse de l'homogénéité du bassin.

III.2.1.2 Hydrodynamique du bassin d'aération

Le bassin d'aération possède deux agitateurs de 2 kW de puissance absorbée chacun. Ils sont situés à deux extrémités du bassin cylindrique de 1000 m³ et fonctionnent uniquement lorsque l'aération par fines bulles est à l'arrêt. En effet, les conditions hydrodynamiques engendrées par les fines bulles du surpresseur ne nécessitent pas l'utilisation d'un agitateur. Lors des phases d'aération (16.4 h par jour en moyenne sur l'été 2006), le bullage recouvre entièrement la surface du bassin.

Hors aération par les fines bulles, les deux agitateurs sont en marche, tout comme l'aération par grosses bulles qui fonctionne de manière continue. L'arrivée des effluents de la zone d'anoxie (somme des débits des eaux d'entrée et de la recirculation) permet aussi un mélange des boues du bassin d'aération.

Le temps de circulation et du temps de mélange est de l'ordre de grandeur de l'heure :

$$t_{\text{circ}} = \frac{V_{\text{bassin}}}{Q_{\text{agitateur}}} \quad (2.31)$$

$$\theta_m = 6 \times T^{2/3} \times (\epsilon_T)^{-1/3} \times \left(\frac{D}{T_b} \right)^{-1/3} \quad (2.32)$$

Avec :

t_{circ} : Temps de circulation (en s)

V_{bassin} : Volume du bassin (en m³)

$Q_{\text{agitateur}}$: Débit spécifique de l'agitateur (en m³/s)

θ_m : Temps de mélange (en s)

T_b : Diamètre du bassin (en m)

ϵ_T : Puissance de mélange (en W/kg)

D : Diamètre de l'agitateur (en m)

Finalement, la zone d'anoxie et le bassin d'aération ont été considérés comme des réacteurs parfaitement agités.

III.2.2. Etape 1 : Initialisation du modèle

Les fractions de la DCO des boues activées (X_S , X_I , S_S , S_I , X_{BH} , X_{BA} et X_P) sont très différentes dans un bioréacteur à membrane par rapport aux procédés conventionnels. En effet, les longs âges de boues et la séparation membranaire modifient la répartition de ces fractions de la DCO (accumulation de X_I et X_P et faibles concentrations en X_S et S_S). C'est pourquoi les valeurs initiales proposées par le logiciel GPS-X[®] ont besoin d'être adaptées avant calage.

L'initialisation de ces variables consiste à effectuer un régime pseudo-permanent sur 200 jours (plus de deux fois l'âge de boue moyen) afin d'obtenir un premier point de départ (en s'assurant que les concentrations des différentes composantes de la boue ont atteint une

asymptote). Cette simulation s'opère à partir d'un fonctionnement moyen de l'installation. Ainsi, durant ce régime pseudo-permanent, les valeurs des variables d'entrée du modèle sont des moyennes effectuées à partir des données de l'ensemble de la période de calage. De plus, celles-ci ne varient pas au cours de la journée afin de ne pas déstabiliser le système. Seule exception, l'aération fonctionne sur la journée de manière intermittente (en utilisant les données d'une journée type), c'est pourquoi on parle de régime pseudo-permanent.

Cette étape est à renouveler à chaque changement au niveau du modèle (modification des paramètres du modèle, changement de l'aération, modification du fractionnement, etc...) et la validation de chaque étape de la procédure de calage doit donc être effectuée de nouveau. Par exemple, une fois que l'étape 5, utilisant la campagne de calage, accomplie, les étapes 1, 2, 3 et 4 de la Figure 26 doivent être renouvelées.

Toutefois, l'analyse de sensibilité montre que les paramètres cinétiques ont très peu d'influence sur la constitution de la boue (hormis les biomasses X_{BH} et X_{BA}), par contre celle-ci est grande sur la concentration en oxygène (et bien sûr pour X_{BH} et X_{BA}). L'étape d'analyse de sensibilité permet donc un important gain de temps dans le processus de calage du modèle en se concentrant uniquement sur les paramètres importants.

De nombreuses études de sensibilité des paramètres de l'ASM1 ont été effectuées (Marquot (2006), Takacs (2008), ...) sur procédés par boues activées, le but ici n'est pas de reproduire le même travail mais d'adapter les résultats aux bioréacteurs à membranes. Cette étape sera détaillée dans la partie concernant la modélisation de la station de Guéthary (partie IV « Calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary »).

III.2.3. Etape 2 : Fractionnement des eaux usées

Dans le but de modéliser une station il est important de quantifier de manière précise la pollution entrante. La méthode de fractionnement de la DCO des eaux usées consiste à déterminer les différentes fractions de celle-ci selon les modèles ASM : soluble biodégradable S_S , soluble inerte S_I , particulaire inerte X_I et particulaire soluble X_S .

Les techniques et analyses utilisées pour la détermination de ce fractionnement sont rapportées dans ce chapitre. Le dernier point concerne le fractionnement de l'azote, moins essentiel du fait des faibles concentrations mises en jeu mais qui nécessite malgré tout un protocole rigoureux.

III.2.3.1 Détermination de la DCO soluble

Pour déterminer la concentration en DCO de la fraction soluble des eaux d'entrées, plusieurs techniques ont été testées : deux filtrations différentes et la coagulation-floculation suivie d'une filtration. Pour les modèles ASM, la DCO soluble des eaux usées est égale à la somme des fractions S_S et S_I .

(2.33)

$$\text{DCO soluble} = S_{\text{DCO}} = S_s + S_i$$

- **Par filtration**

Afin de séparer la fraction particulaire de la fraction soluble, la filtration est une technique souvent utilisée (Henze *et al.*, 1987). Dans le cadre de ce travail, deux différents filtres ont été testés :

- Filtre en fibres de verre dit « filtre MES » : environ 1 μm de seuil de coupure
- Membrane Polymem[®] : 0.1 μm de seuil de coupure

- **Par coagulation-floculation suivie d'une filtration**

La coagulation-floculation est effectuée sur l'eau brute à l'aide d'une solution de chlorure ferrique FeCl_3 (Mamais *et al.*, 1993).

500 mL d'un échantillon moyen 24h d'eaux brutes sont placés dans un bécher sous agitation lente (100 RPM afin de limiter tout risque de biodégradation de la DCO par introduction d'air). 10 mL d'une solution de chlorure ferrique à 7 g/L sont ajoutés et le pH rétabli à 7 par ajout de soude 1N (minimum de solubilité du chlorure ferrique). Après 5 minutes d'agitation lente et 2 minutes de décantation, un volume de 40 mL est prélevé à l'aide d'une membrane Polymem[®] (de dimension de pores 0.1 μm).

On appelle DCO soluble la DCO mesurée sur le filtrat (après coagulation ou non), analyse effectuée selon la norme NF T 90-101. Enfin, la DCO est mesurée sur l'échantillon d'eaux usées brutes et ainsi on accède par différence à la DCO particulaire. Les mesures de DCO ont été effectuées sur des échantillons moyens 24h et également sur des échantillons ponctuels afin de limiter la possibilité d'évolution de l'échantillon.

III.2.3.2 Détermination de la fraction soluble inerte

La fraction soluble inerte peut être assimilée à 90% de la DCO de l'effluent de sortie filtré (Siegrist et Tschui, 1992), méthode à laquelle Henze (1992) préfère un calcul faisant intervenir la concentration en DBO_5 de l'échantillon de sortie filtré. Pour l'auteur, la détermination de la fraction S_i serait plus correcte en prenant la différence entre la DCO de l'effluent de sortie filtré et de la concentration en DBO_5 de ce même échantillon multipliée par un facteur de conversion DBO_5/DCO .

Toutefois, dans un bioréacteur à membranes, les âges de boues sont élevés et donc la fraction non biodégradable est minime dans l'eau de sortie. De plus celle-ci ne contient que des matières solubles (les colloïdes et matières en suspension sont retenus par les membranes). Par conséquent, on peut directement assimiler la fraction soluble inerte des eaux usées d'entrée à la DCO du perméat.

Les mesures de DCO en sortie ont été effectuées uniquement sur des échantillons moyens 24h et non sur des échantillons ponctuels car il n'y a aucun risque de modification de la DCO dans les échantillons de perméat.

III.2.3.3 Mesure complémentaire

Les deux méthodes précédentes permettent le calcul de la DCO particulaire X_{DCO} et aussi des deux fractions S_I et S_S . Il reste alors deux inconnues et une équation (X_I et X_S , et $X_I + X_S = X_{DCO}$). Un dernier test est alors nécessaire afin de compléter le fractionnement. Pour cela, deux méthodes ont été testées, la DBO ultime et le calage de la fraction particulaire inerte X_I avec la production de boue.

- DBO ultime

Le but est de déterminer la fraction biodégradable de l'effluent d'entrée. Ainsi, on mesure la DBO (norme NF-EN 1899-1) d'un échantillon sur plusieurs jours, on obtient une courbe de la forme (Roeleveld et van Loosdrecht, 2003) :

$$DBO_{tot} = \frac{1}{1 - e^{-k_{DBO}t}} DBO_t \quad (2.34)$$

Le coefficient k_{DBO} et la valeur de la DBO totale (DBO_{tot}) sont déterminés par régression linéaire après passage au logarithme. La Figure 27 présente les résultats d'un test incluant les mesures expérimentales et la courbe du modèle après avoir déterminé k_{DBO} .

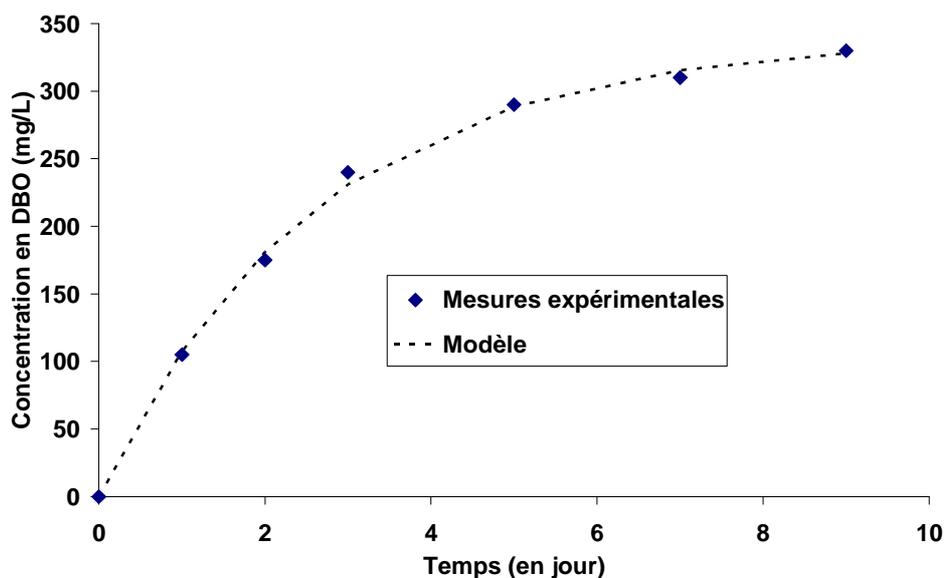


Figure 27 : Exemple de test de DBO ultime (eaux usées provenant de la station de Guéthary, le 06/09/2006)

Connaissant la valeur de la DBO totale, on peut calculer la valeur de la fraction biodégradable de la DCO (BDCO) :

$$BDCO = X_S + S_S \quad (2.35)$$

$$BDCO = \frac{1}{1 - f_{DBO}} DBO_{tot} \quad (2.36)$$

f_{DBO} est une fraction comprise entre 0.1 et 0.2 (on prendra 0.15), elle correspond à la partie du substrat qui est transformée en DCO inerte. Avec ce dernier test, le fractionnement est connu, la Figure 28 résume les étapes de la détermination de celui-ci.

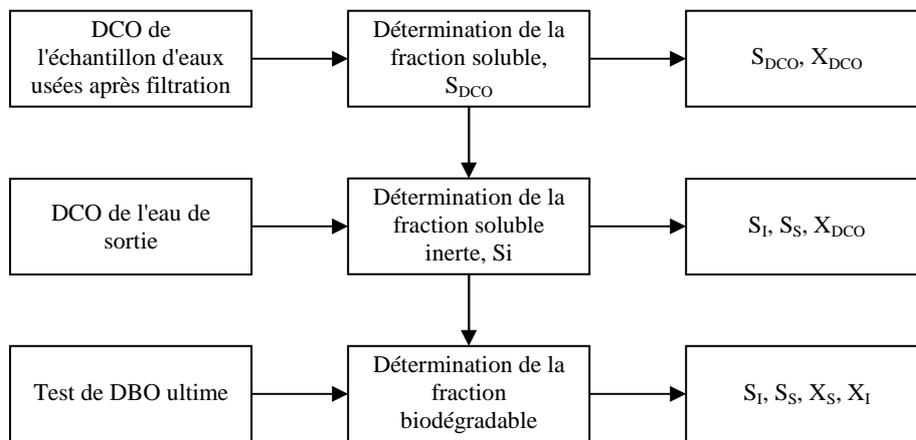


Figure 28 : Méthode n°1 de détermination du fractionnement

- Calage à l'aide de la production de boue simulée

Au sein du modèle ASM1, la production de boues provient de deux facteurs : l'entrée dans le système de particules inertes (X_I) et la création de particules inertes par décès des bactéries (X_P). Ainsi pour agir sur la production de boues, il faut soit modifier la quantité de X_I entrant par les eaux usées soit modifier la fraction inerte de la biomasse f_P (fraction qui détermine la part de la biomasse qui va se transformer en fraction X_P après décès de celle-ci).

Si l'on considère que f_P est correctement estimé (Annexe n°5), en connaissant la production réelle de boues de la station (voir I.4), on peut déterminer la fraction particulaire inerte X_I de la DCO de l'eau d'entrée. Pour cela, il faut caler la production de boues simulée par le modèle avec la production de boues réelle, calculée à partir des données de la station. La production de boues est exprimée en matières volatiles solides (MVS), la conversion par le modèle entre DCO et MVS est effectuée à l'aide du ratio $i_{CV} = X_{DCO}/MVS$ mesuré sur le site par prélèvements de boues.

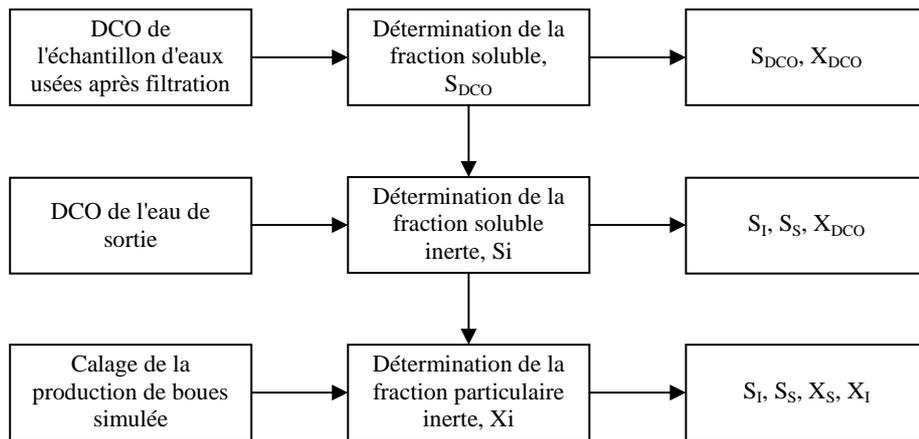


Figure 29 : Méthode n°2 de détermination du fractionnement

Le modèle ASM1 ne possède pas d'équations caractérisant l'évolution des matières minérales solides (MMS) dans les boues, cependant ces matières minérales sont prises en compte via le ratio $i_{VT} = MVS/MES$ dans les eaux usées et le logiciel de simulation GPS-X[®] réalise des bilans simples entrée/sortie/accumulation.

En utilisant les données de la période de calage, le modèle calcule la production de boue pour chaque jour de la période. Ensuite ces valeurs sont comparées avec celles calculées et en ajustant la fraction X_i des eaux usées on peut les faire se concorder. Les paramètres du modèle ne sont pas calibrés mais comme précisé précédemment, hormis les fractions X_i des eaux usées et f_p de la boue, les autres paramètres ont très peu d'influence sur la production de boue.

La Figure 29 ci-dessus illustre les étapes de la méthode de fractionnement utilisant la production de boues comme dernière étape. Les deux méthodes ont été testées et les résultats sont reportés dans la partie IV « Calage du modèle ASM1 pour la station de Guéthary » I.2.

III.2.3.4 Fractionnement de l'azote

La pollution azotée qui rentre sur la station est caractérisée par la concentration en ion ammonium NH_4^+ et les concentrations en azote Kjeldahl sur l'échantillon brut et l'échantillon filtré (NK_j et $NK_{j,filtré}$). La mesure de nitrates et nitrites est également effectuée mais la concentration de ces espèces dans les eaux usées françaises est inférieure à 1 mgN/L et donc négligeable. A partir de ces données et des valeurs de NH_4^+ et NK_j obtenues sur les échantillons moyens 24h du perméat, le fractionnement de l'azote des eaux usées peut être établi.

Le fractionnement de l'azote est effectué sur les bases de l'ASM3 ce qui permet de calculer le fractionnement de l'azote uniquement à l'aide des valeurs de concentration de la DCO entrante, donnée qui est disponible en continu grâce à la sonde spectrométrique et de différents ratios qui sont détaillés ci-après.

Tout d'abord, la teneur en azote de la fraction soluble inerte de la DCO, i_{NSI} , est calculée à partir des mesures effectuées sur les échantillons moyens 24h en sortie de station (NKj et NH_4^+ et DCO). On a vu précédemment que la DCO de sortie pouvait être assimilée à la fraction inerte soluble, S_I , de même la fraction S_{NI} est égale à la fraction inerte de l'azote en sortie, c'est-à-dire la différence entre la mesure d'azote Kjeldahl, NKj, et la concentration en NH_4^+ :

$$i_{NSI} = \frac{S_{NI}}{S_I} = \frac{(NKj - NH_4^+)_{sortie}}{DCO_{sortie}} \quad (2.37)$$

Ensuite la fraction S_{ND} est déduite de la fraction S_{NI} par différence avec la mesure de l'azote organique soluble dans l'eau d'entrée :

$$i_{NSS} = \frac{S_{ND}}{S_S} = \frac{(NKj_{filtré} - NH_4^+)_{entrée} - S_{NI}}{S_S} \quad (2.38)$$

Enfin, pour l'estimation des deux fractions particulières, X_{NI} et X_{ND} , leur somme est égale à la concentration en azote organique particulaire (soit la différence entre l'azote organique total, NKj, et l'azote organique soluble $NKj_{filtré}$). Cette concentration a été mesurée sur plusieurs échantillons moyens 24h, ainsi on peut estimer les deux fractions i_{NXI} et i_{NXS} .

$$\left. \begin{array}{l} i_{NXI} = \frac{X_{NI}}{X_I} \\ i_{NXS} = \frac{X_{ND}}{X_S} \\ X_{ND} + X_{NI} = (NKj - NKj_{filtré})_{entrée} \end{array} \right\} \xrightarrow{\text{Solveur}} i_{NXI}, i_{NXS}$$

Les eaux usées sont supposées exemptes de biomasse (X_{BA} ou X_{BH}) ou plutôt, l'hypothèse que l'influence de celle-ci est non significative a été adoptée. Le ratio i_{XB} n'est donc pas utilisé pour le fractionnement des eaux usées. Toutefois, ce dernier n'a pas été estimé dans les boues et c'est la valeur par défaut de l'ASM1 qui a été utilisée ($i_{XB} = 0.086$).

La procédure de détermination du fractionnement de l'azote par le logiciel GPS-X[®] est détaillée dans le dernier paragraphe de ce chapitre, en III.4.3.2.

III.2.4. Etape 3 : Estimation des paramètres de la nitrification

L'estimation de la vitesse maximale de nitrification a été effectuée dans un réacteur expérimental agité (de volume égal à 14 L pour le suivi de la station de Guéthary et à 100 L pour le suivi de la station de Grasse). Le réacteur est préalablement rempli avec de la boue du bassin d'aération du BAM, ensuite, une certaine quantité de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) est ajoutée afin d'obtenir une concentration initiale proche de 30 mgN/L en NH_4^+ . On ajoute également de l'hydrogénocarbonate de sodium, $NaHCO_3$, utilisé comme tampon dans le but

de garantir les meilleures conditions de pH pour la nitrification (valeurs de pH autour de 8). La concentration en oxygène est maintenue dans le réacteur entre 4.5 et 5.5 mgO₂/L. La durée du test est d'environ 1h00, des prélèvements de surnageant de la boue sont régulièrement effectués à l'aide de filtre Polymem 0.1 µm pour détermination des concentrations en NH₄⁺ et NO₃⁻/NO₂⁻. La température est relevée et les concentrations en MES et MVS sont déterminées *a posteriori* sur un prélèvement de la boue à la fin de l'essai. Le schéma de la Figure 30 ci-après reproduit le dispositif expérimental utilisé pour la mesure de la vitesse maximale de nitrification.

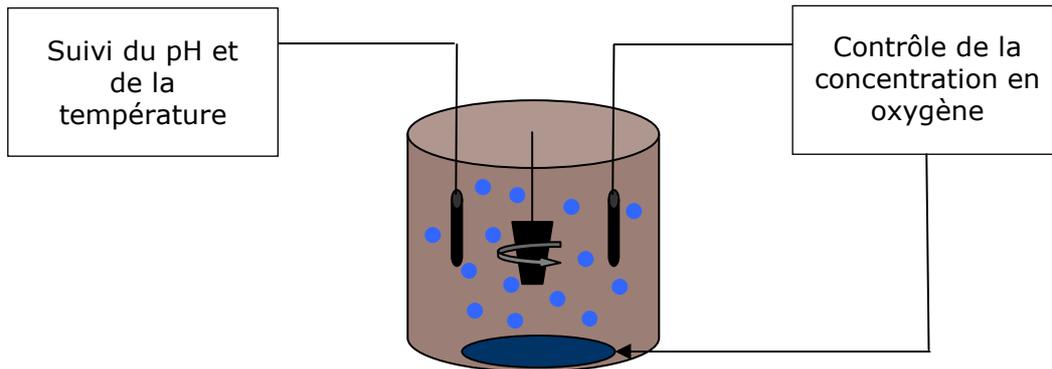


Figure 30 : Dispositif expérimental pour la mesure de la vitesse de nitrification maximale et l'estimation de K_{NH}

Les respirations (vitesses de consommation de l'oxygène par les bactéries, rO₂) sont relevées pendant plusieurs heures, jusqu'à atteindre la respiration endogène. A l'aide du respirogramme obtenu, une valeur de K_{NH} de la boue est ainsi estimée (Pambrun *et al.*, 2006). La méthode de calcul des respirations rO₂ est explicitée sur la Figure 31 ci-dessous.

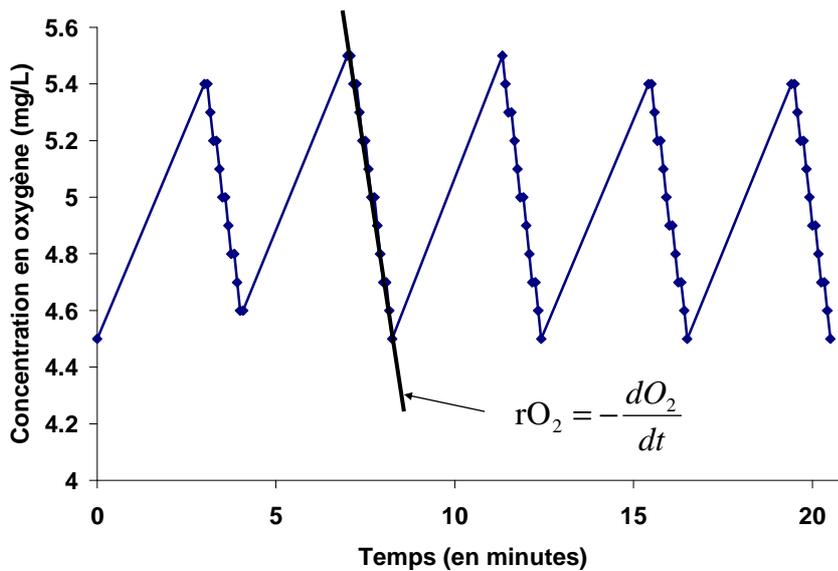


Figure 31 : Principe du calcul de la respiration rO₂

La régulation met en route l'aération lorsque la concentration en oxygène dissous devient inférieure ou égale à 4.5 mgO₂/L, l'aération est stoppée lorsque cette concentration devient supérieure à 5.5 mgO₂/L. Lorsque l'aération est arrêtée, la diminution de la concentration en oxygène est uniquement due à la consommation de celui-ci par les bactéries. Ainsi, la vitesse de cette diminution de la concentration en oxygène est appelée respiration.

III.2.5. Etape 4 : Calage de l'oxygène

La concentration en oxygène dans les bassins est un facteur extrêmement important puisqu'il a une grande influence sur les cinétiques de nitrification et de consommation de la DCO (voir la matrice de l'ASM1 en Annexe n°6). Il est donc nécessaire que le modèle soit capable de prédire correctement les valeurs de concentration en oxygène dans le bioréacteur.

La méthode « classique » de calage consiste à ajuster les valeurs du coefficient de transfert dans les boues $k_{L'a'}$ en fonction de la correspondance entre concentrations en oxygène simulées et mesurées. L'initialisation des valeurs de $k_{L'a'}$ est effectuée à partir des données des mesures de capacité d'oxygénation en boue (méthode de désorption au peroxyde d'hydrogène). La comparaison entre valeurs simulées et valeurs mesurées est effectuée sur une période courte, par exemple avec les données de la campagne de calage (voir paragraphe suivant III.2.6) car c'est pendant cette période que les informations concernant l'état du système sont les plus nombreuses et les plus détaillées. La Figure 32 ci-après représente les différentes étapes menant à la détermination des paramètres $k_{L'a'}$.

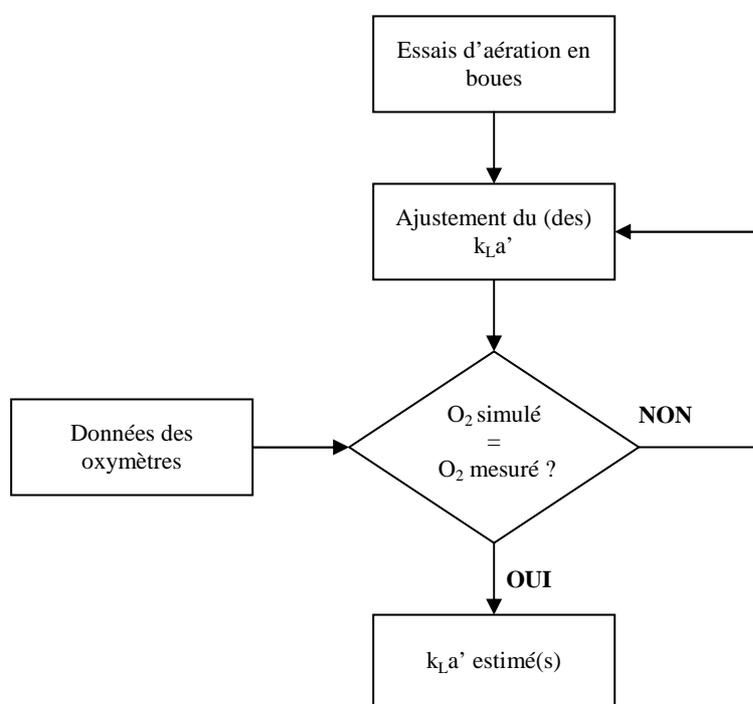


Figure 32 : Calage de l'oxygène par la méthode « classique »

Toutefois, la concentration en oxygène dans le bioréacteur de la station de Guéthary est très faible en période estivale du fait du mode de pilotage de l'aération (sonde redox) et d'un apport horaire (AH) couvrant difficilement la demande à certaines périodes. De plus, les membranes sont immergées dans le bassin d'aération avec leur propre système d'aération fonctionnant à deux débits d'air conduisant à 5 configurations d'aération possibles. Par ailleurs, une augmentation du nombre de diffuseurs en 2006 a modifié les performances de l'aération la deuxième année du suivi. L'utilisation des 5 configurations rend très difficile un calage « classique » sur une période courte, c'est pourquoi les apports horaires de chaque configuration ont été calculés sur un large intervalle de temps (du 11/07/06 au 30/08/06) à l'aide de bilans journaliers sur la DCO et sur l'azote (Racault et Gillot, 2006). Ces apports horaires ont été entrés dans le modèle sous forme de $k_L a'$ et les concentrations simulées ont été confrontées aux concentrations mesurées par les oxymètres. Toutefois, cette comparaison est effectuée sur l'ensemble des données des concentrations en oxygène de la période de calage. En effet, beaucoup de configurations sont à tester et parce que les concentrations en oxygène dissous sont faibles, une plus large gamme de données que dans le cas de la méthode « classique » est nécessaire. Le schéma de la Figure 33 résume les différentes étapes de ce calage de l'aération.

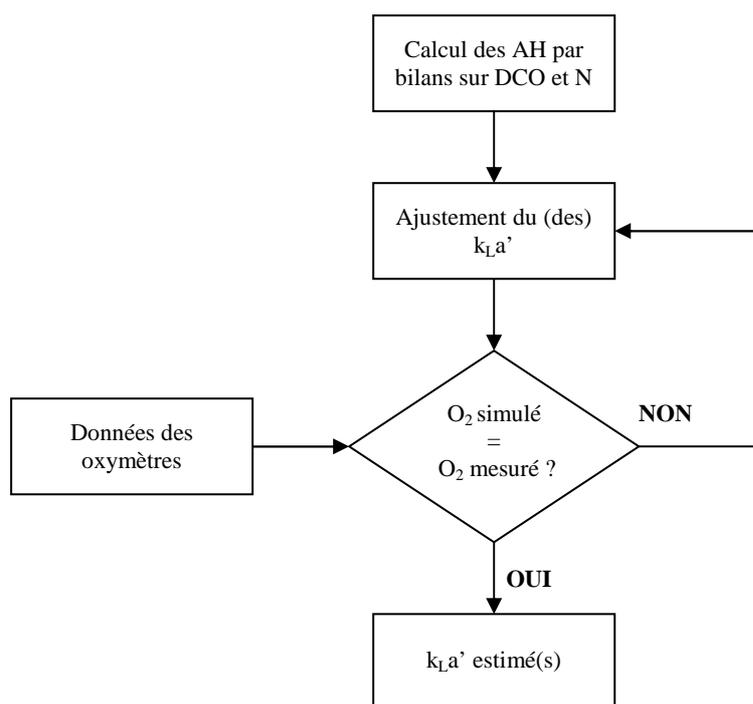


Figure 33 : Calage de l'oxygène à l'aide de bilans journaliers sur la DCO et l'azote

III.2.6. Etape 5 : Estimation des paramètres cinétiques - Campagne de calage

Les campagnes de calage sont des suivis intensifs d'une station d'épuration de durées courtes (généralement 8h) ponctuées de nombreux prélèvements dans les bassins afin de déterminer les cinétiques de nitrification et dénitrification. Elles consistent à forcer les variations des formes azotées dans le bioréacteur par séquençage de l'aération (Marquot, 2006). Le but

recherché est de caler les paramètres cinétiques correspondant à la nitrification et à la dénitrification. Le graphique de la Figure 34 reproduit le principe d'une campagne de calage avec des variations des concentrations en ammoniacque et en nitrate attendues.

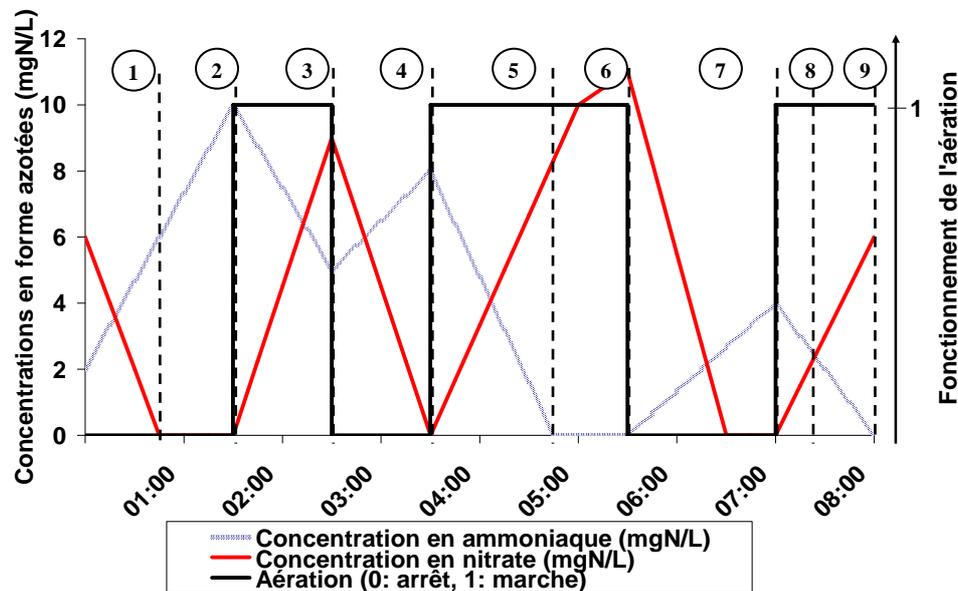


Figure 34 : Principe d'une campagne de calage - Exemple

Ces campagnes nécessitent une très bonne connaissance des conditions de fonctionnement de l'installation, c'est pourquoi des échantillons moyens sur 2h sont effectués sur l'entrée et la sortie afin de connaître dans le détail la charge entrant sur la station ainsi que les concentrations dans le perméat. La plupart des analyses des concentrations en nitrates et ions ammoniacques ont été effectuées *a posteriori* au laboratoire, les échantillons étant conservés sous forme soluble (par filtration sur membrane Polymem[®] de dimension de pores 0.1 μm). Ceux-ci sont exempts de bactéries et il n'y a pas de risques d'évolution des concentrations des formes azotées. Un spectrophotomètre portable Lasa100 de Dr Lange[®] a été utilisé sur le site afin de suivre ces concentrations et de pouvoir agir directement en conséquence (sur les durées des phases d'aération et de non-aération notamment). Toutefois, certains échantillons ont été analysés uniquement par le spectrophotomètre portatif (une partie des échantillons de la zone d'anoxie ou des compartiments membranaires, selon les sites). La validation des mesures de cet appareil a donc été effectuée, les résultats montrent une corrélation linéaire entre les mesures de l'appareil et celles du laboratoire lorsque les analyses ont été effectuées de ces deux manières. Un facteur correctif a donc été appliqué aux mesures du spectrophotomètre de terrain. Ces résultats sont répertoriés en Annexe n°7.

Le Tableau 20 précise les différentes étapes de l'exemple de campagne de calage présenté par la Figure 34 et les paramètres qu'il est possible de calibrer pour chacune d'entre elles. Toutefois, la durée de la campagne est assez courte (sur l'échelle d'un âge de boues par exemple) et donc, les processus les plus longs sont difficiles à calibrer. Ainsi, les taux de décès b_h et b_a sont difficilement directement modifiables. De plus, le nombre de paramètres « calibrables » est conséquent, c'est pourquoi des processus comme l'hydrolyse ou l'ammonification ne sont que très peu voire pas du tout modifiés.

Tableau 20 : Périodes de l'exemple de campagne de calage et paramètres concernés

Périodes	Conditions	Processus	Paramètres
	Toutes	Décès des hétérotrophes Décès des autotrophes Ammonification Hydrolyse	b_{Hr} , X_{BH} b_{A} , X_{BA} k_a k_{hr} , K_X
① ④ ⑦	Anoxie	Croissance anoxique des hétérotrophes	η_G , $\mu_H \cdot X_{BH}$, K_{OH} , K_{NO}
② ⑧	Anaérobie	Pas de croissance anoxique des hétérotrophes	K_{NO}
③ ⑤ ⑨	Aérobie	Croissance aérobie des hétérotrophes Croissance aérobie des autotrophes	$\mu_H \cdot X_{BH}$, K_{OH} $\mu_A \cdot X_{BA}$, K_{NH} , K_{OA}
⑥	Aérobie – Défaut de NH_4^+	Pas de croissance aérobie des autotrophes	K_{NH}

Le jeu de paramètre estimé est ensuite testé sur l'ensemble des données de la période de calage et les concentrations simulées en sortie en NH_4^+ et NO_3^- sont comparées aux concentrations mesurées.

Des analyses de concentrations en azote global et en DCO ont été effectuées sur des prélèvements de boues des bassins d'aération et d'anoxie. Ces échantillons ont été mixés sur site (2 fois 10 secondes) et conservés au frais (à +4°C) afin de limiter la dégradation de la DCO et de l'azote. Les analyses ont été réalisées au laboratoire le lendemain.

III.2.7. Etape 6 : Validation du modèle

Une fois le modèle calibré, il faut valider le jeu de paramètres estimés sur des données autres que celles qui ont servi au calage. Les données de la période de validation vont être utilisées dans ce but. Les concentrations en MES, MVS et en oxygène dissous dans la boue ainsi que les concentrations en sortie de NH_4^+ et NO_3^- résultant de la simulation sont comparées aux valeurs expérimentales. Si les concentrations simulées sont en accord avec les mesures alors les paramètres estimés seront considérés comme calés et validés.

Le calage d'un modèle dépend énormément des besoins de l'utilisateur. Ainsi, le but recherché par ce travail est d'obtenir un modèle calé qui puisse simuler correctement le système pour une gamme assez large de conditions opératoires. C'est pourquoi le calage et la validation sont effectuées sur un nombre de données important (périodes d'un mois avec entrée de données dans les modèles toutes les heures). Si l'objectif avait été un calage plus poussé des paramètres pour un fonctionnement « normal » d'une installation, une semaine de données aurait probablement été suffisante.

III.3. *Logiciel de simulation*

Plusieurs logiciels sont disponibles sur le marché, les principaux sont GPS-X[®] (Hydromantis Inc., Canada), West[®] (HEMMIS, Belgique) et BioWin[™] (EnviroSim Associates Ltd., Canada). D'autres sont aussi utilisés cependant plus rarement : EFOR[™] (EFOR Aps., Danemark), Simba[®] basé sur Matlab Simulink avec interface utilisateur (ifak e.V., Allemagne) et STOAT[™] (WRc plc., Royaume-Uni). D'autres logiciels de programmation comme Matlab/Simulink[™] ou Fortran peuvent servir de support pour implanter les équations avec un algorithme de résolution de celles-ci (type méthode de Runge-Kutta). Finalement, chaque logiciel simule correctement avec des résultats identiques à partir du moment où l'utilisateur sait bien s'en servir (Copp, 1999). Les différences sont plutôt au niveau de la convivialité (facilité d'utilisation) et de la flexibilité (capacité qu'à l'utilisateur d'agir sur le modèle et sur les données d'entrée) des logiciels.

Le choix, ici, s'est porté sur le logiciel GPS-X[®], sa prise en main demande un temps d'adaptation mais les possibilités de paramétrage et de programmation sont importantes.

III.4. *Entrée des données dans le logiciel*

III.4.1. *Représentation d'un bioréacteur à membranes sous le logiciel GPS-X[®]*

Le logiciel GPS-X[®] possède un module spécifique pour les bioréacteurs à membranes, toutefois, celui-ci n'est pas particulièrement adapté aux installations réelles dont la filtration fonctionne de manière discontinue. De plus, la pression transmembranaire est utilisée comme donnée d'entrée pour ce module qui va, à l'aide d'un modèle de colmatage, calculer le débit de filtration correspondant. Or, les stations suivies fonctionnaient toutes à débit de filtration imposé et non à pression transmembranaire fixe. Il aurait toutefois été possible d'utiliser des contrôleurs de PTM permettant d'atteindre le débit voulu ; mais cela aurait compliqué d'autant plus cette phase d'entrée des données dans le modèle. D'autre part, le modèle de colmatage utilisé contient un certain nombre de paramètres difficiles à calibrer.

La Figure 35 présente le schéma de la station de Guéthary sous le logiciel GPS-X[®]. Pour symboliser la membrane, un séparateur parfait a été utilisé qui retient les particules (X dans le modèle ASM1) et laisse passer les matières solubles (S). Les matières particulaires sont renvoyées dans le bassin d'aération avec un débit fictif de 24 m³/h. Plusieurs valeurs de débit ont été testées et l'influence de celles-ci est nulle sur les simulations.

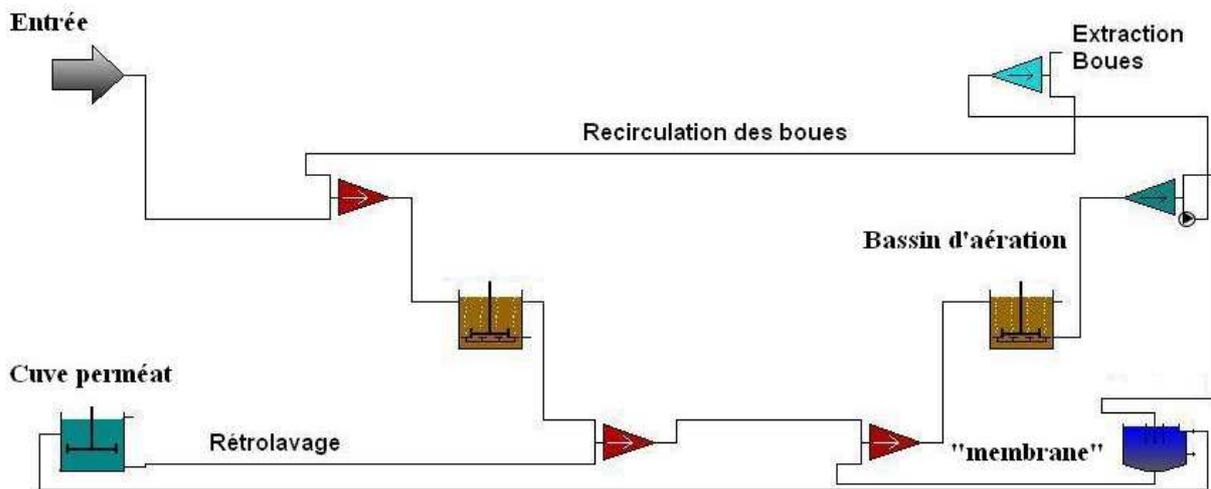


Figure 35 : Schéma du bioréacteur à membranes de Guéthary sous le logiciel GPS-X®

III.4.2. Données introduites dans le simulateur

Deux types de données sont insérés dans le logiciel de simulation : les données d'entrée qui permettent au modèle d'effectuer la résolution des équations et les données de contrôle qui sont des mesures expérimentales qui seront comparées aux sorties du modèle.

III.4.2.1 Données d'entrée

Les données d'entrée intégrées (horaires, journalières, mensuelles) résultent de prélèvements ponctuels (pour i_{CV} et i_{VT}) ou de moyennes effectuées sur plusieurs données (exemple de la concentration en DCO, valeur toutes les 2 minutes qui est moyennée avec pondération du débit). Le Tableau 21 présente les paramètres utilisés comme données d'entrée du logiciel de simulation.

Les données instantanées proviennent de marche ou arrêt (M/A) de pompes ou surpresseurs, le logiciel GPS-X® gère les données horodatées ce qui permet de prendre en compte la marche d'un appareillage même pour une courte durée (aération de 10 minutes par exemple).

Tableau 21 : Données d'entrée du logiciel de simulation

Données	Type de données	Unité
Débit eaux usées	Horaire	m^3/j
Concentration DCO eaux usées	Horaire	$gDCO/m^3$
Concentration MES eaux usées	Horaire	$gMES/m^3$
Concentration NTK eaux usées	Horaire	gN/m^3
i_{CV} eaux usées	Mensuelle	$gDCO/gMES$
i_{VT} eaux usées	Mensuelle	/
M/A de la (des) pompe(s) de recirculation	Instantanée	/
Apport horaire de l' (des) aération(s)	Instantanée	kgO_2/h
M/A de la (des) pompe(s) d'extraction des boues	Instantanée	/
Débit(s) de filtration	Horaire	m^3/j
Débit(s) de rétrolavage	Horaire	m^3/j
Température du (des) bassin(s)	Moyenne journalière	$^{\circ}C$

III.4.2.2 Données de contrôle

Les données de contrôle sont des mesures qui vont être comparées aux données de sortie du modèle afin de « contrôler » le bon fonctionnement de la simulation. Les mesures expérimentales utilisées comme données de contrôle sont rassemblées dans le Tableau 22 suivant :

Tableau 22 : Données de contrôle pour la simulation

Données	Type de données	Unité
Concentration en MES	Horaire	g/m ³
Volume(s) du (des) réacteur(s)	Horaire	m ³
Concentration en oxygène	1 mesure / 10 min	gO ₂ /m ³
Concentration NH ₄ ⁺ sortie	Moyenne journalière	gN/m ³
Concentration NO ₃ ⁻ sortie	Moyenne journalière	gN/m ³

Les concentrations en MES et en oxygène ainsi que les volumes des réacteurs sont des données issues des capteurs installés sur la station. Les mesures de concentrations en ammoniacales et nitrates sont effectuées sur des échantillons moyens 24h du perméat.

III.4.3. Cas du fractionnement des eaux usées

III.4.3.1 Fractionnement de la DCO

Le logiciel GPS-X[®] propose plusieurs moyens d'entrer les données concernant le fractionnement de la DCO. Les paramètres nécessaires pour le mode d'entrée des données choisi sont les suivants :

- les concentrations en DCO fournies par la sonde spectrométrique immergée,
- les valeurs de concentrations en MES en utilisant un ratio DCO/MES déterminé,
- le ratio $i_{VT} = MVS/MES$
- le ratio $i_{CV} = X_{DCO}/MVS = X_{DCO}/DCO \times i_{VT} \times DCO/MES$
- $fr_{S_I} = S_I/(S_I + S_S)$
- $fr_{X_S} = X_S/(X_I + X_S)$

Les ratios i_{VT} et DCO/MES sont déterminés en effectuant la moyenne de ces ratios obtenus avec les échantillons moyens 24h sur la période étudiée. Les autres paramètres (X_{DCO}/DCO , fr_{S_I} et fr_{X_S}) sont directement déduits du fractionnement. La Figure 36 ci-dessous représente la manière dont le logiciel GPS-X[®] obtient le fractionnement à partir des données entrées dans le modèle.

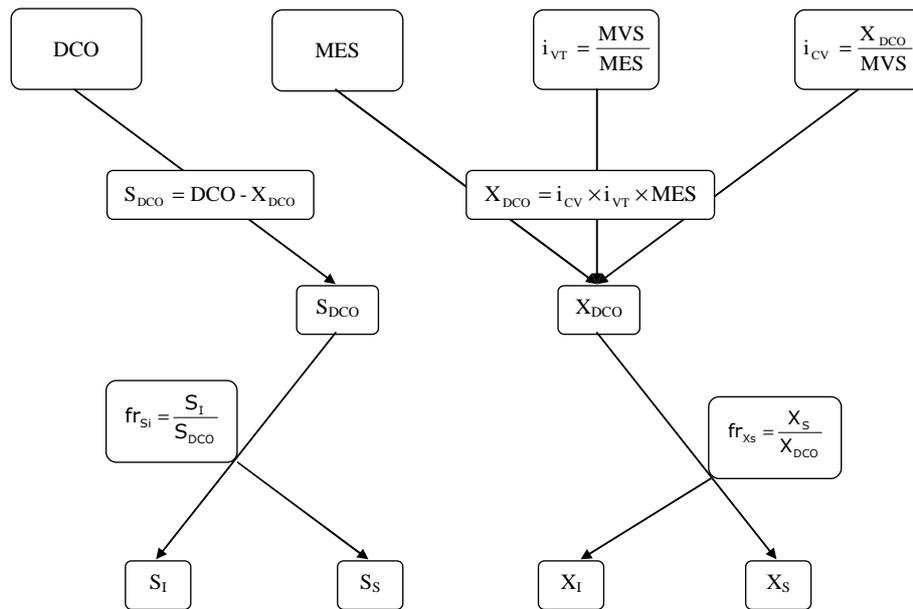


Figure 36 : Méthode de calcul du fractionnement de la DCO par le logiciel GPS-X®

III.4.3.2 Fractionnement de l'azote

Le mode de calcul du fractionnement de l'azote par le logiciel GPS-X est plus simple, la quantité d'azote Kjeldahl entrant sur la station est entrée directement dans le simulateur ainsi que le ratio NH_4^+/NKj pour le calcul de la concentration en ammoniacque. Ensuite les valeurs des différents ratios (i_{NSI} , i_{NSS} , i_{NXS} , i_{NXI}) sont aussi directement introduites dans le logiciel qui va calculer les fractions correspondantes de l'azote comme le montre la Figure 37.

La concentration en azote Kjeldahl des eaux usées n'étant pas connue à tout instant, on utilise un ratio DCO/NKj, moyenne des ratios obtenus avec les échantillons moyens 24h sur la période d'étude.

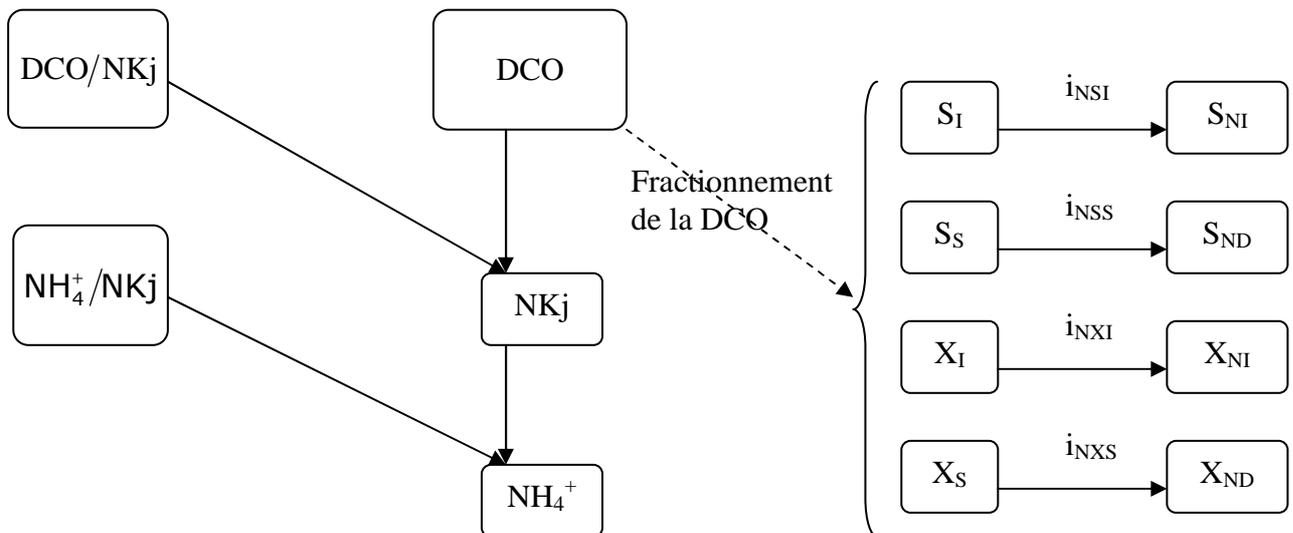


Figure 37 : Méthode de calcul du fractionnement de l'azote par le logiciel GPS-X®

Partie n°3 :
***Etude de trois installations réelles
de bioréacteurs à membranes***

Ce chapitre présente le fonctionnement général des trois bioréacteurs à membranes durant leur suivi (Guéthary, Le Guilvinec et Grasse). Cette introduction permet une comparaison des spécificités de chaque station pour ensuite faire le choix de la station qui sera l'objet du travail de modélisation et, concernant les stations de Guéthary et Grasse, elle permet également de présenter les systèmes sur lesquels la comparaison entre propriétés physico-chimiques des boues, conditions opératoires et caractéristiques de la filtration a été effectuée. L'aspect énergétique ne sera pas abordé ici mais l'Annexe n°13 y est consacré.

I - Station de Guéthary

I.1. Programme d'étude

La station de Guéthary a été suivie durant presque deux ans, de février 2005 à septembre 2006 avec une intensification durant les deux étés. L'équipe du Cemagref a réalisé de multiples interventions et des modifications sont intervenues sur l'installation. Les principaux événements sont résumés dans le Tableau 23.

Tableau 23: Chronologie des interventions du Cemagref et événements sur la station de Guéthary

Date	Evénement
Du 02/02/05 au 06/06/05	Zone d'anoxie non utilisée 9 échantillons moyens 24h Installation du matériel
Du 28/06/05 au 13/09/05	Zone d'anoxie en fonctionnement 14 échantillons moyens 24h Prélèvements de boues pour filtrabilité et MES/MVS
Du 04/06/06 au 18/06/06	Zone d'anoxie non utilisée 3 échantillons moyens 24h
04/07/06	Zone d'anoxie en fonctionnement
Du 10/07/06 au 4/09/06	7 échantillons moyens 24h Prélèvements de boues pour analyses
11/07/06	Passage de 2x224 à 2x344 diffuseurs pour l'aération par fines bulles
31/07/06	Campagne de suivi fin pour le calage du modèle
08/08/06	Connexion du surpresseur de secours pour l'aération par fines bulles

Suite à une insuffisance d'apport en oxygène durant l'été 2005, le système d'aération fines bulles a été modifié avec passage à 788 diffuseurs le 11/07/2006 (448 auparavant) et la connexion du surpresseur secours le 8/08/2006 afin d'avoir la possibilité de doubler le débit d'air admis.

I.2. Analyse du procédé

L'analyse du procédé du bioréacteur à membranes de la station de Guéthary se focalise sur l'été 2006 car le suivi de cette période a été effectué dans le but d'un travail de modélisation de ce BAM.

I.2.1. Charge entrante sur la station

La Figure 38 montre la variabilité du débit volumique journalier qui connaît des pointes les weekends d'été se traduisant par des flux de DCO entrants importants. La concentration moyenne journalière en DCO reste assez constante tout au long de l'été excepté pour les jours autour du weekend du 14 juillet avec une pointe à 1540 gDCO/m³. La concentration moyenne journalière minimale observée en entrée du BAM de Guéthary est de 570 gDCO/m³ et la moyenne sur la période s'établit à 782 gDCO/m³.

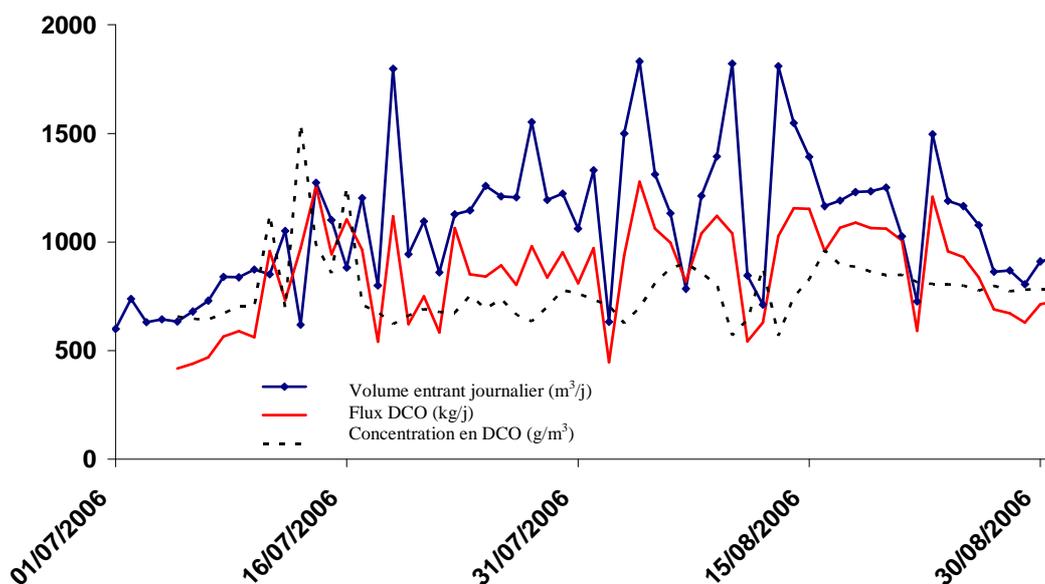


Figure 38 : Flux entrant sur la station de Guéthary, été 2006

Les caractéristiques des eaux usées déterminées à l'aide des échantillons moyens 24h sont reportées dans le Tableau 24. Celles-ci sont tout à fait dans la moyenne française des concentrations en polluants dans les eaux résiduaires urbaines.

Tableau 24 : Caractéristiques des eaux usées de la station de Guéthary, été 2006

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO (g/m ³)	7	576	873	761	97
DBO ₅ (g/m ³)	6	289	467	364	64
MES (g/m ³)	7	287	389	325	45
NTK (gN/m ³)	6	84	96.6	91.7	5.0
NH ₄ (gN/m ³)	6	48.5	81	69.2	12.2
PT (gP/m ³)	7	10.3	13.5	12.2	1.0
Débit (m ³ /j)	62	601	2099	1144	332
DCO/DBO ₅	4	1.99	2.47	2.21	0.26
% MVS	7	76.4	90.0	86.4	1.3
DCO/NTK	6	6.9	9.3	8.3	0.5
DCO/P	7	55.8	69.9	62.4	4.3

Le Tableau 24 présente également différents ratios des paramètres des eaux usées qui seront, pour certains, utilisés comme données d'entrée du logiciel de modélisation. Le ratio DCO/DBO₅ permet de quantifier la biodégradabilité d'un influent et celui des eaux usées de la station de Guéthary permet d'attester de la bonne biodégradabilité de celles-ci.

La charge massique (exprimée en kgDBO₅/kgMVS.j) de la station de Guéthary pour l'été 2006 est représentée sur la Figure 39. Celle-ci connaît une hausse de 220% entre le début du mois de juillet (charge minimum à 0.024 kgDBO₅/kgMVS.j) et le milieu du mois d'août lorsque les charges entrantes sont les plus importantes (maximum de 0.052 kgDBO₅/kgMVS.j).

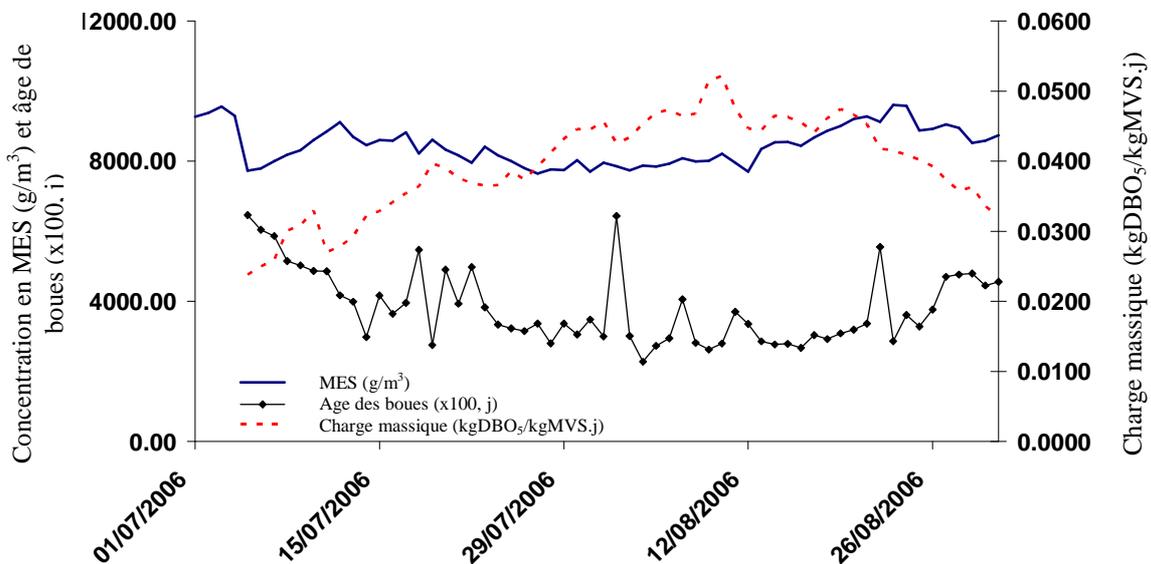


Figure 39 : Charge massique et concentration en MES dans le bioréacteur de la station de Guéthary

L'évolution de l'âge des boues sur la station de Guéthary en été 2006 est également représentée sur la Figure 39. Ainsi, de mi-juillet à fin août, l'âge des boues varie entre 30 et 60 jours.

En 2005, la production de boues de la période juillet et août est de 0,32 kgMES/kgDCO éliminée. En 2006, sur la même période estivale, la production de boues calculée ressort à 0,27 kgMES/kgDCO éliminée. Ces valeurs sont relativement proches et en tout état de cause montrent que la production de boues des bioréacteurs à membrane est sensiblement équivalente à celle d'une boue activée conventionnelle fonctionnant à la même charge massique.

1.2.2. Caractéristiques des boues

La Figure 39 reproduit également les variations de la moyenne journalière des concentrations en MES relevées par le capteur, celle-ci varie relativement peu dans une gamme de 7700 à 9600 g/m³.

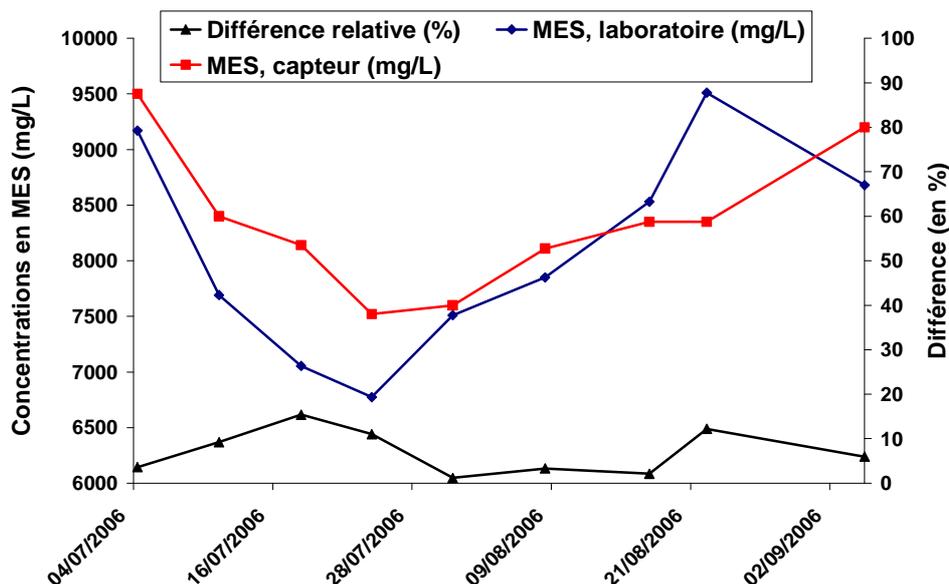


Figure 40 : Comparaison entre concentrations en MES mesurées au laboratoire et celles affichées par le capteur

Les relevés du capteur MES ont été plusieurs fois confrontés avec des mesures effectuées en laboratoire afin de vérifier son bon fonctionnement. La Figure 40 propose les résultats pour 9 prélèvements, les différences sont comprises entre 2.1 et 15.4% avec une moyenne de 7.1%. La marge d'erreur communément acceptée pour les mesures de laboratoire est d'environ 10%, on peut donc raisonnablement valider la calibration du capteur.

Les ratios $i_{VT} = MVS/MES$ et $i_{CV} = X_{DCO}/MVS$ dans les boues sont rapportés sur la Figure 41. Le ratio i_{VT} varie peu tout au long de l'étude sur l'intervalle [0.72 ; 0.81] avec une moyenne de 0.77 gMVS/gMES ce qui correspond à une station à faible voire moyenne charge. La première valeur du ratio i_{CV} de 1.15 gDCO/gMVS le 04/07/2006 semble être légèrement sous-estimée. En effet, la moyenne de ce ratio se situe à 1.39 gDCO/gMVS avec un maximum à 1.56 gDCO/gMVS.

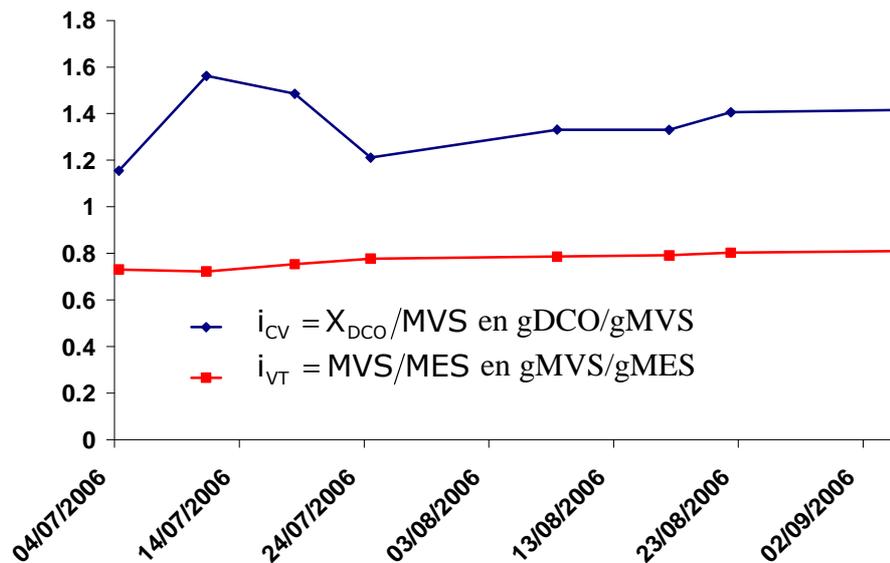


Figure 41 Evolution des ratios MVS/MES, X_{DCO}/MVS

1.2.3. Hydraulique de la station de Guéthary – Concentration en oxygène

La station de Guéthary présente deux systèmes d'aération dans le même bassin biologique puisque les membranes y sont immergées. Le système d'aération par fines bulles pour les processus biologiques se situe à 4.8 m de profondeur dans le fond du bassin. L'aération décolmatante grosses bulles pour les membranes se situe juste au dessous de celles-ci, à mi-hauteur du bassin, soit 2.4 m de profondeur. Deux capteurs de mesure d'oxygène ont été placés dans le bassin par le Cemagref à 2 et 4 m d'immersion, à 2.5 m du bord du bassin.

Si on s'intéresse aux profils des concentrations en oxygène enregistrés par les sondes (Figure 42), la concentration en oxygène est presque toujours proche de zéro lorsque les surpresseurs produisant les fines bulles sont en marche alors qu'elle augmente une fois les surpresseurs arrêtés. La longue période entre 8h00 et 9h30 environ de la Figure 42 est la seule phase d'aération pendant laquelle les capteurs enregistrent des concentrations supérieures à 1 mgO₂/L. Or celle-ci est couplée au passage de l'aération décolmatante de la petite à la grande vitesse. Si on analyse dans le détail les profils des mois de juillet et août 2006, on n'observe que très rarement une concentration en oxygène qui augmente durant les périodes de fonctionnement des surpresseurs fines bulles, mais celles-ci sont à chaque fois couplées avec la marche du surpresseur des grosses bulles en mode « grande vitesse ».

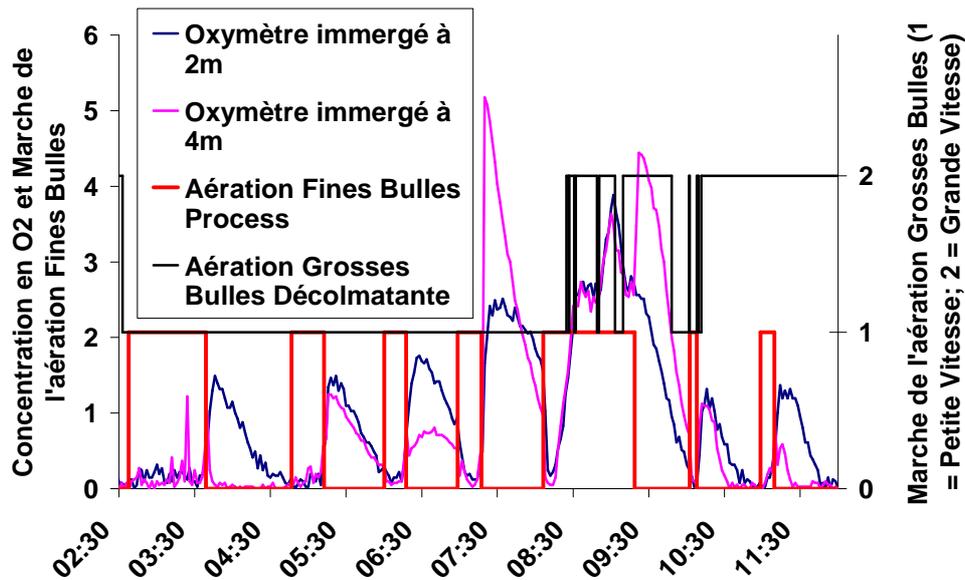


Figure 42 : Mesures d'oxygène par les deux capteurs au cours d'une journée quelconque de juillet 2006

Un oxymètre disposant d'un agitateur a été rajouté pendant les journées du 8 et 9 septembre 2006 à 2 m de profondeur et à 1 m du bord. Les résultats présentés sur la Figure 43 et la Figure 44 montrent un comportement identique aux deux autres capteurs, quoique largement atténué, pendant les périodes de marche du surpresseur process (aération fines bulles) mais très différent avec l'aération membranaire seule (retour à une valeur très faible dès l'arrêt du surpresseur process). Ces mesures aberrantes sur deux des oxymètres en dehors de la marche du surpresseur des fines bulles ne sont pas représentatives de l'état réel des concentrations dans le bassin. Pour l'oxymètre le plus immergé (système LDO), le phénomène a été observé sur d'autres sites et serait dû à un défaut du capteur après quelques mois d'utilisation.

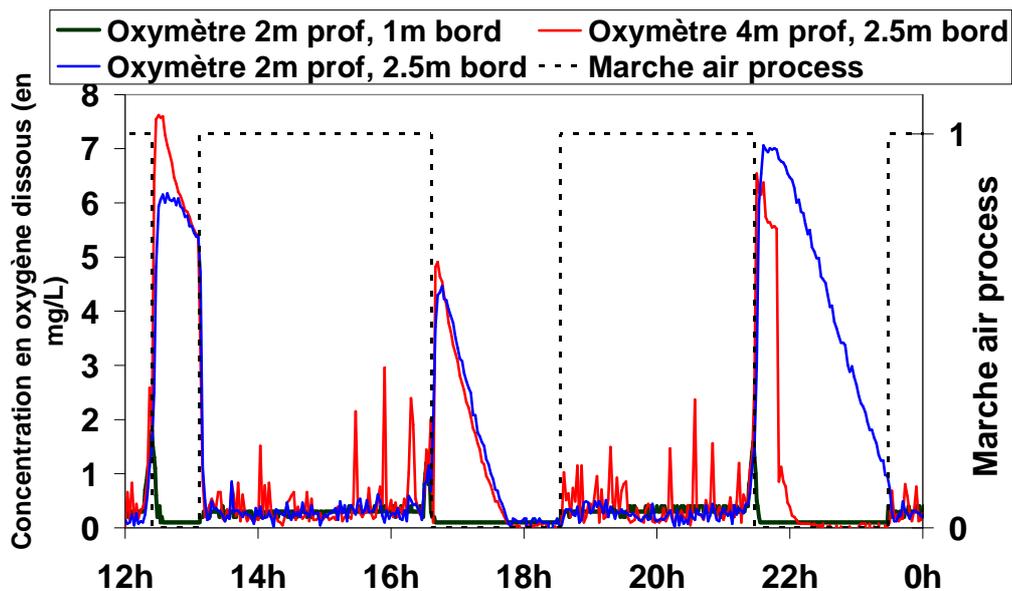


Figure 43 : Profils des trois oxymètres immergés dans le bassin d'aération de la station de Guéthary, 8 septembre 2006

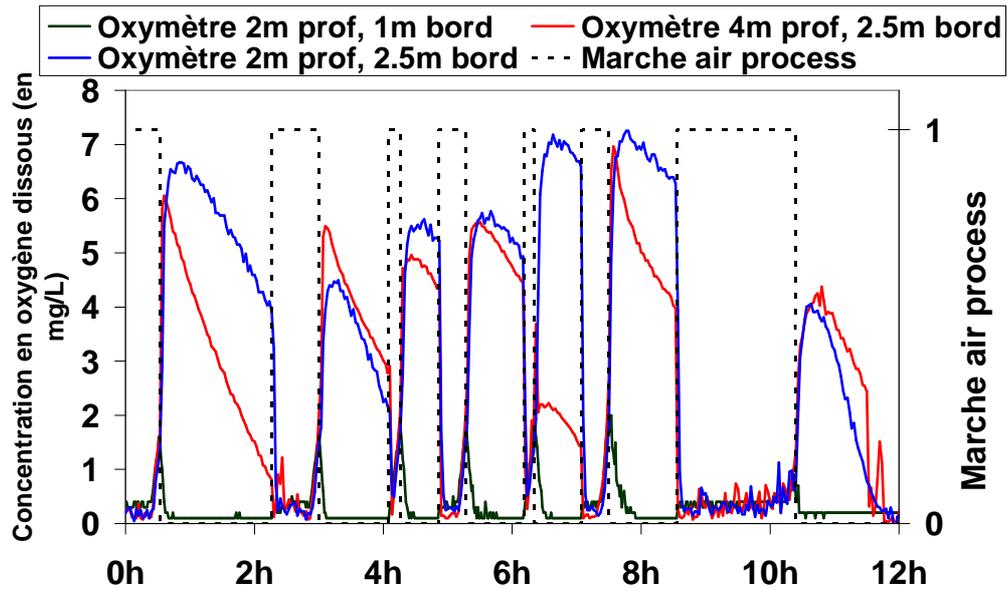


Figure 44 : Profils des trois oxymètres immergés dans le bassin d'aération de la station de Guéthary, 9 septembre 2006

Ainsi, du fait des deux systèmes d'aération, la station de Guéthary présente une hydrodynamique complexe s'éloignant du réacteur parfaitement agité lorsque seule l'aération grosse bulle est en marche, ce résultat est d'ailleurs confirmé par des bilans en azote sur le bassin d'aération qui montrent que ce dernier est le lieu d'une nitrification/dénitrification simultanée avec la réalisation de 70% de la dénitrification en moyenne (maximum de 95%, minimum de 20% et écart type de 17%, pour juillet et août 2006).

Pour ces raisons, les concentrations moyennes journalières en oxygène dissous ont été calculées avec les mesures des deux oxymètres uniquement lorsque l'aération par fines bulles est en fonctionnement. Ces conditions couvrent des périodes avec mélange homogène où la mesure d'oxygène est valide. Hors de ces périodes, les mesures ne peuvent être prises en compte et sont difficilement accessibles du fait de l'hydrodynamique du bassin. Ces moyennes journalières sont représentées sur la Figure 45, les concentrations moyennes sur l'ensemble de la période sont de 0.56 et 0.57 mgO₂/L pour les capteurs d'immersion respective 2 et 4 m.

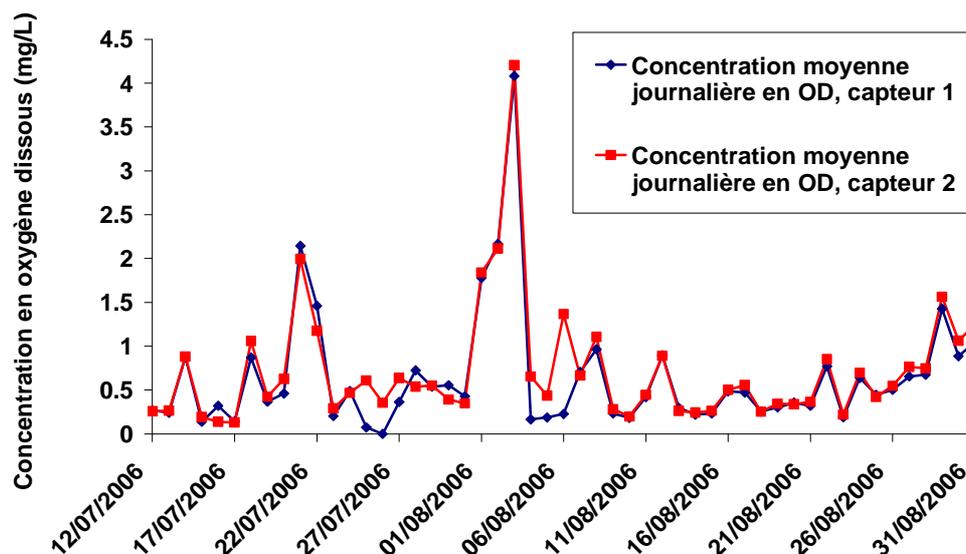


Figure 45 : Concentrations moyennes journalières en oxygène dissous avec l'aération par fines bulles en marche, pour les deux capteurs (2 et 4 m d'immersion respectivement), station de Guéthary été 2006

1.2.4. Efficacité épuratoire

Le Tableau 25 présente l'efficacité épuratoire du procédé obtenue par bilans complets basés sur les échantillons moyens 24h entrée/sortie réalisés le même jour. Les rendements épuratoires sont très bons avec une élimination de l'azote global supérieure à 90% et un rendement supérieur à 95% pour la DCO.

Tableau 25 : Efficacité épuratoire de la station de Guéthary

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO, entrée (g/m ³)	7	576	873	761	97
DCO sortie (g/m ³)	7	4.5	31	17.2	10.7
Elimination DCO (%)	7	96	99	98	1.3
NGL, entrée (gN/m ³)	6	84	96.6	91.7	5.0
NGL, sortie (gN/m ³)	6	5.1	9.6	7.0	1.8
Elimination NGL (%)	4	90.1	94.5	91.9	1.9
PT, entrée (gP/m ³)	7	10.3	13.5	12.2	1.0
PT, sortie (gP/m ³)	7	2	5.5	4.1	1.3
Elimination PT (%)	7	52	83	70	10.7

Les 6 échantillons moyens 24h du perméat donnent des concentrations en DCO très faibles, à la limite de la détectabilité, entre 5 et 30 mgDCO/L. En effet, les âges de boues élevés et la filtration permettent d'obtenir une eau d'excellente qualité en terme de DCO où seule la fraction inerte soluble subsiste. Les résultats obtenus sur le phosphore sont également supérieurs à ce qu'on pourrait attendre en l'absence d'ajout de réactifs. Effectivement, les concentrations en phosphore total des échantillons moyens 24h sont comprises entre 2.0 et 5.5 mgP/L. Comme déjà évoqué dans le paragraphe précédent, le bassin d'aération est le lieu d'une nitrification/dénitrification simultanée, c'est pourquoi la zone d'anoxie reçoit peu de nitrates et il est ainsi probable que celle-ci soit le lieu d'une déphosphatation biologique.

Les concentrations en ammoniacque sur les échantillons moyens 24h restent faibles tout au long de l'étude, entre 0.4 et 3.6 mgN/L et une moyenne à 1.3 mgN/L témoignant d'une nitrification presque totale. Par contre, quelques valeurs des concentrations de sorties en azote global (NGI) se situent autour de 15 mgN/L ce qui reste en dessous du seuil de 20 mgN/L exigé par l'arrêté préfectoral. En effet, la concentration en nitrate et nitrite varient autour de 9 mgN/L durant mi-juillet jusque mi-août avec des pics à 12 mgN/L du fait d'un débit de recirculation parfois insuffisant et du temps limité pour la dénitrification dans le bassin d'aération (avec une moyenne de 15.0 h par jour de fonctionnement de l'aération du 15/07 au 15/08). Toutefois, cette concentration en NGI reste en général inférieure à 10 mgN/L. Les concentrations en nitrite dans les eaux de sortie de la station n'ont pas été différenciées des concentrations en nitrate car leurs valeurs sont négligeables (inférieures à 1 mgN/L).

1.3. Propriétés de la filtration

Dans cette étude, les caractéristiques de la filtration ont été exprimées par deux paramètres : la perméabilité moyenne journalière et la moyenne journalière de la vitesse de colmatage.

La Figure 46 présente l'évolution de ces deux paramètres pour la station de Guéthary durant l'été 2006. La moyenne journalière de la perméabilité décroît continuellement du 15 mai au 5 septembre 2006 avec une diminution moyenne égale à 0.17 LMH/bar par jour. Cette perte de perméabilité se fait de manière progressive jusqu'au début du mois d'août où l'évolution de celle-ci devient plus chaotique. D'une part, le capteur de pression transmembranaire a rencontré des problèmes de mesures et de plus, cette période correspond au pic de charge organique sur la station avec les weekends du 1^{er} et 15 août.

Aucune modification significative de la gestion des membranes n'a été effectuée au cours de la période d'étude (changement du débit d'aération, lavage chimique, etc...). Ainsi, à l'exception de trois pics, la vitesse moyenne journalière de colmatage reste relativement constante autour de 1.10^{12} 1/m.j.

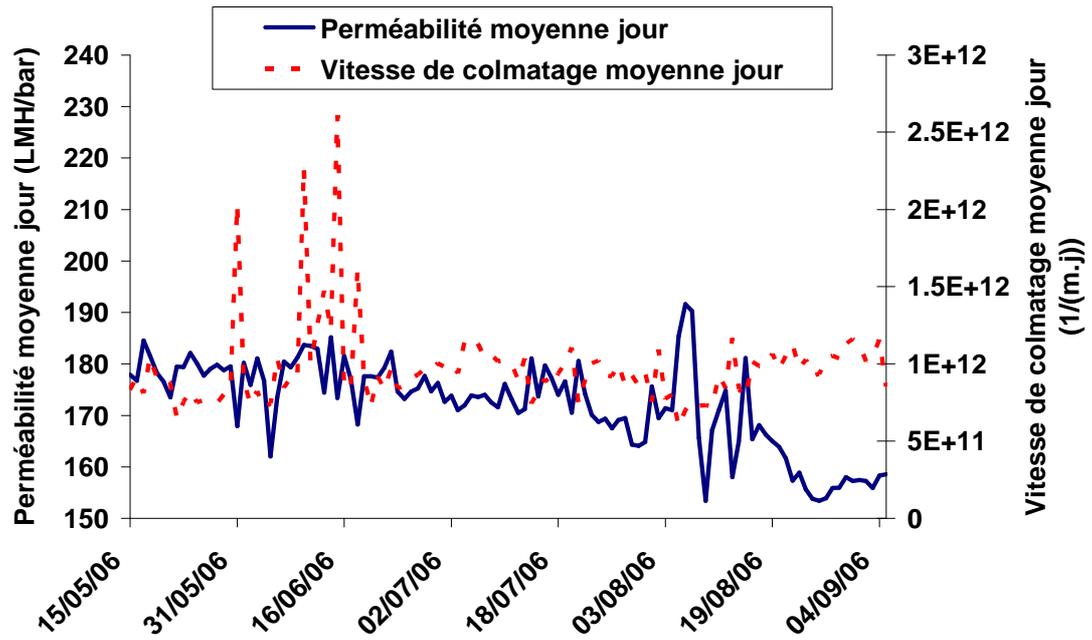


Figure 46 : Evolution des moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage de la station de Guéthary durant l'été 2006

II - Station de Le Guilvinec

II.1. Programme d'étude

Le suivi de la station de Le Guilvinec a débuté en mars 2006 et s'est terminé en octobre 2007. Le Tableau 26 ci-dessous rapporte les différentes interventions du Cemagref sur la station.

Tableau 26 : Chronologie des interventions du Cemagref sur la station de Le Guilvinec

Date	Evénement
06 au 10/03/06	1 ^{ère} visite du Cemagref Installation du matériel 1 échantillon moyen entrée/sortie Prélèvements divers
08/03/06	Campagne de calage n°1
30/05/06	Sonde spectrophotométrique retirée
07/03/07	Sonde spectrophotométrique installée de nouveau
15 au 19/10/07	3 ^{ème} visite du Cemagref 2 échantillons moyens entrée/sortie Prélèvements divers
17/10/2007	Campagne de calage n°2

Le suivi de la station de Le Guilvinec s'est donc déroulé en deux temps, la première période du 10/03/2006 au 30/05/2006 et la seconde du 07/03/2007 au 17/10/2007. Certaines données de la seconde période (charge massique, âge des boues et concentrations moyennes journalières en oxygène) n'étaient malheureusement pas disponibles par manque des données provenant de la supervision.

II.2. Analyse du procédé

II.2.1. Charge entrante sur la station

La sonde spectrophotométrique se situe dans le déversoir d'entrée du bassin d'aération et la pompe de refoulement des eaux usées fonctionne par à-coups. Ainsi, lors des périodes de non arrivée d'eaux usées, l'eau présente dans le bac décante et la mesure de la sonde devient non représentative. Pour cette raison, seuls ont été retenus les enregistrements correspondants aux périodes où la pompe fonctionne.

Pour la première période, la Figure 47 montre des charges hydraulique et en DCO relativement stables, variant entre 500 et 700 m³/j, et entre 500 et 800 kgDCO/j respectivement. Elles restent très en dessous des charges nominales (2600 m³/j et 3700 kgDCO/j) malgré la connexion d'une nouvelle commune à la station en mai 2006.

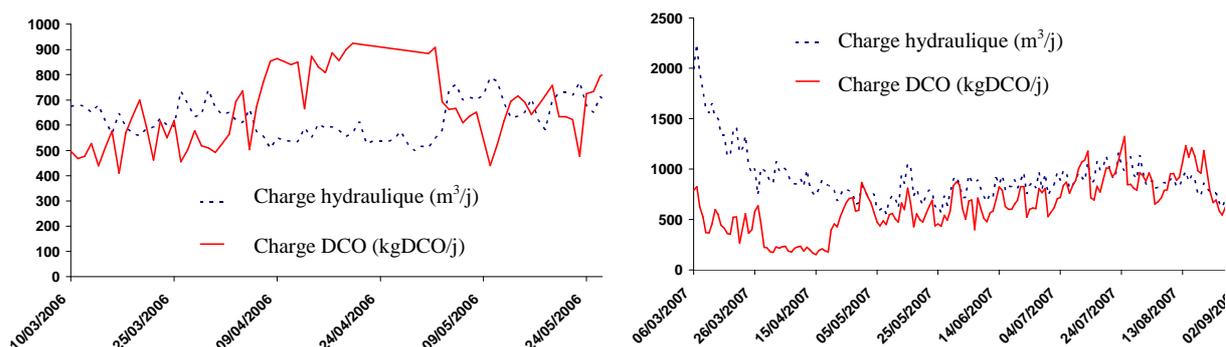


Figure 47 : Evolution de la charge hydraulique et de la charge en DCO sur la station de Le Guilvinec du 10/03/2006 au 28/05/2006 (gauche) et du 06/03/2007 au 03/09/2007 (droite)

Pour la seconde période, du 7/03/2007 au 17/10/2007, la charge hydraulique commence à de fortes valeurs (plus de 2000 m³/j) sur la Figure 47. Celle-ci diminue ensuite pour se stabiliser autour de 1000 m³/j ce qui correspond à moins de 50% de la charge nominale. Entre les deux périodes, une conserverie de poisson s'est connectée à la station en décembre 2006. La Figure 47 présente également la charge organique en DCO sur cette période, on peut observer l'influence de la conserverie de poisson car la charge organique augmente progressivement pour atteindre 1000 kgDCO/j durant l'été 2007.

Les Tableau 27 et Tableau 28 présentent les caractéristiques des eaux usées de la station de Le Guilvinec pour 2006 et 2007. Le Cemagref a effectué trois bilans complets entrée/sortie sur la station, deux en mars 2006 et un en octobre 2007. Ces mesures n'étant pas suffisantes, les tableaux contiennent les données de tous les autocontrôles effectués par l'exploitant.

Tableau 27 : Caractéristiques des eaux usées de la station de le Guilvinec, du 10/03/2006 au 31/12/2006

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO (g/m ³)	28	373	1178	736	220
DBO ₅ (g/m ³)	17	180	444	312	79
MES (g/m ³)	28	150	520	343	93
NTK (gN/m ³)	11	56	133	91	22
NH ₄ (gN/m ³)	11	37	102	69	20
PT (gP/m ³)	11	4.0	12.2	9.3	2.9
Débit (m ³ /j)	297	289	2011	692	220
DCO/DBO ₅	17	1.87	2.74	2.29	0.26
DCO/NTK	11	3.7	15.1	7.5	3.2
DCO/P	11	33.9	155	82.8	41.4

Les deux périodes présentent des caractéristiques différentes, ainsi l'influent en 2007 est plus dilué et proportionnellement, il est plus concentré en phosphore et moins en azote. L'effluent de la conserverie de poisson doit donc être peu concentré en DCO et en pollution azotée mais un peu plus en phosphore. Les ratios DBO₅/DCO sont relativement identiques, quoique légèrement inférieurs en 2007.

Tableau 28 : Caractéristiques des eaux usées de la station de le Guilvinec, du 1/01/2007 au 15/10/2007

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO (g/m ³)	164	168	2060	582	286
DBO ₅ (g/m ³)	66	62	694	266	144
MES (g/m ³)	83	82	900	286	132
NTK (gN/m ³)	37	26.6	132	64.0	24.8
NH ₄ (gN/m ³)	37	16.9	119	46.9	20.9
PT (gP/m ³)	36	3.3	16.7	9.0	3.8
Débit (m ³ /j)	287	365	2242	886	325
DCO/DBO ₅	50	1.52	2.91	2.15	0.36
DCO/NTK	38	6.3	11.9	9.2	1.3
DCO/P	34	50.7	98.5	68.2	14.5

II.2.2. Caractéristiques des boues

La charge massique augmente durant l'été 2006 de 0.01 à 0.03 kgDBO₅/kgMVS.j puis revient aux alentours de 0.01 kgDBO₅/kgMVS.j en septembre. Toutefois, ces valeurs de charge massique restent très faibles. En revanche, la concentration en MES des boues du bassin d'aération reste stable avec de légères variations entre 7 et 9 gMES/L.

Les ratios MVS/MES et X_{DCO}/MVS ont été mesurés respectivement quatre et deux fois sur les boues de la station de Le Guilvinec, les résultats sont rassemblés dans le Tableau 29. Sur les deux mesures à un an et demi d'intervalle (durant les deux périodes de calage), le ratio X_{DCO}/MVS varie peu. Le ratio MVS/MES est lui aussi assez constant sur les quatre mesures. Sa valeur est typique de stations à faible charge et fort âge de boues. Les boues sont donc très minérales, ce qui est d'autant plus vrai que l'ajout de FeCl₃ pour le traitement du phosphore entraîne une précipitation de ce dernier augmentant la quantité de matières minérales dans les boues.

Tableau 29 : Valeurs des ratios MVS/MES et X_{DCO}/MVS sur prélèvements ponctuels de boues de la station de Le Guilvinec

Date	MVS/MES	X _{DCO} /MVS
8/03/2006	67.1	1.32
7/03/2007	69.9	
16/10/2007	66.1	
17/10/2007	67.7	1.36

Les âges de boues restent supérieurs à 100 jours pendant toute la période de suivi avec des pointes à plus de 500 jours. Au cours du printemps 2006 (du 29/03 au 28/05/2006) où l'on dispose d'une mesure continue du flux de DCO entrant, la production de boue est de 0.35 kgMES/kgDCO éliminée. Cette valeur peut paraître élevée compte tenu des très faibles charges massiques mais le traitement du phosphore par le chlorure ferrique augmente la quantité de boues produite.

II.2.3. Hydraulique de la station – Concentration en oxygène

La concentration moyenne journalière en oxygène dissous dans le bassin d'aération est reportée sur la Figure 48 pour la période de suivi en 2006. Elle est très variable entre des valeurs proches de zéro et des pics à 4 mgO₂/L. L'oxygène introduit dans les cellules membranaires pour décolmater les membranes est suffisant au traitement de la faible charge azotée entrant sur la station. De ce fait, le bassin d'aération est utilisé la plupart du temps comme bassin d'anoxie

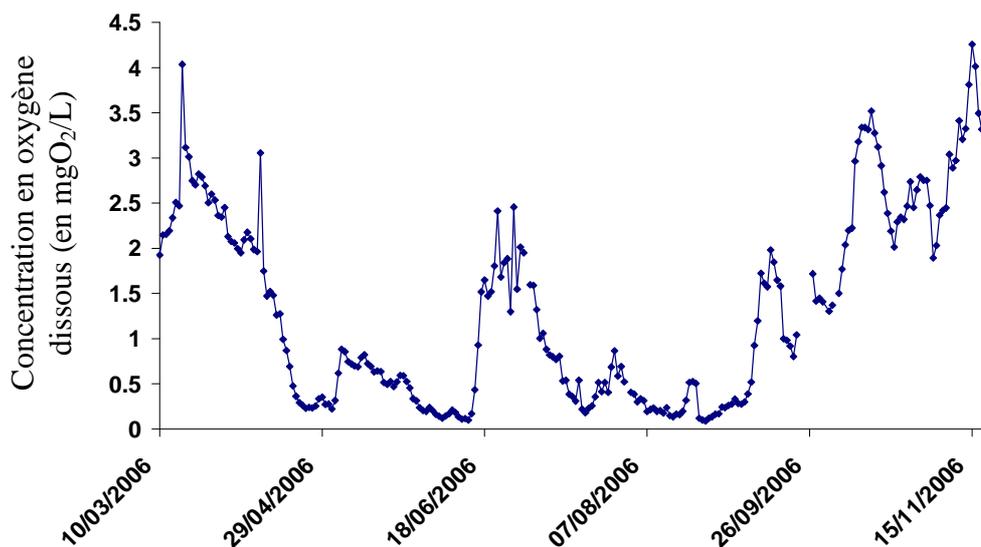


Figure 48 : Evolution de la concentration moyenne journalière en oxygène dissous dans le bassin d'aération de la station de Le Guilvinec, 2006

II.2.4. Efficacité épuratoire

En 2006, les concentrations en DCO sont toutes inférieures ou égales à 60 mg/L et généralement inférieures ou égales à 30 mg/L. En 2007, les concentrations en DCO dépassent parfois les 60 mg/L pour atteindre même 114 mg/L le 15 avril 2007. Ces concentrations élevées doivent probablement provenir de la nature un peu moins biodégradable des effluents de la conserverie de poissons. Hormis ces « accidents », les résultats restent tout de même, de manière générale, très bons.

Les concentrations en phosphore dans le perméat sont inférieures à 2 mg/L en 2006 ce qui est aussi généralement le cas en 2007 à l'exception de certaines valeurs à presque 8 mg/L. Comme vu précédemment, l'influent est proportionnellement plus chargé en phosphore en 2007 qu'en 2006 ce qui peut expliquer ces résultats.

Comme pour la DCO et le phosphore, les concentrations en ion ammonium sont également moins satisfaisantes en 2007. Ainsi, elles ne dépassent pas 2 mgN/L en 2006 mais atteignent pour certaines mesures 40 voire 50 mgN/L en 2007. Par contre, les concentrations en nitrate/nitrite varient entre 3 et 7 mgN/L dans les deux cas.

L'efficacité épuratoire du bioréacteur à membranes de Le Guilvinec pour les années 2006 et 2007 est reportée dans les Tableaux 30 et 31. Les rendements d'élimination de la DCO, de

l'azote global et du phosphore sont très bons pour les deux années. Il est à noter que contrairement à ce qu'on pourrait déduire des propos précédents (concentrations de sortie plus élevées en 2006), les rendements sur la DCO et le phosphore sont meilleurs en 2007 qu'en 2006. Ceci est dû au plus grand nombre d'analyses en 2007 dont les résultats sont très majoritairement excellents mais un peu moins bons pour certains échantillons.

Tableau 30 : Efficacité épuratoire de la station de Le Guilvinec, 2006 (du 26/01/2006 au 5/12/2006)

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO, entrée (g/m ³)	28	373	1178	736	220
DCO sortie (g/m ³)	28	30	58	33.2	7.2
Elimination DCO (%)	28	91.1	97.5	95.1	1.8
NGL, entrée (gN/m ³)	11	56	133	91	22
NGL, sortie (gN/m ³)	11	3.6	10.6	7.1	1.9
Elimination NGL (%)	11	87	95.9	92.2	3.1
PT, entrée (gP/m ³)	11	4.0	12.2	9.3	2.9
PT, sortie (gP/m ³)	11	0.3	2	0.8	0.5
Elimination PT (%)	11	82.1	95.4	91.1	4.0

Tableau 31 : Efficacité épuratoire de la station de Le Guilvinec, 2007 (du 01/01/2007 au 02/01/2008)

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO, entrée (g/m ³)	164	168	2060	582	286
DCO sortie (g/m ³)	164	30	114	38.1	15.2
Elimination DCO (%)	164	96	99	98	1.3
NGL, entrée (gN/m ³)	37	26.6	132	64.0	24.8
NGL, sortie (gN/m ³)	37	2.6	10.6	4.3	2.0
Elimination NGL (%)	37	82.8	97.2	93.0	3.4
PT, entrée (gP/m ³)	36	3.3	16.7	9.0	3.8
PT, sortie (gP/m ³)	36	0.5	8.0	2.0	1.9
Elimination PT (%)	36	60.3	96.3	85.8	9.1

II.3. Propriétés de la filtration

La méthode de calcul de la vitesse de colmatage utilisée sur la station de Guéthary n'a pas pu être appliquée au bioréacteur à membranes de Le Guilvinec. La station est équipée de membranes planes, les cycles de filtration ne sont pas entrecoupés de rétrolavages mais uniquement de périodes de relaxation et ceux-ci sont de longueurs diverses. Cependant, l'évolution des perméabilités membranaires renseignent sur l'historique des membranes.

Ainsi, on peut observer sur la Figure 49 une perte de perméabilité au début de l'année 2006 pour les membranes du compartiment membranaire n°1. Cette diminution est de l'ordre de 0.59 LMH/bar.j en moyenne. On distingue deux phases dans cette altération des capacités de filtration des membranes, la seconde étant plus rapide que la première à 0.68 LMH/bar.j (du 29 mars au 28 août 2006) contre 0.36 LMH/bar.j pour la période entre le 1^{er} janvier et le 28 mars 2006.

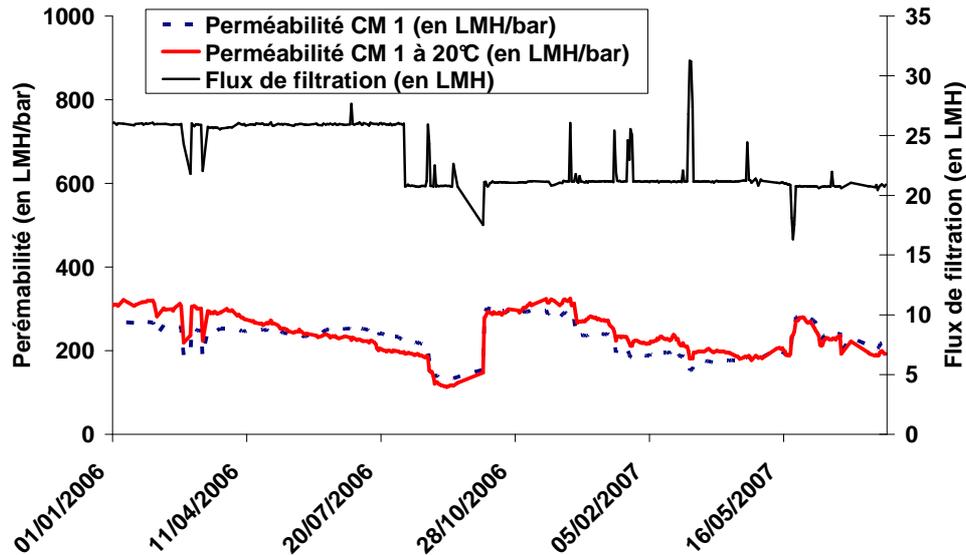


Figure 49 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°1 de la station de Le Guilvinec

Les Figure 50 et Figure 51 illustrent des pertes de perméabilité en deux étapes pour les compartiments membranaires n°2 et 3 également, les valeurs moyennes de ces diminutions sont rassemblées dans le Tableau 32. Les coefficients de corrélations des droites de régression effectuées pour calculer les chutes de perméabilité confirment la forme un peu chaotique de la baisse jusqu'au 28 mars et la linéarité de la perte de perméabilité ensuite.

Tableau 32 : Pertes de perméabilité et coefficient de corrélation R^2 des droites de régression pour les trois compartiments membranaires de la station de Le Guilvinec, du 1/01 au 24/08/06

Perte de perméabilité (en LMH/bar.j)	Période		
	du 1/01 au 28/03	du 28/03 au 24/08	du 1/01 au 24/08
CM n°1	0.36 ($R^2 = 0.16$)	0.68 ($R^2 = 0.97$)	0.59 ($R^2 = 0.91$)
CM n°2	0.31 ($R^2 = 0.83$)	0.68 ($R^2 = 0.87$)	0.42 ($R^2 = 0.82$)
CM n°3	0.18 ($R^2 = 0.64$)	0.76 ($R^2 = 0.86$)	0.56 ($R^2 = 0.88$)

Les débits de filtration ont été réduits de 50 m³/h à 40 m³/h au début du mois d'août 2006 mais sans permettre une amélioration de la perméabilité, laquelle a continué à chuter. Les membranes ont alors été lavées chimiquement par rétrolavages à l'hypochlorite de sodium et à l'acide citrique, le 4/10/2006 pour le compartiment membranaire n°1, le 12/09/2006 pour le n°2 et les 28, 29 et 30/08/2006 pour le n°3. A chaque fois, on observe une hausse significative de la perméabilité.

La dernière des figures de cette série, la Figure 52, rassemble l'évolution des perméabilités des trois compartiments membranaires dans un but de comparaison. On peut alors remarquer que la perméabilité des membranes du compartiment n°2 est toujours supérieure aux deux autres. D'octobre à novembre, la perméabilité dans ce compartiment a atteint de très fortes valeurs, bien supérieures à celles observées sur les deux autres compartiments du fait d'un rétrolavage chimique le 4/10/06.

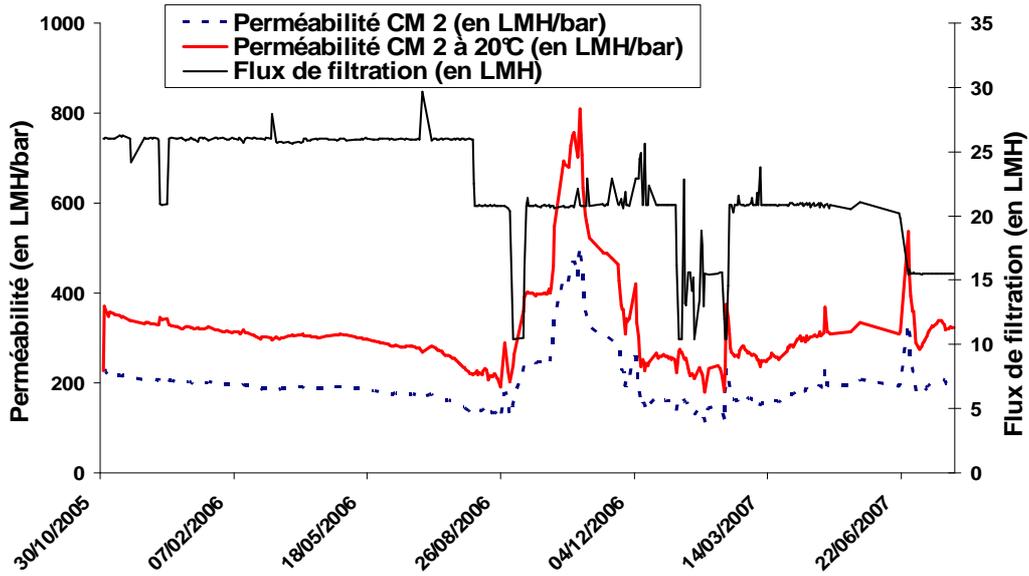


Figure 50 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°2 de la station de Le Guilvinec

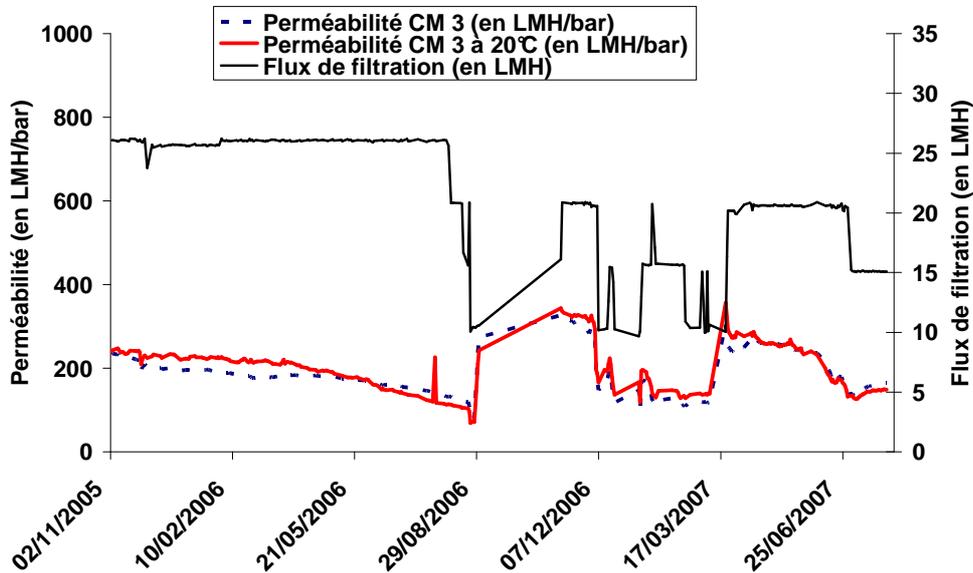


Figure 51 : Evolution de la perméabilité des membranes du compartiment membranaire n°3 de la station de Le Guilvinec

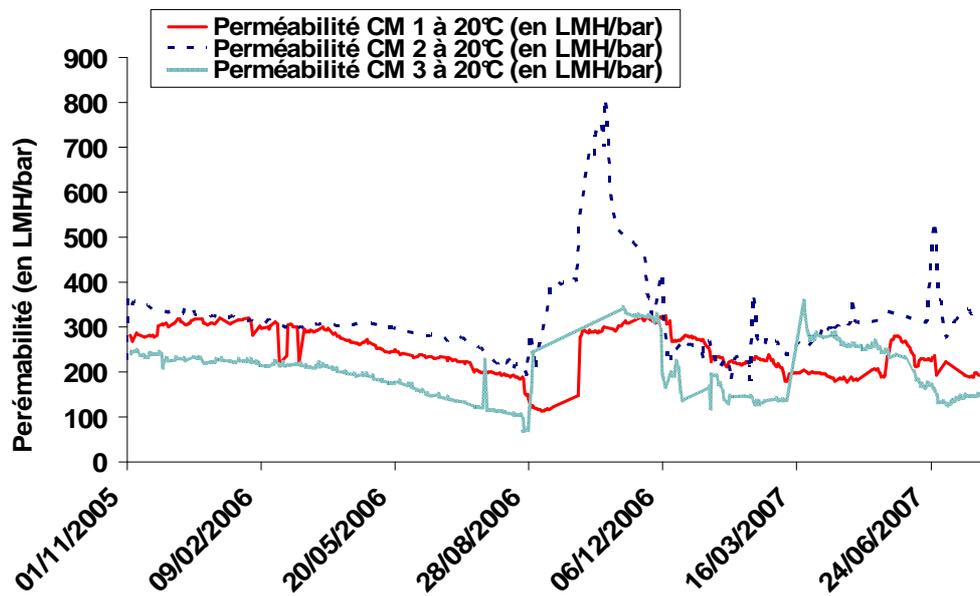


Figure 52 : Evolution de la perméabilité des membranes des trois compartiments membranaires de la station de Le Guilvinec

III - Station de Grasse

III.1. Programme d'étude

La charge organique admise sur la station est de l'ordre de 40% de la capacité nominale en temps sec de même pour la charge volumique (1590 m³/j avec des pics à 3600 m³/j soit 90% de la charge nominale temps sec). Cette situation a autorisé des modifications dans la gestion de la station pendant la phase d'étude. Ainsi, une des deux files a été stoppée pendant 2 mois et l'ensemble du flux a été admis sur un seul des deux bassins d'aération créant sur le compartiment biologique des conditions proches du fonctionnement nominal. A cette occasion il a été possible de vider totalement un des 2 bassins d'aération et de le remplir en eau claire pour réaliser une mesure de transfert d'oxygène. Le Tableau 33 de la page suivante résume les principaux événements survenus sur la station de Grasse.

Tableau 33 : Chronologie des interventions du Cemagref et des événements sur la station de Grasse

Date	Événement
avant mai 2007	Fonctionnement de la station sur 2 files en parallèle
mai et juin 2007	Fonctionnement de la station sur 1 seule file (file 2)
21 au 25/05/07	1 ^{ère} visite du Cemagref Installation du matériel - Prise en main de la station Prélèvements divers
23/05/07	1 ^{er} échantillon moyen 24h entrée/sortie
28/05/07	1 ^{er} envoi de colis Analyse des boues Echantillon moyen 24h entrée/sortie
11 au 15/06/07	2 ^{ième} visite du Cemagref 2 Echantillons moyens 24h entrée/sortie Prélèvements divers
13/06/2007	Campagne de calage n°1
2 au 6/07/07	Mesures de transfert d'oxygène en eau claire (file 1) et en boue (file 1 et 2) Remise en route de la file 1
4/09/07	13 ^{ième} et dernier envoi de colis
17 au 21/09/07	3 ^{ième} visite du Cemagref Démontage du matériel 3 Echantillons moyens 24h entrée/sortie Prélèvements divers
19/09/2007	Campagne de calage n°2
après le 6 juillet 2007	Fonctionnement de la station sur 2 files en parallèle concentration en boue stabilisée

III.2. Analyse du procédé

III.2.1. Charge entrante sur la station

A l'exception de quelques pics autour de 2000 m³/j, la charge hydraulique reste relativement constante tout au long de l'étude comme le montre la Figure 53. Cette figure présente également les évolutions de la concentration moyenne journalière en DCO et du flux entrant en DCO et de même que pour la charge hydraulique, ceux-ci ne varient que peu durant l'étude. Les impacts des weekends touristiques du 14 juillet et du 15 août ne sont d'ailleurs pas visibles.

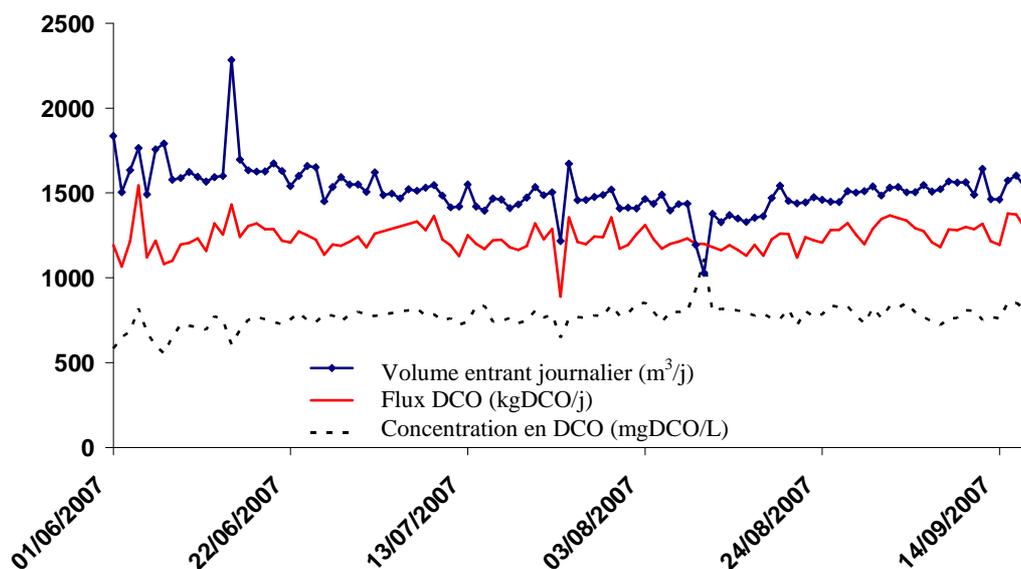


Figure 53 : Flux entrant sur la station de Grasse, juin à septembre 2007

Le Tableau 34 montre les résultats des échantillons moyens 24h qui ont été effectués et analysés par le Cemagref pendant la période d'étude de la station de Grasse. Les concentrations moyennes sont conformes à celles observées habituellement sur les stations d'épuration françaises.

Tableau 34 : Paramètres en entrée de la station de Grasse, du 1/06/2007 au 14/09/07

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO (g/m ³)	17	640	970	772	78
DBO ₅ (g/m ³)	8	234	497	344	81
MES (g/m ³)	18	312	534	415	59
NTK (gN/m ³)	16	67.2	120.4	83.2	16.3
NH ₄ (gN/m ³)	16	41.4	91.1	52.5	11.7
PT (gP/m ³)	8	9.5	15.9	12.3	2.2
Débit (m ³ /j)	110	1028	2284	1514	135
DCO/DBO ₅	8	1.73	2.94	2.43	0.41
% MVS	18	84.4	89.2	87.1	1.6
DCO/NTK	17	5.9	12.2	9.6	1.7
DCO/P	8	56.6	82.1	64.7	9.8

Le ratio DCO/DBO₅ est d'environ 2.4, les eaux usées présentent alors une bonne biodégradabilité. Les écarts types montrent une assez grande variabilité pour les ratios DCO/N et DCO/P, toutefois les moyennes restent classiques pour des Eaux Résiduaires Urbaines (ERU) françaises.

III.2.2. Caractéristiques des boues

L'évolution de la concentration moyenne en MES dans le bassin n°2 ainsi que celle de la charge massique sont représentées sur la Figure 54. Les variations les plus marquées se situent au niveau du passage d'une à deux files. L'extraction des boues a été stoppée juste avant le passage à deux files afin de pouvoir remplir le bassin n°1. Après équilibrage des deux bassins, la concentration en MES a fortement baissé de 10 à 4 gMES/L. Cependant, la masse de boues dans le système a augmenté et donc la charge massique a diminué lors du passage à deux files.

Seules trois mesures du ratio $i_{CV} = MVS/MES$ ont été effectuées durant la période d'étude de la station, mais néanmoins, celles-ci sont constantes autour de 1.45 gDCO/gMVS (1.47, 1.42 et 1.46 sont les trois valeurs pour le 24 mai, le 13 juin et le 19 septembre 2007 respectivement). La valeur du ratio $i_{VT} = X_{DCO}/MVS$ est quant à elle proche de celle des boues de la station de Guéthary autour de 72 gMVS/gMES. Cependant, elle diminue légèrement au cours de l'étude en même temps que la hausse de l'âge des boues (la part de la fraction minérale augmentant avec l'âge des boues) pour atteindre 69 gMVS/gMES.

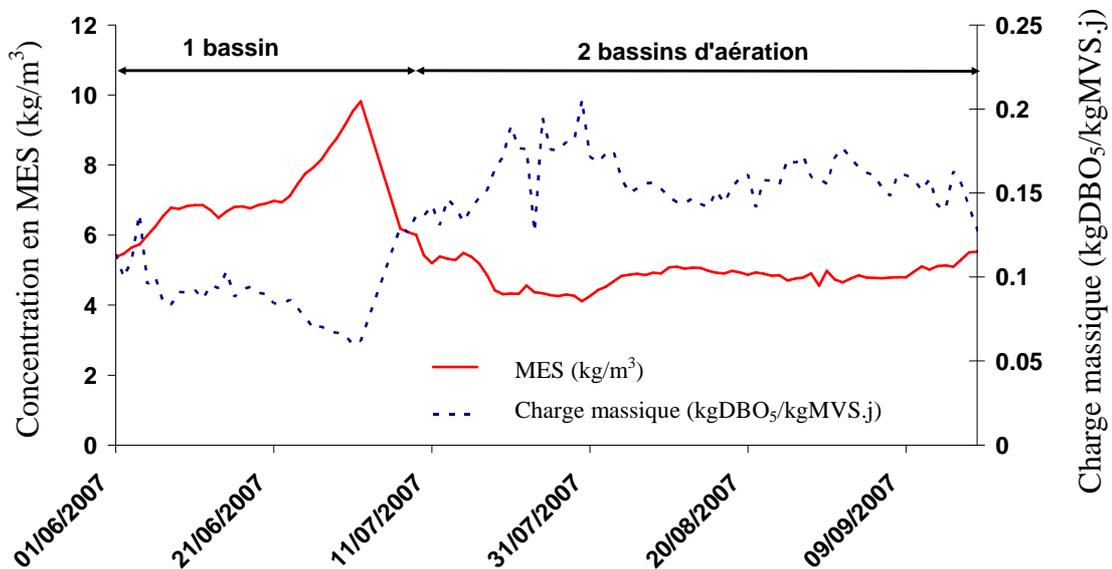


Figure 54 : Charge massique et concentration en MES dans le bioréacteur de la station de Grasse

La production de boues est de l'ordre de 0.3 kgMES/kgDCOéliminé, incluant les boues physicochimiques (environ 80 kg/j) dues au traitement du phosphore par chlorure ferrique. Lorsque la station fonctionne à une seule file, les âges de boues varient légèrement autour de 15 jours cependant, une fois le bassin n°1 remis en boue, ceux-ci augmentent pour se stabiliser à 25 jours environ. L'âge des boues et la charge massique ont une évolution

identique mais inversée, car, comme la quantité de boues extraites est difficilement quantifiable (voir Partie II « Matériels et méthodes », I.4.3.), le calcul de l'âge des boues est effectué à partir de la production de boues moyenne et de la charge organique entrante.

III.2.3. Hydraulique de la station – Concentration en oxygène

Les bassins d'aération ne possèdent pas d'agitateurs car les exigences de traitement portent uniquement sur la nitrification et non la dénitrification. Lors des phases d'arrêt de l'aération, la boue décante partiellement et la concentration en MES dans le bassin n'est donc plus homogène. Par contre, lorsque les surpresseurs fines bulles sont en fonctionnement, le bassin peut être considéré comme un réacteur parfaitement agité.

La Figure 55 représente le profil de la concentration moyenne en oxygène dissous pour la période d'étude du procédé de la station de Grasse. Le calcul de cette concentration moyenne a été effectué à partir des données de l'oxymètre pendant les phases d'aération. L'oxygène dissous atteint facilement des concentrations assez élevées autour de 2 mgO₂/L en moyenne avec une file et 5 mgO₂/L lorsque les deux files sont en fonctionnement.

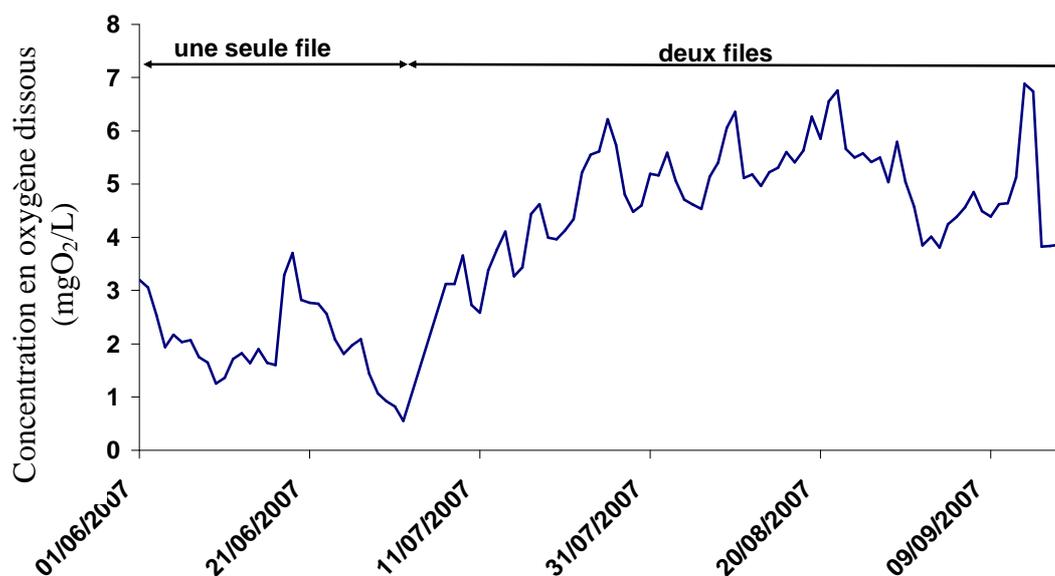


Figure 55 : Evolution de la concentration moyenne en oxygène dissous dans le bassin d'aération n°2 de la station de Grasse

III.2.4. Efficacité épuratoire

Les concentrations en DCO dans l'eau de sortie sont très faibles (généralement inférieures à 30 mg/L) et les concentrations en phosphate et phosphore total inférieurs à 2 mgP/L.

Les concentrations en ions ammonium et azote Kjeldahl sont très faibles dans le perméat de la station de Grasse. Les concentrations en nitrite sont inférieures à 1 mgN/L et n'ont donc pas été différenciées des concentrations en nitrate. Malgré la sous-charge, les concentrations en NOx commencent à des valeurs plutôt faibles autour de 5 mgN/L. Le cahier des charges n'exigeant pas de dénitrification, ces concentrations augmentent ensuite jusqu'à atteindre des valeurs de plus de 50 mgN/L en juillet, valeurs classiques pour des stations effectuant la

nitrification seule. Pendant cette période, l'aération fonctionnait une grande partie de la journée (20h par jour) ne permettant pas la dénitrification des nitrates. L'aération étant un poste très important de consommation électrique, cette stratégie diminue fortement l'efficacité énergétique. Après ajustements (réduction du temps d'aération à moins de 15h par jour), les concentrations en nitrates ont diminuées pour atteindre des valeurs plus conformes, entre 10 et 20 mgN/L.

Le Tableau 35 résume les résultats de l'efficacité épuratoire de la station de Grasse. Cette dernière est donc excellente pour la DCO (97%) et le phosphore (93%). Le cahier des charges n'exigeant pas de dénitrification, l'azote global n'est éliminé qu'à hauteur de 66% en moyenne et le rendement oscille entre de très faibles valeurs 32% et des valeurs plus correctes à 88%. Néanmoins, en fonctionnement optimisé, il est possible d'atteindre un rendement de 90% sur l'azote global sur une installation pourtant non conçue pour effectuer la dénitrification des nitrates.

Tableau 35 : Efficacité épuratoire de la station de Grasse

Paramètre	Nombre d'échantillons moyens 24h	Minimum	Maximum	Moyenne	Ecart type
DCO, entrée (g/m ³)	17	640	970	772	78
DCO sortie (g/m ³)	12	9.2	45	23.8	11.7
Elimination DCO (%)	12	93.0	99.0	97.2	1.8
NGL, entrée (gN/m ³)	16	67.2	120.4	83.2	16.3
NGL, sortie (gN/m ³)	14	5.4	56.2	33.7	12.9
Elimination NGL (%)	14	31.9	88.3	65.9	17.2
PT, entrée (gP/m ³)	8	9.5	15.9	12.3	2.2
PT, sortie (gP/m ³)	8	0.5	1.9	0.9	0.5
Elimination PT (%)	8	87.3	95.2	92.8	2.7

III.3. Propriétés de la filtration

La station de Grasse possède quatre compartiments membranaires avec mesures indépendantes de la pression transmembranaire pour chaque compartiment. Toutefois, les évolutions des caractéristiques de la filtration sont similaires pour les quatre racks de membranes et c'est la raison pour laquelle les caractéristiques de la filtration ont été suivies uniquement sur le compartiment n°4 (le plus instrumenté).

En raison d'un programme R&D d'optimisation des coûts d'exploitation, mené conjointement par l'exploitant (LDE) et Degrémont, l'installation de Grasse a subi des modifications de conduite pendant la période de suivi (passage sur une seule ligne et variation du débit d'air des membranes). Les évolutions des moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage sont rapportées pour une année entière sur la Figure 56.

Tout d'abord, les membranes ont été lavées chimiquement le 23 novembre 2006 puis à la même période (plus exactement le 27 novembre 2006), l'aération décolmatante a été réduite, passant de 0.27 à 0.18 Nm³/h.m². Ainsi, on observe sur la Figure 56 une augmentation rapide

de la vitesse de colmatage (jusqu'à 5.10^{11} 1/m.j) pour quelques jours avant de se stabiliser autour de 2.10^{11} 1/m.j. Le lavage chimique a éliminé le colmatage organique et inorganique et ainsi, a augmenté le potentiel des membranes à colmater. En effet, l'expulsion des particules adsorbées sur les membranes par le lavage chimique conduit à augmenter les espaces disponibles pour le dépôt de nouveaux composés colmatants. Par conséquent, la vitesse de colmatage est augmentée (étape du colmatage initial, voir la Partie I « Synthèse bibliographique », II.2.) tout comme Zhang *et al.* (2006) avaient observé une hausse subite de la PTM en début de filtration. A la suite de cette augmentation de la vitesse de colmatage, un régime permanent est atteint. La vitesse de colmatage et la perméabilité demeurent stables pour un mois environ (jusqu'au début de l'année 2007) et ensuite, les capacités de filtration se dégradent progressivement (hausse de la vitesse de colmatage et diminution de la perméabilité). La diminution d'1/3 de l'intensité de l'aération par grosses bulles le 27 novembre 2006 doit vraisemblablement avoir une influence sur cette baisse des capacités de filtration car les matières colmatantes se déposent plus vite du fait d'un taux de cisaillement moins important.

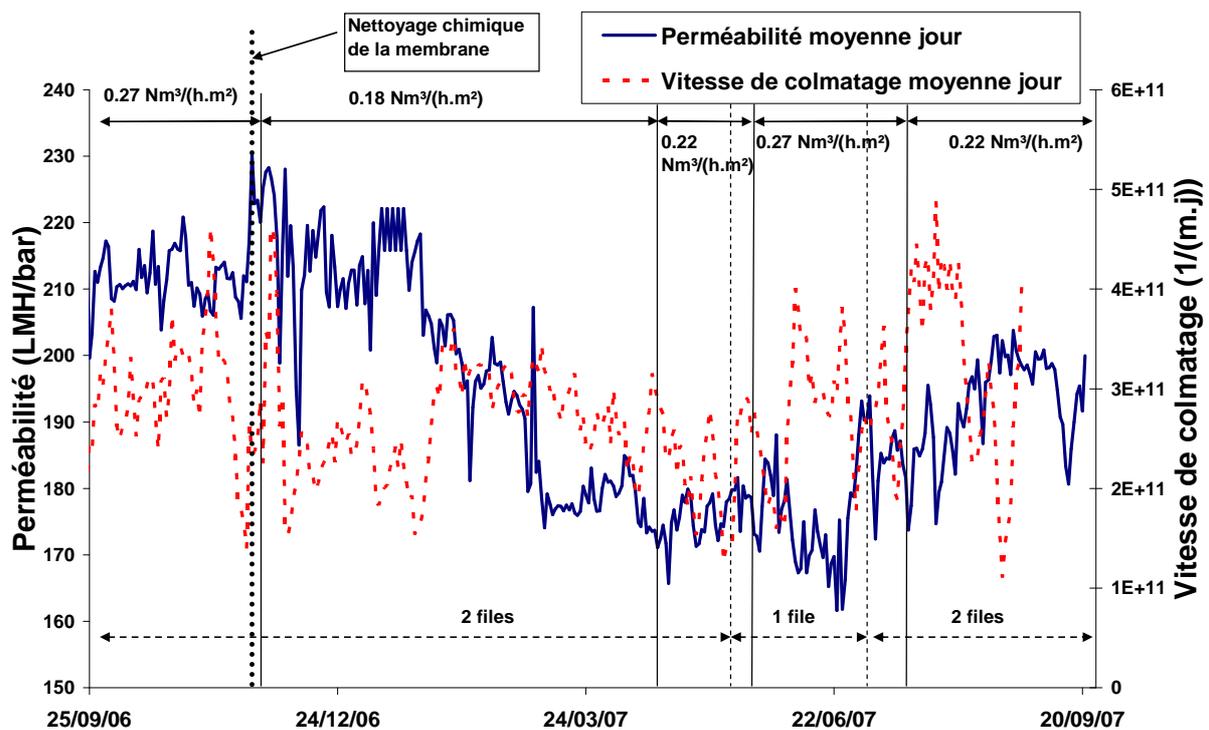


Figure 56 : Evolution des moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage de la station de Grasse sur une année

La perte de perméabilité se poursuit pendant toute la période entre le nettoyage chimique de la membrane le 27/11/06 et l'augmentation de l'intensité de l'aération par grosses bulles le 20/04/07. Cette diminution est de 0.36 LMH/bar en moyenne ce qui est deux fois plus rapide que celle observée sur le bioréacteur à membranes de Guéthary sur les quatre mois de l'été 2006. Au cours de cette baisse de la perméabilité, la vitesse moyenne de colmatage commence par augmenter puis elle diminue légèrement. Cette baisse simultanée avec celle de

la perméabilité peut s'expliquer par le potentiel de la membrane à se colmater. La diminution de la perméabilité est la conséquence de l'adsorption de particules sur la membrane et le développement du biofilm. Toutefois, plus la membrane est colmatée et plus le nombre d'espaces sur la membrane (ainsi que de pores) disponibles pour l'adsorption de nouvelles particules se restreint. La répercussion de ce phénomène sur la vitesse moyenne de colmatage doit vraisemblablement se traduire par une baisse de cette dernière.

Le 20 avril 2007, l'aération décolmatante a été augmentée à $0.22 \text{ Nm}^3/\text{h.m}^2$ stoppant la diminution de la perméabilité pour quelques temps. Le 16 mai, le bassin d'aération n°1 a été arrêté et le 23 mai l'aération membranaire est passée de 0.22 à $0.27 \text{ Nm}^3/\text{h.m}^2$. Pendant la période de fonctionnement à une seule file, la perméabilité moyenne journalière connaît une nouvelle baisse qui se termine à la fin du mois de juin. Du 23 juin au 4 juillet 2007, l'extraction des boues a été stoppée afin d'augmenter la concentration en MES des boues avant le remplissage du bassin d'aération n°1 stoppé jusque là. La hausse de la concentration en MES se fait simultanément avec celle de la perméabilité. Cette dernière se poursuit après la remise en route de la file n°1 (le 4 juillet 2007) jusqu'à la fin du mois d'août malgré la diminution du débit d'aération des membranes le 18/07/2007 (de 0.27 à $0.22 \text{ Nm}^3/\text{h.m}^2$). Cette baisse se répercute néanmoins sur la vitesse de colmatage moyenne car celle-ci atteint 4.10^{11} 1/m.j pendant environ deux semaines.

IV - Comparaison des stations

IV.1. Comparaison des procédés

Les stations suivies pour cette étude ont toutes de très bonnes efficacités épuratoires pour la pollution carbonée. Par contre, les résultats sur l'azote montrent que la gestion de l'aération n'est pas aisée et pourtant primordiale. Cependant, le suivi a montré que les procédés étaient capables d'obtenir des concentrations en ion ammonium et en nitrate dans le perméat très faibles quelle que soit la charge entrante. Cet exemple montre la complexité de la gestion des bioréacteurs à membranes. La modélisation peut être un outil d'aide à la conduite du procédé puisqu'elle permet la détermination des paramètres de fonctionnement optimaux (temps d'aération, recirculation, ...) pour des conditions données (charges organique et hydraulique, température, ...).

A propos du lavage des membranes, celui-ci s'effectue bien plus facilement dans le cas des stations qui possèdent des bassins dédiés aux membranes (Le Guilvinec et Grasse). Les membranes planes semblent nécessiter un peu moins de lavages chimiques que les membranes à fibres creuses puisque celles du BAM de Le Guilvinec ont fonctionné pendant un an et demi sans avoir été lavées. Toutefois, il faut aussi nuancer par le fait que la charge sur la station de Le Guilvinec est très inférieure à la charge nominale et donc les membranes ne fonctionnent pas à plein régime contrairement aux deux autres bioréacteurs à membranes à fibres creuses.

IV.2. Comparaison du fonctionnement des bioréacteurs à membranes

Les charges organiques et hydrauliques diffèrent sur les trois stations. En effet, celles en entrée des stations de Le Guilvinec et de Grasse sont stables, quoique très faibles pour la première. Par contre, pour la station de Guéthary, la charge connaît une hausse importante durant l'été et plus particulièrement pour les weekends du 14 juillet, 1^{er} et 15 août sans avoir d'impact sur le fonctionnement de la station qui reste stabilisé.

Les ratios dans les eaux résiduaires urbaines en entrée des stations se situent dans les moyennes nationales, par contre, ils se distinguent par leur variabilité. Alors que ceux-ci sont très constants pour la station de Guéthary, leurs variations sont modérées pour le BAM de Grasse et en revanche, assez importantes sur la station de Le Guilvinec.

Les âges des boues atteignent des valeurs très élevées pour le bioréacteur à membranes de Le Guilvinec minéralisant la boue et faisant diminuer le ratio MVS/MES. Le traitement du phosphore par précipitation avec du chlorure ferrique, $FeCl_3$, accentue cette baisse et il permet également d'expliquer la valeur de production de boues à 0.35 kgMES/kgDCO éliminée.

Malgré les différences au niveau de leur fonctionnement, les trois BAM ont des productions de boues en MVS très similaires à 0.24 kgMVS/kgDCO éliminée environ. Par exemple, si on

compare les productions de boues en MES des systèmes de Guéthary et Grasse, elles sont du même ordre en dépit d'une précipitation du phosphore par chlorure ferrique et d'âges de boues plus faibles pour la station de Grasse.

Les choix de gestion sont différents selon les stations puisque les concentrations en MES dans les bassins d'aération sont similaires pour les BAM de Guéthary et Le Guilvinec, c'est à dire autour de 8 gMES/L alors qu'elles sont plus faibles pour la station de Grasse à 4 gMES/L en régime stabilisé à deux files (à partir du mois de septembre 2007). Cette concentration a été choisie afin d'améliorer le transfert d'oxygène dans le but d'optimiser les consommations énergétiques.

Les membranes planes se différencient des membranes à fibres creuses par les propriétés de la filtration. La perméabilité des premières sur la station de Le Guilvinec présente de fortes variations puisqu'elle commence à 300 LMH/bar et diminue jusqu'à des valeurs de 100 LMH/bar. Par contre, les perméabilités des membranes des bioréacteurs de Guéthary et de Grasse ont des valeurs plus faibles mais moins variables aux alentours de 220 LMH/bar au maximum et des minimums à 170 LMH/bar.

L'évolution de la perméabilité ainsi que celle de la vitesse de colmatage moyenne sont bien plus linéaires sur la station de Guéthary que sur celle de Grasse. Aucun nettoyage, aucun changement de débit d'aération grosses bulles ou modification significative des paramètres de la filtration n'a été effectué sur le BAM de Guéthary et le précédent lavage manuel et chimique a été réalisé en février 2006. Cependant, les vitesses de colmatage sont supérieures pour la station de Guéthary à 10^{12} 1/m.j contre 3.10^{11} 1/m.j en moyenne pour le bioréacteur à membranes de Grasse. Ces différences peuvent provenir du mode de calcul des vitesses de colmatage. Celles-ci sont des moyennes journalières de chaque pente des droites de régression des cycles de filtration. Or, ceux-ci n'ont pas une forme purement linéaire puisque leur pente diminue au cours du temps. Cependant, des méthodes testées (Annexe n°4), c'est celle qui fournissait les résultats les plus satisfaisants. Plus la durée du cycle de filtration est longue et plus la pente de la droite de régression sera faible. Les cycles sur les stations de Guéthary et Grasse diffèrent justement par leur durée (10 et 13 minutes respectivement) ce qui pourrait expliquer les plus faibles vitesses observées sur la station de Grasse. Par ailleurs, l'ajout de sulfate de fer aurait des propriétés anti-colmatantes comme l'ont montré Koseoglu *et al.* (2008). Si on compare avec des études récentes sur le colmatage, par exemple, les travaux de Wu *et al.* (2008) et Yigit *et al.* (2008), ces derniers présentent des valeurs de vitesses de colmatage bien plus élevées (entre 5.10^{11} et 10^{14} 1/m.j). Mais ces résultats ont été obtenus sur installations pilotes et pour Yigit *et al.* (2008), ces valeurs proviennent d'une vitesse de colmatage instantanée qui a été estimée en début de filtration.

Ces problèmes sont aussi abordés dans la dernière partie de ce manuscrit lorsque la vitesse de colmatage et la perméabilité seront comparées aux conditions opératoires et propriétés des boues des BAM pour les stations de Guéthary et de Grasse.

IV.3. Comparaison des stations dans un but de modélisation

Les stations d'épuration sont plus ou moins facilement modélisables selon leurs particularités et les données qui sont disponibles.

Bien que les données récupérées sur chaque station représentent une masse d'information très importante, elles sont plus complètes pour la station de Guéthary car les membranes sont immergées dans le bassin d'aération. Le nombre de bassins à instrumenter a donc été limité en comparaison des deux autres stations. Toutefois, la complexité de l'aération (double système pour les besoins biologiques et système de décolmatage des membranes) et de l'hydrodynamique du bassin d'aération rendent la modélisation plus délicate. De plus, la concentration en oxygène dissous constatée en été avec les réglages imposés y est plutôt faible conduisant à une nitrification/dénitrification simultanée. La zone d'anoxie de la station de Guéthary reçoit peu de nitrates et fonctionne ainsi à la frontière entre anoxie et anaérobie compliquant le travail de modélisation.

La station de Le Guilvinec, quant à elle, est soumise à une forte sous-charge et d'autre part les bâchées du Lypocycle[®] ou les apports de lixiviats ne peuvent correctement être quantifiés (pollution et de volume) du fait de la configuration du système.

Le BAM de Grasse a fait l'objet d'un suivi expérimental par la société Degrémont engendrant un fonctionnement non stabilisé (mais avec une qualité d'eau de sortie toujours respectueuse du cahier des charges). Entre autres interventions, le bassin d'aération de la file n°1 a été arrêté puis redémarré. Aussi, l'absence d'agitateurs dans les bassins d'aération posent des problèmes au niveau hydrodynamique et également pour le calcul des conditions opératoires telles que la production de boues (voir Partie II « Matériels et méthodes » 1.4.3.). La station est aussi très automatisée complexifiant les bilans hydrauliques et donc la modélisation car la plupart des pompes sont à débits variables asservis à d'autres mesures. Par exemple, les débits de filtrations et le nombre de cellules en filtration varient en continu en fonction du débit d'entrée et les débits de rétrolavages sont fonctions des derniers débits de filtration enregistrés.

Toutes ces particularités des trois sites étudiés apparaissent comme des obstacles au travail de modélisation. Cependant, elles apportent aussi un intérêt supplémentaire à celui-ci. Toutefois, dans un premier temps, il a fallu effectuer un choix afin de tester la méthodologie de calage du modèle sur la station qui présentait le moins de contraintes pour ensuite pouvoir, dans un travail futur, l'appliquer sur les autres stations.

Partie n°4 :
Calage du modèle ASM1
pour la station de Guéthary

Nous venons de discuter des avantages et inconvénients de chaque station. Les objectifs de ce travail incluaient l'évaluation de la capacité du modèle ASM1 à simuler un bioréacteur à membranes et la définition des modifications à apporter au protocole de calage. Ainsi, il a fallu effectuer un choix entre les trois stations pour tester l'approche choisie. Le bioréacteur à membranes de Guéthary a été retenu pour trois principales raisons :

- La station de Guéthary permettait un accès aux données les plus complètes (car un seul bassin à instrumenter)
- Celles-ci ont été les premières à être disponibles dans leur totalité
- Les inconvénients des deux autres stations étaient *a priori* plus contraignants pour une première approche

Cette quatrième partie aborde le calage du modèle ASM1 pour cette station, les difficultés rencontrées et les particularités de la modélisation des bioréacteurs à membranes.

I - Calage du modèle ASM1

I.1. Etape 1 : Initialisation du modèle et analyse de sensibilité

L'étape d'initialisation du modèle est primordiale afin de déterminer l'état du système au début de l'étude, elle a été effectuée à partir des données moyennes de la période de calage du mois de juillet 2006. Les débits d'entrée, de filtration et d'extraction de boues, les concentrations d'entrée sont constantes alors que le débit de recirculation et l'aération fonctionnent de manière alternée comme au cours d'une journée normale. Les simulations sont opérées sur 200 jours (une journée répétée 200 fois) afin d'atteindre un régime permanent ou plutôt pseudo-permanent car les variables du système varient légèrement au cours de la journée.

Les résultats de l'analyse de sensibilité réalisée avec le modèle de la station de Guéthary sont reportés dans le Tableau 36. Les simulations ont été effectuées sur la même base que pour l'initialisation du modèle mais sur 100 jours uniquement (ce qui est supérieur à l'âge des boues qui est de 60 jours). Les paramètres d'entrée (lignes du Tableau 36) ont subi une augmentation $\Delta\theta$ de 1% et l'influence sur les variables de sortie du modèle (colonnes du Tableau 36) a ainsi été testée. Cette influence, également appelée variation relative δ , est calculée selon l'équation :

$$\delta_{i,j} = \frac{\theta_i}{y_j(\theta_i)} \frac{y_j(\theta_i) - y_j(\theta_i + \Delta\theta_i)}{\Delta\theta_i} \quad (4.39)$$

Avec :

$\delta_{i,j}$: Variation relative du paramètre θ_i sur la donnée de sortie $y_j(\theta_i)$ (en %)

θ_i : Paramètre i

$y_j(\theta_i)$: Donnée de sortie j

$\Delta\theta_i$: Perturbation sur le paramètre i

Les variations relatives inférieures à 10% ont été éliminées du tableau pour plus de clarté. Les paramètres sont ordonnés selon leur influence pour les données d'entrée du modèle et selon leur réactivité pour les données de sortie. Les données d'entrée se classent en plusieurs catégories : celles qui concernent l'eau d'entrée ($(S_S + S_I)/DCO_{totale}$ et $(S_S + X_S)/DCO_{totale}$), l'aération (k_{LA}), les paramètres cinétiques (μ_H , b_H , μ_A , b_A , K_{OH} , K_{OA} , K_{NH} , K_{NO} , k_h , k_a et K_X) et les paramètres stœchiométriques (i_{XB} , i_{CV} , f_P , Y_H , Y_A et Y_{Hanox} , valeur en période anoxie de Y_H).

On observe des influences très importantes pour de nombreux paramètres, notamment les concentrations dans le perméat en ammoniacque et nitrate, la concentration en oxygène dissous dans le bassin d'aération ou encore les concentrations en population bactérienne autotrophe et hétérotrophe. Une sensibilité supérieure à 100% est considérée comme importante, et dans le cas du bioréacteur de Guéthary, certaines sensibilités dépassent 1000%. Ceci montre une grande sensibilité du système, notamment parce que les âges de boues y sont importants.

Tableau 36 : Analyse de sensibilité pour la station de Guéthary

Rang		NH ₄ ⁺ perméat	OD BA*	NOx perméat	X _{BA} BA*	X _{BH} BA*	DCO perméat	MVS ZA*	MVS BA*	MES ZA*	MES BA*
1	b _A	3516%	-62%	707%	-2657%	61%	-52%	-17%	-17%	-12%	-13%
2	μ _A	-2357%	1245%	-620%	19%	-43%	48%		-15%		-14%
3	(S _S + X _S)/DCO _{totale}	744%	-400%	-299%		90%	-59%	-107%	-113%	-83%	-89%
4	k _{LA}	-675%	653%	254%	16%		-19%				
5	Y _H	-447%	355%	-30%	-20%	216%		84%	84%	67%	66%
6	Y _A	480%	-253%	-161%	114%	27%	14%				
7	K _H	406%	-199%	-143%	15%	25%	13%				
8	K _{NO}	343%	-229%	-100%	14%	23%	11%				
9	μ _H	319%	-204%	-125%		18%					
10	K _{OA}	294%	-184%	-69%	12%	21%					
11	f _P	-243%	111%	74%	-12%	-31%		23%	22%	18%	18%
12	K _{NH}	-245%	154%	94%		-19%					
13	i _{XB}	-234%	153%	40%	-26%	-16%					
14	K _X	-237%	111%	58%		-15%					
15	Y _{Hanox}	162%	-137%	58%	14%	67%		18%	17%	14%	13%
16	k _a	178%	-90%	-67%							
17	b _H	74%	-80%	-51%		-83%	21%				
18	(S _S + S _I)/DCO _{totale}	80%	-88%	-36%			50%	-13%	-13%	-10%	-11%
19	K _{OH}	-46%	-78%	-60%							
20	i _{CV}							-29%	-29%	-23%	-23%
21	K _S		-47%								
	Rang	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

* BA : Bassin d'Aération et ZA : Zone d'Anoxie

Conclusions pour le calage :

Il semblerait que chaque paramètre ait une forte influence au sein du modèle mais il n'a pas été possible de tous les estimer, c'est pourquoi la valeur usuelle a été conservée pour certains d'entre eux. Le paramètre K_S n'intervient que pour la concentration en oxygène dissous (OD) et la valeur classique de 20 gDCO/m³ a été conservée. Le ratio i_{CV} n'a logiquement d'influence que sur les concentrations en MVS et en MES, cependant il a été déterminé du fait de l'importance de correctement simuler ces concentrations pour valider le fractionnement de la DCO.

La détermination des valeurs des paramètres de l'ammonification (k_H et K_X), de l'hydrolyse (k_A) et la fraction inerte de la biomasse (f_P) n'a pas été réalisée car celles-ci ne sont pas directement estimables et parce que les sensibilités des données de sortie du modèle à ces paramètres n'étaient pas parmi les plus élevées. Les rendements hétérotrophe (Y_H) et autotrophe (Y_A) sont classés respectivement 5^{ème} et 6^{ème} de cette analyse de sensibilité. Toutefois, ces paramètres n'ont pu être estimés sur le site de Guéthary et les valeurs par défaut de l'ASM1 ont alors été conservées. Les paramètres de la nitrification se retrouvent être les plus influents, c'est pourquoi la détermination du couple (μ_A , b_A) a été une étape importante de ce travail et elle est détaillée en 1.3.

I.2. Etape 2 : Fractionnement des eaux usées

I.2.1. Détermination de la fraction soluble inerte

Au cours des 2 mois de suivi intensif de la station de Guéthary en 2006, 7 échantillons moyens 24h entrée et sortie ont été réalisés. La concentration en DCO en sortie de station représente 2.1% en moyenne de la concentration en DCO entrant sur la station. L'écart type est assez important (1.4%) mais il n'est pas surprenant du fait des faibles concentrations observées (entre 5 et 31 mgDCO/L) qui sont inférieures aux limites théoriques de signification des résultats des analyses (30 mgDCO/L).

I.2.2. Détermination de la fraction soluble

La fraction soluble inerte de la DCO des eaux usées S_I ayant été estimée, la fraction soluble biodégradable S_S peut être déterminée par soustraction en mesurant la fraction soluble de la DCO de l'eau d'entrée. Pour cela, les trois méthodes pour la répartition de la DCO des eaux usées entre fraction soluble et fraction particulaire détaillée dans la Partie II « Matériels et méthodes » (III.2.2.1.) ont été testées. Leurs résultats sont reportés dans le Tableau 37 suivant :

Tableau 37 : Fractions solubles de la DCO estimées par trois méthodes différentes

Techniques de séparation soluble/particulaire	Fraction soluble	Nombre d'échantillons
Filtration sur filtre à fibres de verre	39.7%	6
Filtration sur membrane de porosité 0.1 μm	30.6%	10
Coagulation-flocculation suivie d'une filtration sur membrane de porosité 0.1 μm	21.1%	7

Comparaison des résultats de fractions solubles :

Les seuils de coupure sont différents selon la technique utilisée. Ainsi, la séparation par filtre à fibres de verre présente le seuil de coupure le plus élevé laissant passer les colloïdes et elle présente logiquement la plus grande fraction soluble de la DCO. La méthode de coagulation-flocculation permet l'agrégation des colloïdes et donc d'abaisser le seuil de coupure de la séparation. La fraction la plus petite des colloïdes n'est pas retenue par la membrane de

dimension des pores de 0.1 μm mais après coagulation-flocculation préalable de l'échantillon, le filtrat est exempt de colloïdes et la fraction soluble diminue de presque 10%.

A partir de ces résultats, des tests de sensibilité ont été effectués afin de déterminer leur influence sur les résultats de simulation. Chaque fractionnement a donc été testé avec les données utilisées pour l'initialisation du modèle et avec un ratio $\text{DCO}_{\text{biodégradable}}/\text{DCO}_{\text{inerte}}$ constant et égal à 0.7.

Les résultats sont quasiment identiques pour les trois valeurs de fractionnement (Tableau 38). En effet, du fait des forts âges de boues (compris entre 20 et 60 jours), l'impact de la différenciation entre soluble et particulaire est peu importante car l'hydrolyse de X_S en S_S est une étape qui a moins d'importance que pour les systèmes à âges de boues plus faibles, ceci est confirmé par les faibles concentrations en X_S observées dans la boue (10 g/m^3 dans le Tableau 38). En effet, le temps de demi-réaction pour cette hydrolyse ($1/k_H = 8\text{h}$) en fait une réaction rapide lorsque les âges de boues sont élevés.

Choix de la méthode de séparation soluble/particulaire :

La méthode de séparation du soluble par filtration sur filtre à fibres de verre a été finalement choisie pour le fractionnement de la DCO par souci d'homogénéisation avec le calcul du ratio $i_{\text{CV}} = X_{\text{DCO}}/\text{MVS}$ et avec les mesures des MES et des MVS également réalisées avec des filtres à fibres de verre.

Tableau 38 : Etude de sensibilité sur la fraction soluble en régime pseudo-permanent

Concentrations en fin de simulation dans la boue du BA (gDCO/m^3)	Fraction soluble de la DCO (S_{DCO})		
	39.7%	30.6%	21.1%
X_{ii}	1620	1620	1620
S_{I}	14	15	15
S_{S}	2	2	2
X_{I}	4880	4815	4765
X_{S}	10	10	10
X_{BH}	870	880	880
X_{BA}	80	80	80
X_{P}	2780	2790	2790
S_{NH}	0.07	0.07	0.07
S_{ND}	0.66	0.66	0.66
X_{ND}	0.63	0.64	0.64
S_{NO}	8.8	8.6	8.8
X	7690	7660	7625

I.2.3. Choix de la méthode de fractionnement

Les deux méthodes de fractionnement détaillées dans la Partie II « Matériels et méthodes » (III.2.2.) fournissent des résultats différents sur la station de Guéthary. En effet, le Tableau 39 montre une importante différence au niveau de la fraction X_{I} . Celle-ci a fortement besoin d'être réduite dans le deuxième fractionnement afin d'obtenir une production de boues simulée qui corresponde avec la valeur calculée sur site (en MVS).

Tableau 39 : Résultats des deux méthodes de fractionnement

% DCO dans l'influent	X_S	X_I	S_S	S_I
1- Test de DBO ultime	31.4	28.9	37.6	2.1
2- Correspondant à la production de boue calculée	45.2	15.1	37.6	2.1

Le test de DBO ultime sous-estime la fraction biodégradable de la pollution carbonée en entrée de la station. En effet, l'âge des boues sur la station de Guéthary (de 30 à 60 jours) permet de dégrader plus de pollution qu'une station à boues activées conventionnelle qui possède généralement des âges de boues bien plus faibles. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle certains auteurs conseillent l'introduction d'une nouvelle fraction particulaire qui serait lentement hydrolysable (Spérandio et Espinosa, 2008).

Choix final :

Le fractionnement qui a été retenu dans la suite de l'étude est celui qui permet le mieux de modéliser la production de boues sur la station, c'est à dire le deuxième du Tableau 39.

Le Tableau 40 rassemble les données entrées dans le logiciel GPS-X[®] qui sont utilisées pour caractériser les eaux usées. Les valeurs de ces ratios sont des moyennes effectuées durant l'étude de la station de Guéthary.

Tableau 40 : Ratios des eaux usées de la station de Guéthary utilisés pour leur caractérisation par le logiciel GPS-X[®]

Paramètres	MVS/MES	X_{DCO}/MVS	$S_I/(S_I+S_S)$	$X_S/(X_I+X_S)$
Valeurs	0.88	1.45	0.053	0.75

1.2.4. Fractionnement de l'azote

Les valeurs des paramètres du fractionnement de l'azote estimées lors de la caractérisation des eaux usées de la station de Guéthary ont été reportées dans le Tableau 41. Les concentrations calculées (S_{NI} , S_{ND}) à partir de celles mesurées (NK_j) sont faibles et donc les écarts types sont importants, comme le montre le Tableau 41.

Tableau 41 : Fractionnement de l'azote dans les eaux usées

	i_{XB}	i_{NXI}	i_{NXS}	i_{NSI}	i_{NSS}
	Teneur en azote de la biomasse	Teneur en azote du particulaire inerte	Teneur en azote du particulaire biodégradable	Teneur en azote du soluble inerte	Teneur en azote du soluble biodégradable
Valeur	0.086	0.045	0.034	0.056	0.032
Ecart type	/	/	/	0.021	0.016

Le fractionnement de l'azote nécessite l'utilisation des ratios DCO/NK_j et NH_4^+/NK_j des eaux usées qui sont déterminés à l'aide des échantillons moyens 24h. Les résultats pour les périodes de calage et validation et pour la campagne de calage sont reportés dans le Tableau 42.

Tableau 42 : Ratios pour le fractionnement de l'azote

	$\frac{DCO}{NK_j}$	$\frac{NH_4^+}{NK_j}$
Période de calage (juillet 2006)	7.7	0.68
Campagne de calage (31 juillet 2006)	9.5	0.80
Période de validation (août 2006)	8.8	0.82

1.2.5. Validation du fractionnement

Le fractionnement de la DCO dans les eaux usées peut être en partie validé par l'étude de la concentration en MVS simulée par le modèle en comparaison avec les valeurs mesurées par le capteur. La Figure 57 montre que les concentrations en MVS simulées concordent parfaitement avec les concentrations mesurées par le capteur (en réalité celui-ci mesure la concentration en MES et le ratio MVS/MES moyen établi par prélèvements ponctuels a été appliqué).

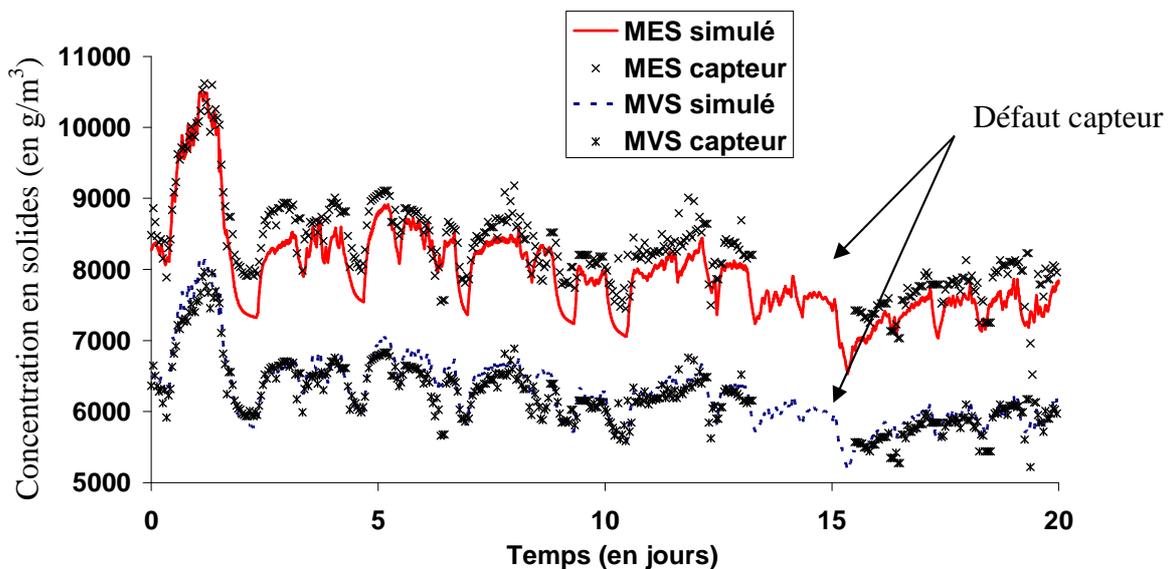


Figure 57 : Concentrations en MES et en MVS simulés et mesures du capteur

La concentration en MES simulée est légèrement sous-estimée par rapport à celle mesurée par le capteur, mais la différence reste inférieure à 5% de la mesure de ce dernier. En additionnant les possibles erreurs du capteur, l'erreur des mesures de MES au laboratoire et l'erreur due à l'utilisation de valeurs moyennes pour les ratios i_{CV} et i_{VT} , les résultats restent tout à fait acceptables. De plus, le modèle ASM1 ne possède pas d'équations spécifiques au devenir des matières minérales solides (MMS) et des travaux (Spérandio et Espinosa (2008), Ekama et Wentzel (2004)) ont montré le caractère non-inerte de ces matières minérales (voir Annexe n°9).

Remarque sur les valeurs des concentrations en MES et MVS et sur le ratio i_{CV} :

Jusqu'à $t = 1.5$ jours, les concentrations en MES et MVS augmentent de manière continue suite à l'arrêt de l'extraction des boues. Pendant cette période, le ratio i_{CV} a une valeur élevée (1.56 gDCO/gMVS, mesurée à $t = 1$ j) et ensuite celui-ci diminue pour s'établir à 1.45 gDCO/gMVS en moyenne. L'entrée dans le modèle d'un ratio i_{CV} moyen ne permettait pas une bonne correspondance des valeurs simulées avec les valeurs mesurées. La valeur de 1.56 gDCO/gMVS a donc été adoptée pour les deux premiers jours puis le ratio i_{CV} a pris la valeur de 1.45 gDCO/gMVS ensuite.

I.3. Etape 3 : Estimation des paramètres cinétiques de la nitrification

I.3.1. Estimation du couple (μ_A , b_A)

Les vitesses maximales de nitrification ont été déterminées à huit reprises sur la station de Guéthary (Tableau 43) et le coefficient de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH} a pu être estimé par trois fois. Les températures expérimentales sont celles de la boue de la station sauf pour le premier test qui a été réalisé en chambre thermostatée et dont seule la valeur de K_{NH} a été retenue. Ces températures sont très élevées et stables autour de 27°C car le BAM se situe dans une région où les étés sont chauds (Pyrénées-Atlantiques). Pendant la période de calage, l'aération par fines bulles fonctionnait 12.8 h par jour en moyenne et l'aération par grosses bulles en continu (sur deux vitesses) ; elles injectaient donc de l'air chaud dans le bassin augmentant la température des boues. Seules les vitesses de nitrification maximales mesurées pendant la période de calage ont été utilisées pour l'estimation du couple (μ_A , b_A).

Le diagramme de la Figure 58 présente les différentes étapes de la méthode utilisée pour l'estimation de (μ_A , b_A). Les valeurs des coefficients de dépendance à la température des taux de décès b_A et de croissance μ_A déterminées par Marquot (2006) ont été utilisées pour ce travail ($\theta_{b_A} = 1.029$ et $\theta_{\mu_A} = 1.059$). Les valeurs des coefficients à la température T peuvent être calculées à l'aide des équations suivantes :

$$b_{A,T} = b_{A,20} \times \theta_{b_A}^{T-20} \quad (4.40)$$

$$\mu_{A,T} = \mu_{A,20} \times \theta_{\mu_A}^{T-20} \quad (4.41)$$

La première étape consiste à déterminer les couples (μ_A , X_{BA}) possibles qui correspondraient à la vitesse maximale de nitrification mesurée le 31/07/2006 (étape 1 de la Figure 58). Cette date a été choisie car elle se situe à la fin de la période de calage, le même jour que la campagne de calage dont l'exploitation nécessitera une bonne connaissance *a priori* des capacités de nitrification de l'installation.

Tableau 43 : Résultats des tests de vitesse maximale de nitrification effectués sur la station de Guéthary durant l'été 2006

	Date	Vitesse maximale de nitrification (mgN/L.h)	Vitesse maximale spécifique (mgN/gVSS.h)	Température du test (°C)	K_{NH} (gN/m ³)
Période de calage	04/07/2006	/	/	20.0	0.24
	17/07/2006	16.9	3.1	27.3	/
	24/07/2006	15.6	3.2	27.8	/
	31/07/2006	16.4	3.2	27.4	/
Période de validation	07/08/2006	19.8	3.3	27.3	0.24
	16/08/2006	26.5	3.3	26.7	0.30
	21/08/2006	25.9	4.1	26.6	/
	04/09/2006	24.7	3.8	26.5	/

Le dispositif expérimental de mesure de la vitesse maximale de nitrification a été reproduit sous le logiciel GPS-X[®]. Ainsi, connaissant la température de la boue et la concentration initiale en NH_4^+ , les couples (μ_A, X_{BA}) qui correspondent aux vitesses de nitrification mesurées ont pu être estimés (Figure 59).

Plusieurs (une infinité en réalité) couples (μ_A, X_{BA}) permettent d'obtenir une vitesse maximale de nitrification simulée égale à celle mesurée le 31/07/2006, c'est-à-dire 16.4 mgN/L.h (voir Tableau 44). A partir de simulations de longues durées utilisant les données de la période de calage (étape 2 de la Figure 58), une valeur du taux de décès b_A des bactéries autotrophes a pu être estimée pour chaque couple (μ_A, X_{BA}) . b_A est le principal facteur influençant la biomasse autotrophe X_{BA} car le facteur μ_A est déjà limité par la disponibilité des substrats (ammoniaque et oxygène). C'est pourquoi à partir d'une valeur de X_{BA} , on peut déduire la valeur de b_A . Il est à noter qu'à chaque modification du paramètre b_A , il est nécessaire d'effectuer une pré-simulation en régime pseudo-permanent (identique à celle du *I.I*) afin d'initialiser le système.

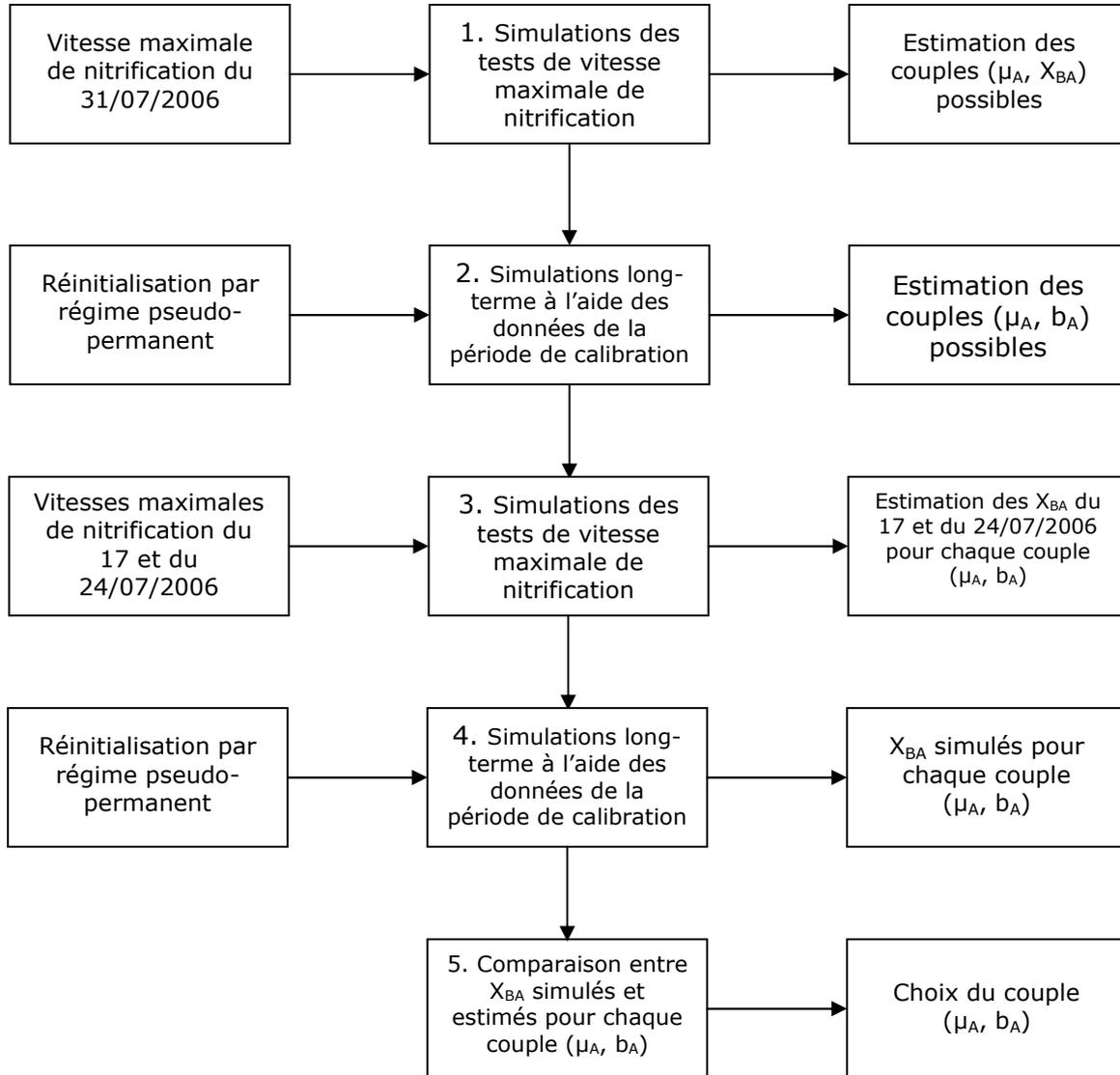


Figure 58 : Diagramme des étapes permettant la détermination du couple (μ_A, b_A) à partir des tests de mesure de la vitesse de nitrification maximale

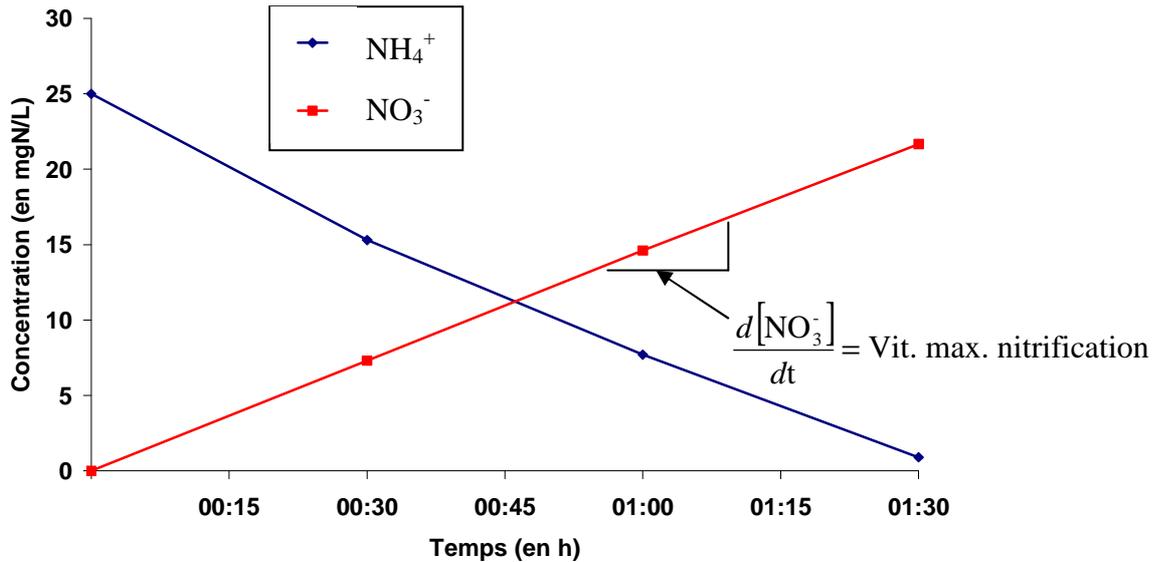


Figure 59 : Exemple de résultat de simulation du test de nitrification utilisée au cours des étapes 1 et 3 permettant l'estimation de couples (μ_A , X_{BA})

Tableau 44 : Exemples de couples (μ_A , X_{BA}) correspondant à la valeur de la vitesse maximale de nitrification du 31/07/2006 et les taux de décès b_A associés

μ_A (j^{-1}) à 20°C	X_{BA} (gDCO/m ³)	b_A (j^{-1}) à 20°C
0.6	109	0.07
0.8	80	0.1
1	65	0.13
1.2	52	0.17

La troisième étape est similaire dans son déroulement à la première. A partir des vitesses maximales de nitrification du 17 et du 24 juillet, les concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} ont été déterminées pour chaque coefficient μ_A choisi (Tableau 43). Ces résultats sont rapportés dans le Tableau 45.

Tableau 45 : Concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} calculées à partir des vitesses maximales de nitrification du 17 et du 24 juillet 2006 pour quelques couples (μ_A , b_A) à 20°C

	(μ_A , b_A) (j^{-1}) à 20°C	(0.6, 0.07)	(0.8, 0.1)	(1, 0.13)	(1.2, 0.17)
X_{BA} (gCOD/m ³)	17/07/2006	115	89	70	55
	24/07/2006	108	79	64	51
	31/07/2006	110	85	67	54

A partir de simulations identiques à celle de l'étape 2, les concentrations en X_{BA} ont été déterminées pour chaque jour du mois de juillet 2006. La Figure 60 présente les profils simulés de ces concentrations pour chaque couple (μ_A , b_A) ainsi que les valeurs estimées précédemment à l'aide des tests de vitesse maximale de nitrification.

Choix du couple (μ_A, b_A) :

On peut observer que pour chaque couple, les concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} simulées concordent plutôt bien avec celles estimées par les mesures de vitesses maximales de nitrification. Il n'existe pas un unique couple (μ_A, b_A) possible, c'est pourquoi le choix s'est arrêté sur le couple $(0.8 \text{ j}^{-1}, 0.1 \text{ j}^{-1})$ à 20°C car la valeur de 0.8 j^{-1} est celle couramment utilisée pour le taux de croissance maximal des autotrophes (Henze *et al.* (1987), Marquot (2006)) et, de plus, ce couple (μ_A, b_A) présente l'écart relatif le plus faible sur la Figure 60. La valeur de 0.1 j^{-1} du taux de décès b_A se situe également dans l'augmentation actuelle par rapport à la valeur par défaut de l'ASM1.

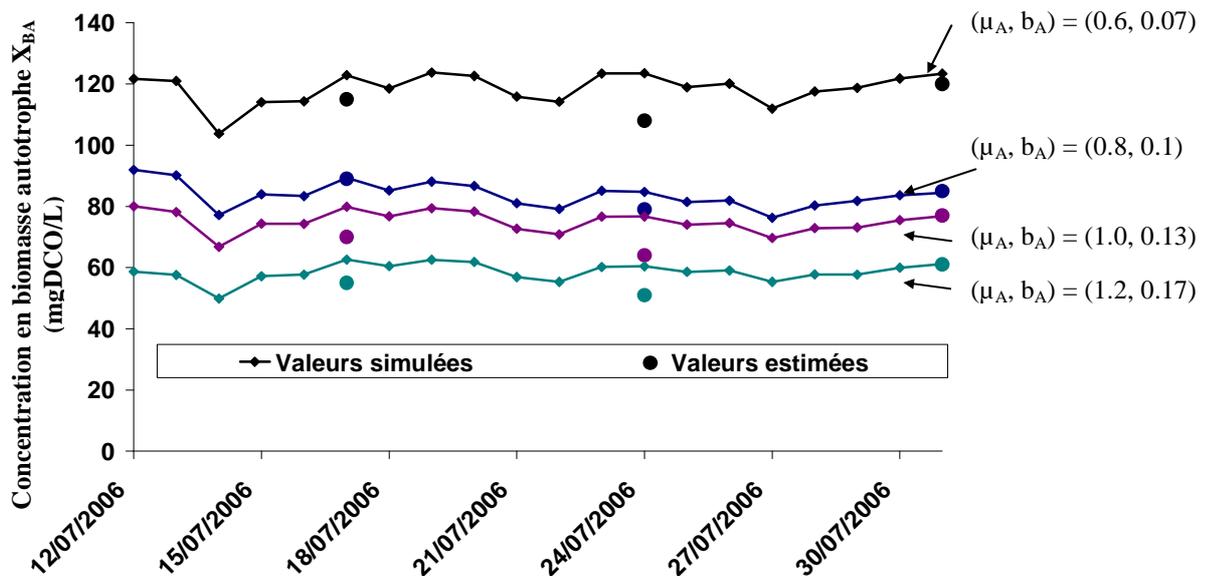


Figure 60 : Concentrations en biomasse autotrophe X_{BA} : valeurs simulées sur les données de la période de calage pour plusieurs couples (μ_A, b_A) et valeurs estimées par les tests de nitrification

I.3.2. Estimation du coefficient de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH}

Le coefficient de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH} a été estimé par étude du respirogramme de trois des neuf tests de vitesse maximale de nitrification (voir Tableau 43). La moyenne des résultats donne $0.26 \text{ gNH}_4^+-\text{N}/\text{m}^3$, c'est donc cette valeur qui a été retenue pour la suite du travail de calage. Cette valeur est légèrement supérieure à celles mesurées par Manser *et al.* (2005) ($0.13 \text{ gNH}_4^+-\text{N}/\text{m}^3$ sur bioréacteurs à membranes et $0.14 \text{ gNH}_4^+-\text{N}/\text{m}^3$ sur procédé par boues activées) tandis que Spérandio et Espinosa (2008) ont estimé un coefficient K_{NH} autour de $0.6 \text{ gNH}_4^+-\text{N}/\text{m}^3$ pour une boue à $8 \text{ gMES}/\text{L}$. Cependant, ces résultats restent dans la tendance à la diminution de la valeur par défaut de ce coefficient ($1.0 \text{ gNH}_4^+-\text{N}/\text{m}^3$ selon Henze *et al.* (1987)) qui a également été observée sur les travaux précédents de modélisation de procédés conventionnels par boues activées (Stricker (2000), Choubert (2002) ou Marquot (2006)). Les différences entre les études proviennent certainement de l'hétérogénéité des conditions opératoires (tailles des floes, conditions hydrauliques, charges organiques, etc...).

I.4. Etape 4 : Calage de l'oxygène

L'étape importante du calage de l'apport d'oxygène et de sa concentration dans le bioréacteur à membranes a posé quelques difficultés du fait de la complexité du système d'aération (cinq configurations possibles), des conditions hydrodynamiques particulières et des faibles concentrations en oxygène dissous observées impliquant une nitrification/dénitrification simultanée. L'obtention d'une simulation correcte de l'apport d'oxygène dans le bioreacteur à membrane de Guéthary est détaillée dans ce chapitre.

I.4.1. Hydraulique de la station de Guéthary – Apports horaires en oxygène

Pour simplifier le système, le bassin d'aération a été modélisé par un réacteur parfaitement agité, mais, après étude du procédé (voir Partie III), le bassin réel a montré une complexité hydrodynamique qui produit des concentrations en oxygène simulées qui restent très éloignées des concentrations mesurées par les capteurs. La solution choisie a consisté à entrer dans le modèle les valeurs des apports horaires pour chacune des configurations de l'aération (5 au total). Ces apports horaires ont été calculés par bilans de polluants (DCO et azote) dans le bassin d'aération pour une concentration en MES des boues de 8.4 ± 0.6 gMES/L et une température de $27 \pm 1^\circ\text{C}$ (Racault et Gillot, 2006), les résultats sont rassemblés dans le Tableau 46. Cette méthode permet d'apporter au bassin modélisé l'apport horaire réel global en oxygène mais du fait de la non parfaite agitation du bassin, les évolutions de la concentration en oxygène ne peuvent être correctement modélisées.

Tableau 46 : Apports horaires et $k_L a'$ correspondant pour les différentes configurations de l'aération sur la station de Guéthary pour une concentration en MES des boues de 8.4 ± 0.6 gMES/L et une température de $27 \pm 1^\circ\text{C}$

Configuration de l'aération		Apports horaires (kgO ₂ /h)	$k_L a'$ correspondant (1/j)
Aération membranaire	Aération process		
Petite Vitesse	OFF	14.2	34.8
Grande Vitesse	OFF	18.9	46.3
Petite Vitesse	Un seul surpresseur	41.5	101.7
Grande Vitesse	Un seul surpresseur	47.3	115.9
Indifférent	Deux surpresseurs	53.4	130.8

I.4.2. Validation des apports horaires

Les apports horaires calculés par la méthode évoquée ci-dessus ont été testés en comparant les valeurs simulées des concentrations en oxygène dissous avec les mesures des deux capteurs. Les mesures des capteurs sont disponibles avec un pas de temps de dix minutes et les moyennes lorsque l'aération par fines bulles est en fonctionnement donnent 0.56 et 0.57 mgO₂/L pour les capteurs 1 et 2 respectivement alors que la même moyenne sur la période est de 0.59 mgO₂/L par la simulation. Les déviations moyennes absolues et relatives, définies comme la somme des écarts absolus et relatifs respectivement, ont été calculées pour les deux capteurs :

$$\Delta \bar{X}_{\text{abs.}} = \sum_i |X_{i, \text{simulé}} - X_{i, \text{mesuré}}| \quad (4.42)$$

$$\Delta \bar{X}_{rel.} = \sum_i \frac{|X_{i, simulé} - X_{i, mesuré}|}{X_{i, mesuré}} \quad (4.43)$$

Avec :

$\Delta \bar{X}_{abs.}$: Déviation moyenne absolue pour la donnée de sortie X (en unité de X)

$\Delta \bar{X}_{rel.}$: Déviation moyenne relative pour la donnée de sortie X (en unité de X)

$X_{i, simulé}$: Valeur simulée de la donnée de sortie X pour le point i (en unité de X)

$X_{i, mesuré}$: Valeur expérimentale de la donnée de sortie X pour le point i (en unité de X)

Ces déviations moyennes ont été effectuées à partir des relevés toutes les 10 minutes des deux oxymètres où seules les mesures correspondant au fonctionnement de l'aération ont été retenues afin de s'assurer d'un parfait mélange dans le bassin d'aération.

Les déviations moyennes relatives entre les valeurs simulées et les mesures des capteurs sont de 0.65 et 0.66 mgO₂/L (Tableau 47). Ces valeurs sont assez élevées malgré les bonnes correspondances entre les valeurs moyennes, la raison de ces écarts semble provenir des déviations importantes sur seulement certaines valeurs qui ont un poids important dans les calculs des déviations moyennes et aussi des évolutions de la concentration en oxygène dissous incorrectement simulées au contraire des apports d'oxygène. La simulation donnerait donc de bons résultats en « moyenne » mais serait plus approximative sur les valeurs instantanées du fait des conditions hydrodynamiques particulières du bassin d'aération.

Tableau 47 : Résultats des déviations moyennes entre concentrations en oxygène dissous (OD) simulées et mesurées par les capteurs

Concentration moyenne (en mgO ₂ /L)			Déviation moyenne			
Capteur 1	Capteur 2	Simulation	Capteur 1		Capteur 2	
			mgO ₂ /L	%	mgO ₂ /L	%
0.56	0.57	0.59	0.65	340%	0.66	452%

Afin de réduire les déviations moyennes, les coefficients de transfert k_{La} calculés à partir des apports horaires ont été abaissés d'un certain pourcentage. La diminution des déviations moyennes a en effet été observée mais les concentrations moyennes s'éloignent des moyennes des capteurs (Annexe n°10) et ces modifications ont donc été abandonnées. Les conditions hydrodynamiques non idéales ne permettent donc pas d'obtenir des évolutions de concentration en oxygène simulées coïncidant avec celles mesurées. On doit se contenter des valeurs moyennes sur la période de calage ce que les apports horaires calculés représentent finalement très bien.

I.5. Etape 5 : Estimation des paramètres cinétiques

La campagne de calage effectuée sur la station de Guéthary le 31/07/2006 a permis l'évaluation des paramètres K_{OH} , K_{NO} , K_{OA} , du coefficient de température du taux de décès des hétérotrophes θ_{bH} et l'adoption de la valeur en anoxie du rendement hétérotrophe $Y_{H,anox}$ (voir Partie II « Matériels et méthodes », III.1.2.).

1.5.1. Variations des formes azotées dans la zone anoxie

Les faibles concentrations en oxygène dissous dans le bassin d'aération impliquent une nitrification/dénitrification simultanée. Ainsi une large part de la dénitrification (70% en moyenne par bilans) s'effectue dans ce bassin. Les concentrations en nitrates dans la zone d'anoxie de tête sont faibles et ce bassin se retrouve alors avec des conditions à la frontière entre anoxie et anaérobie. La croissance de la biomasse hétérotrophe est ainsi sous-estimée. En effet, l'absence de nitrates défavorise fortement la croissance anoxique des bactéries hétérotrophes (équation n°2 de l'ASM1) et donc l'assimilation de l'ammoniaque par ces bactéries. Le résultat est illustré par la Figure 61 qui montre une surestimation de la concentration en NH_4^+ par la simulation. Les bilans sur la station montrent également que l'assimilation est sous-estimée par le modèle (Annexe n°8).

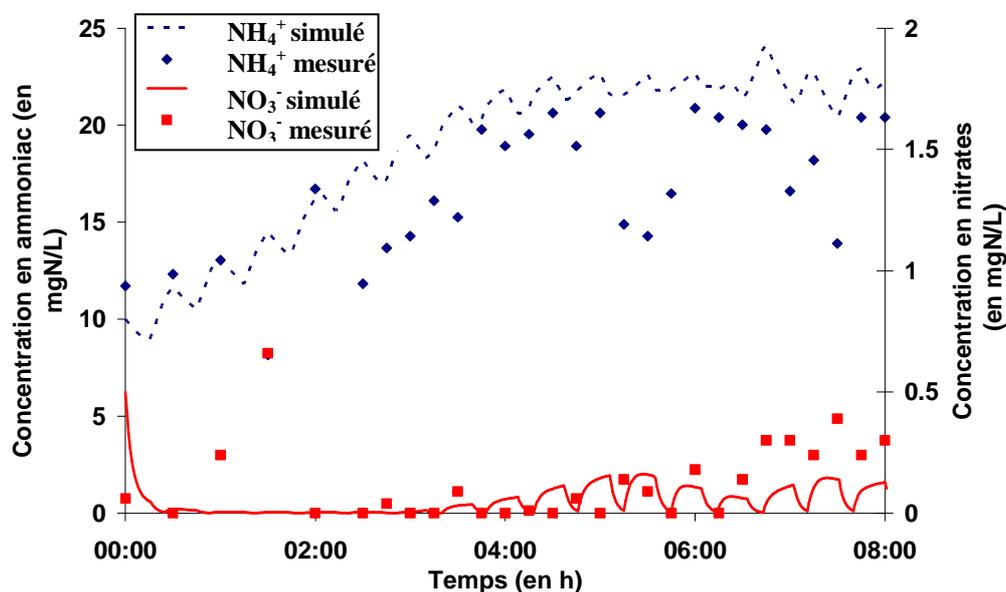


Figure 61 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans la zone d'anoxie de la station de Guéthary

Plusieurs modifications du modèle ont été testées afin d'améliorer la simulation de l'assimilation de l'ammoniaque par la biomasse hétérotrophe. Cependant les modifications apportées (voir Annexe n°8) ont assez peu d'effets sur les résultats (seulement 5% de gain) et, de plus, leur peu de signification biologique rendent les conséquences sur la simulation incertaines. Les modifications du modèle ASM1 afin d'améliorer l'assimilation de l'azote par les bactéries hétérotrophes ont donc été abandonnées.

Conclusion sur la modélisation :

En réalité, les résultats de simulation importants sont moins les concentrations des formes azotées dans la zone d'anoxie que celles dans le perméat en sortie de la station. Cette situation a pour conséquence sur la modélisation que la concentration en ammoniac NH_4^+ de la boue en entrée du bassin d'aération est surévaluée pendant les simulations (de la campagne de calage notamment). Cependant, la différence entre les concentrations simulées et mesurées en

NH_4^+ correspond à la quantité d'azote stockée (dans les bactéries ou sous la forme d'azote organique particulaire) qui est alors sous-évaluée par le modèle, celle-ci va être relarguée en partie dans le bassin d'aération où l'ammoniaque va être nitrifié ce qui finalement devrait équilibrer les bilans en azote entre la simulation et la réalité.

1.5.2. Variations des formes azotées dans le bassin d'aération

La Figure 62 présente les résultats de la simulation avant le calage des paramètres précités (K_{OH} , K_{NO} , K_{OA} et du coefficient de température du taux de décès des hétérotrophes θ_{bH}) et les améliorations suite au calage de ces paramètres sont visibles sur la Figure 63.

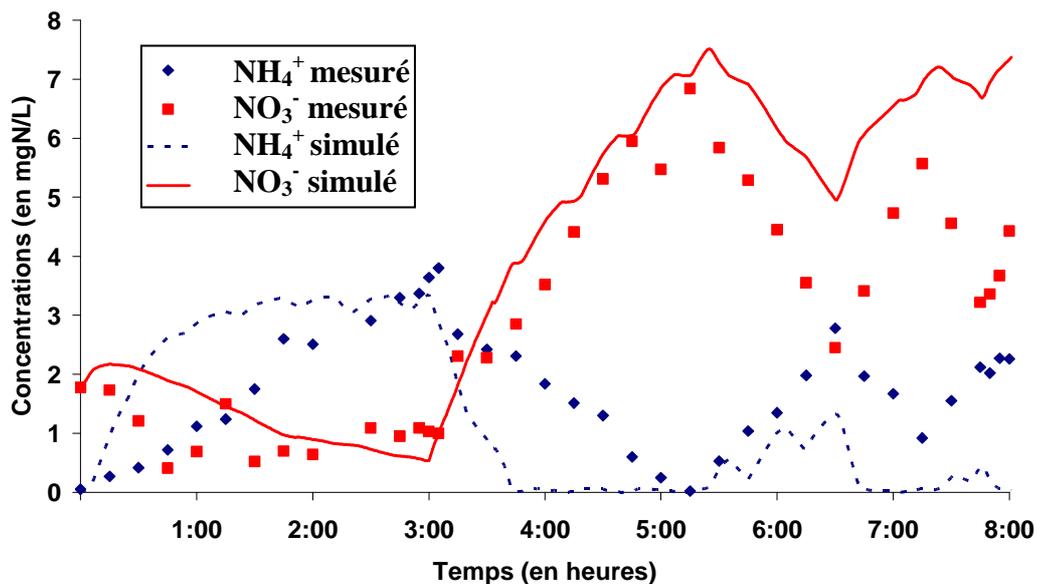


Figure 62 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le bassin d'aération de la station de Guéthary durant la campagne de calage du 31/07/06, avant calage

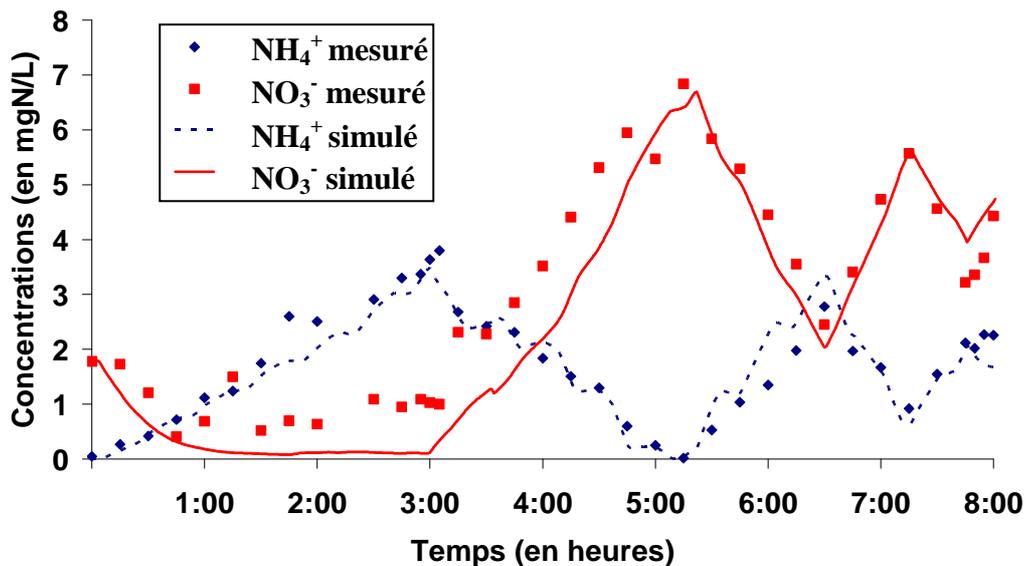


Figure 63 : Variations des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le bassin d'aération de la station de Guéthary durant la campagne de calage du 31/07/06, après calage

Tout d'abord, afin d'améliorer la dénitrification qui est sous-estimée par les valeurs par défaut des paramètres, une valeur anoxique du rendement hétérotrophe a été adoptée. Choubert *et al.* (2007) ont montré que la valeur 0.54 gDCO/gDCO était adaptée pour les stations d'épuration françaises et c'est donc celle qui a été choisie dans ce travail.

Le couple (μ_A , b_A) a été estimé précédemment grâce aux tests de vitesse de nitrification maximale en tenant compte des fortes températures des boues observées sur la station ($27 \pm 1^\circ\text{C}$). Par contre, ces températures élevées et les valeurs classiques des coefficients de température θ_{μ_H} et θ_{b_H} entraînent de fortes valeurs du couple (μ_H , b_H). La croissance des bactéries hétérotrophes est limitée par la disponibilité du substrat S_S et limite l'impact de l'augmentation de μ_H sur les processus biologiques. Au contraire, le décès de ces bactéries n'est pas limité et la forte augmentation de b_H entraîne une diminution importante de la biomasse hétérotrophe X_{BH} , phénomène qui n'a que rarement été étudié à des températures aussi élevées. Cette augmentation reste donc théorique : la continuité de l'équation du type (4.2) appliquée aux hétérotrophes n'est pas certaine pour des températures aussi élevées que celles rencontrées sur la station de Guéthary. De plus, les résultats de la simulation de la campagne de calage sans nouvelle modification des paramètres de l'ASM1 (Figure 63) montrent une vitesse de dénitrification sous estimée. Pour ces raisons, le coefficient de température du taux de décès des bactéries hétérotrophes θ_{b_H} a été diminué à 1.039 (valeur de 1.12 par défaut) afin d'augmenter X_{BH} et donc la vitesse de dénitrification. Pour la détermination de cette valeur de 1.039, la concentration en hétérotrophes X_{BH} correspondant à la vitesse de dénitrification pendant la campagne de calage a tout d'abord été estimée. Ensuite, le coefficient θ_{b_H} de 1.039 correspond à cette concentration en hétérotrophes X_{BH} évaluée et il a été déterminé à l'aide de simulations sur l'ensemble de la période de calage (précédées de réinitialisation du modèle par régime pseudo-permanent).

Les constantes de demi-saturation K_{OH} , K_{NO} et K_{OA} ont ensuite été ajustées par essai-erreur sur les résultats de simulation de la campagne de calage, leurs valeurs apparaissent dans le Tableau 48.

Tableau 48 : Paramètres estimés avec la campagne de calage, station de Guéthary

Paramètre	θ_{b_H} -	K_{OH} $\text{gO}_2 \cdot \text{m}^{-3}$	K_{NO} $\text{gNO}_3^- / \text{m}^3$	K_{NH} $\text{gNH}_4^+ / \text{m}^3$	K_{OA} gO_2 / m^3	$Y_{H, \text{anoxie}}$ $\text{gX}_{BH} / \text{gDCO}$
Valeur par défaut*	1.120	0.20	0.5	1.0	0.40	0.67
Valeur calibrée	1.039	0.03	3.0	0.26	0.30	0.54

* D'après Henze *et al.* (1987)

Conclusion sur les paramètres estimés :

Le coefficient de dépendance de b_H à la température θ_{b_H} a été diminué à 1.039 ce qui se situe dans la tendance actuelle de la diminution des coefficients de température pour les taux de décès et de croissance donnés par défaut dans le modèle ASM1. Cette valeur est proche de

celle préconisée par le rapport de la WERF (Water Environment Research Foundation) en 2003 qui est de 1.029. Cette valeur avait été calquée dans ce rapport sur celle de θ_{bA} provenant des travaux de Dold (2002) et qui a ensuite été confirmée par Marquot (2006).

La valeur de la constante de demi-saturation de l'oxygène pour les hétérotrophes K_{OH} est très faible malgré la nitrification/dénitrification simultanée mais ceci s'explique par les faibles concentrations en oxygène qui permettent malgré tout la dénitrification des nitrates. Cette diminution s'inscrit dans la suite des travaux de modélisation effectués par Stricker (2000), Choubert (2002) et Marquot (2006) qui ont estimé ce paramètre K_{OH} à $0.05 \text{ gO}_2/\text{m}^3$.

Cependant, une fois ce paramètre K_{OH} estimé, il est nécessaire de limiter la dénitrification pour les périodes où l'aération par fines bulles est à l'arrêt (notamment durant les 3 premières heures de la période de calage, voir Figure 62 et Figure 63). La valeur du coefficient de demi-saturation des nitrates K_{NO} a donc dû être augmentée assez fortement. Ce phénomène est probablement une conséquence de la marche continue de l'aération décolmatante des membranes par les grosses bulles ce qui limite la dénitrification pendant les phases d'arrêt des surpresseurs fines bulles.

Le coefficient de demi-saturation de l'oxygène pour les autotrophes K_{OA} a été diminué afin d'accélérer la nitrification car de bonnes capacités de nitrification ont été observées malgré les faibles concentrations en oxygène. Cependant, cette diminution a été moindre que dans les précédents travaux de Marquot (2006) qui a affecté la valeur de $0.1 \text{ gO}_2/\text{L}$ au coefficient K_{OA} .

1.5.3. Concentrations de sortie des formes azotées pour la période de calage

La validation de l'étape 5 du protocole de calage consiste à comparer les sorties en ion ammonium et en nitrate pour l'ensemble de la période de calage sur des échantillons moyens 24h. L'échantillonneur était installé au niveau de l'entrée de la cuve de stockage du perméat, c'est-à-dire à la sortie des membranes. Les résultats de simulation pour les concentrations en azote dans le perméat sont représentés sur la Figure 64.

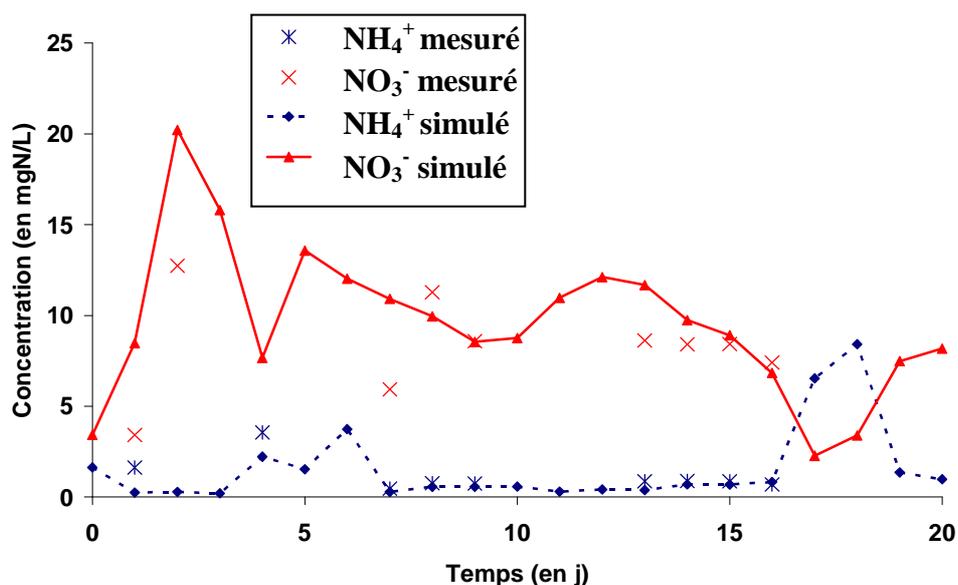


Figure 64 : Concentrations en NH_4^+ et NO_3^- mesurées et simulées dans le perméat de la station de Guéthary

Le Tableau 49 présente les déviations moyennes observées entre la simulation et les mesures pour les concentrations en ammoniacque et en nitrate. Les écarts sont donc de 0.18 et 1.71 mgN/L et de 24 et 22% en relatif pour NH_4^+ et NO_3^- respectivement. Ces résultats sont plutôt bons en regard des problèmes hydrodynamiques du bassin d'aération, de la présence d'une nitrification/dénitrification simultanée et des problèmes rencontrés dans la zone d'anoxie. De plus, les tests entrepris pour essayer de diminuer ces déviations (diminution des apports horaires de l'aération, variations des paramètres cinétiques) n'ont pas permis d'améliorer les résultats de la simulation (voir Annexe n°10).

Tableau 49 : Déviations moyennes absolues et relatives entre les concentrations en ammoniacque et nitrate simulées et mesurées pendant la période de calage, station de Guéthary

Déviations moyennes			
NH_4^+		NO_3^-	
absolue mgN/L	relative %	absolue mgN/L	relative %
0.18	24%	1.71	22%

Remarque :

Les jours 17 et 18 de la période de calage présentent une augmentation de la concentration en NH_4^+ parallèlement à une diminution des NO_3^- (Figure 64). Après analyse des conditions opératoires, il ressort que le temps d'aération journalier (moyenne de 12.8 h sur cette période) a été diminué de 3h environ pour trois jours (les jours n°16, 17 et 18) selon le Tableau 50. On observe donc une forte réactivité du modèle aux changements d'aération. Cependant il n'est pas possible de comparer les résultats de la simulation avec les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- des échantillons moyens car ces derniers ne sont malheureusement pas disponibles pour ces jours. Le modèle est particulièrement sensible aux variations d'apports en oxygène ce que l'étape d'analyse de sensibilité avait déjà montré (voir I.1.)

Tableau 50 : Temps d'aération, apports d'air journaliers et concentrations moyennes journalières en NH_4^+ et NO_3^- simulées et mesurées dans le perméat pour les derniers jours de la période de calage

Jour de la période de calage	Aération par fines bulles		Moyenne journalière NH_4^+ (en mgN/L)		Moyenne journalière NO_3^- (en mgN/L)	
	Temps d'aération journalier	Apport d'air journalier				
			mesurée	simulée	mesurée	simulée
jour n°14	14.0 h	24472 Nm ³	0.88	0.55	8.40	8.56
jour n°15	13.3 h	23226 Nm ³	0.86	0.55	8.43	7.78
jour n°16	10.4 h	18171 Nm ³	0.70	0.63	7.41	6.14
jour n°17	10.3 h	18033 Nm ³		4.13		2.25
jour n°18	11.1 h	19488 Nm ³		4.06		3.66
jour n°19	13.7 h	24031 Nm ³		0.51		7.67
jour n°20	13.0 h	22735 Nm ³		0.83		7.48

I.6. Conclusion de l'étape de calage

La prochaine étape consiste à valider les paramètres précédemment estimés ainsi que le calage de l'oxygène sur des valeurs n'ayant pas servi à l'étape de calage. Les paramètres qui ont été

déterminés pendant la phase de calage et qui seront testés pendant celle de validation sont rassemblés dans le Tableau 51.

Tableau 51 : Paramètres de l'ASM1, valeurs par défaut et valeurs après calage

Paramètre	μ_A 1/j	b_A 1/j	$\theta\mu_A$ -	θb_A -	μ_H 1/j	b_H 1/j	$\theta\mu_H$ -	θb_H -
Valeur par défaut*	0.8	0.04	1.103	1.072	6.0	0.62	1.072	1.120
Valeur calibrée	0.8	0.1	1.059⁺	1.029⁺	6	0.62	1.072	1.039
Paramètre	K_S gDCO/m ³	K_{OH} gO ₂ /m ³	K_{NO} gNO ₃ -N/m ³	K_{NH} gNH ₄ ⁺ -N/m ³	K_{OA} gO ₂ /m ³	$Y_{H, \text{anoxie}}$ gX _{BH} /gDCO	$Y_{H, \text{aérobie}}$ gX _{BH} /gDCO	
Valeur par défaut*	20	0.20	0.5	1.0	0.40	0.67	0.67	
Valeur calibrée	20	0.03	3.0	0.25	0.30	0.54	0.67	

*Paramètres par défaut de l'ASM1 (Henze *et al.*, 1987)

⁺Paramètres évalués précédemment par Marquot (2006)

Le couple (μ_A , b_A) a été estimé grâce aux tests de vitesse de nitrification maximale (I.3.1.) tout comme la constante de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH} (I.3.2.). Les coefficients pour la température $\theta\mu_A$ et θb_A estimés par Marquot (2006) ont été utilisés dans ce travail et la valeur anoxique du rendement hétérotrophe $Y_{H, \text{anox}}$ de 0.54 gX_{BH}/gDCO (ou gDCO/gDCO) a été adapté de Choubert *et al.* (2007) afin de mieux estimer les capacités de dénitrification du BAM de Guéthary. Les autres paramètres estimés (θb_H , K_{OH} , K_{OA} et K_{NO}) au cours de ce travail l'ont été à l'aide des données de la période de calage (I.5.2). Les constantes de demi-saturation pour l'oxygène (K_{OH} et K_{OA}) se situent dans la tendance à la diminution déjà observée dans d'autres travaux alors que la valeur de K_{NO} est plus élevée qu'à l'accoutumée en raison d'une dénitrification limitée pendant les périodes d'arrêt de l'aération par fines bulles car l'aération décolmatante fonctionne toujours. Le coefficient de température pour le taux de décès des hétérotrophes θb_H a dû être réduit en raison des fortes températures des boues pendant la période d'étude et de l'impact de celles-ci sur le taux de décès b_H probablement surestimé avec le coefficient θb_H par défaut.

Une optimisation des quatre coefficients de demi-saturation K_{NH} , K_{NO} , K_{OH} et K_{OA} a permis la détermination de deux nouveaux jeux de paramètres. L'effet des différentes valeurs de ces quatre paramètres a été testé sur les concentrations en NH₄⁺ et NO₃⁻ dans le perméat. Les résultats de cette analyse sont rassemblés dans le paragraphe I.3. de l'Annexe n°10. Ces nouveaux jeux de paramètres ont donné des résultats de simulation moins bons que le premier jeu de paramètres estimés notamment pour la concentration en oxygène et c'est pourquoi ils ont été abandonnés.

II - Validation du modèle de la station de Guéthary

Les paramètres du modèle ont été calibrés et l'étape finale de la méthode de calage consiste à valider les paramètres sur des données d'une période différente de fonctionnement de la station, le mois d'août 2006. En préambule, il est important de préciser que même si la station a un fonctionnement relativement stable, la charge organique est à son maximum en août et de plus, la configuration de l'aération a été modifiée le 8/08 avec le raccordement d'un surpresseur supplémentaire (appareil de secours) pour renforcer le système d'aération par fines bulles.

II.1. Résultats

II.1.1. Validation hydraulique

Le comportement hydraulique du modèle a été testé sur le volume du bassin d'aération et les résultats sont rassemblés sur la Figure 65. Le grand nombre d'entrées/sorties au niveau du bassin d'aération (arrivée de la zone d'anoxie, recirculation, extraction des boues, filtration et rétrolavage) rend la simulation du comportement hydraulique du système plus difficile par l'augmentation de la marge d'erreur (addition des marges d'erreurs des différents capteurs de débits ou des horodateurs, données d'entrée du modèle). Cependant, la Figure 65 montre que le modèle reproduit convenablement l'hydraulique du système avec une légère sous-estimation la plupart du temps inférieure à 5%.

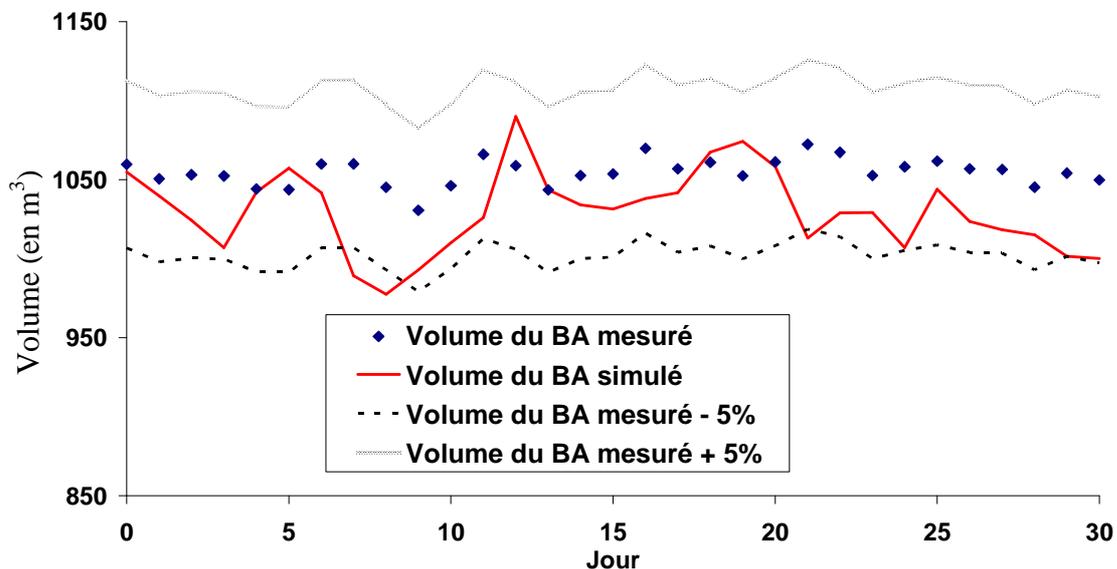


Figure 65 : Comparaison entre les volumes du bassin d'aération simulés et mesurés pendant la période de validation, station de Guéthary, août 2006

II.1.2. Validation du fractionnement – concentration en MES, âge des boues

La Figure 66 présente l'évolution des concentrations en MES et MVS dans le bassin d'aération de la station de Guéthary pour comparaison avec les valeurs mesurées par le capteur. De la même façon que pour la période de calage, les valeurs simulées en MVS

coïncident avec les valeurs mesurées par le capteur ce qui permet de valider le fractionnement choisi, d'autant plus que la Figure 67 révèle une production de boues simulée conforme aux données expérimentales.

Les concentrations en MES, malgré les variations de celles-ci, sont également bien représentées par le modèle comme le montre la Figure 66. Le fractionnement et les ratios i_{CV} et i_{VT} sont donc validés pour toute la période d'étude.

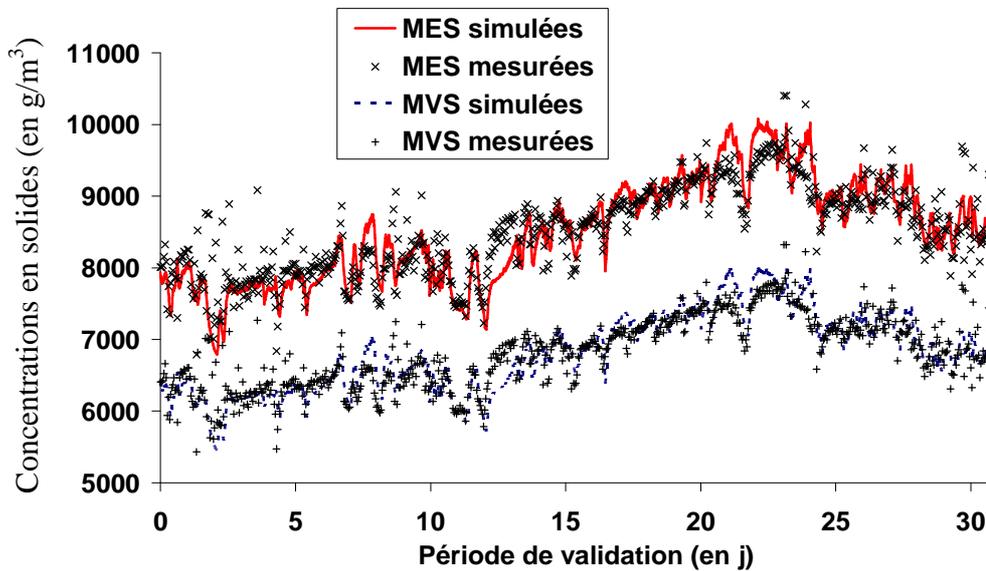


Figure 66 : Evolution des concentrations en MES et MVS simulées et mesurées sur la période de validation (août 2006)

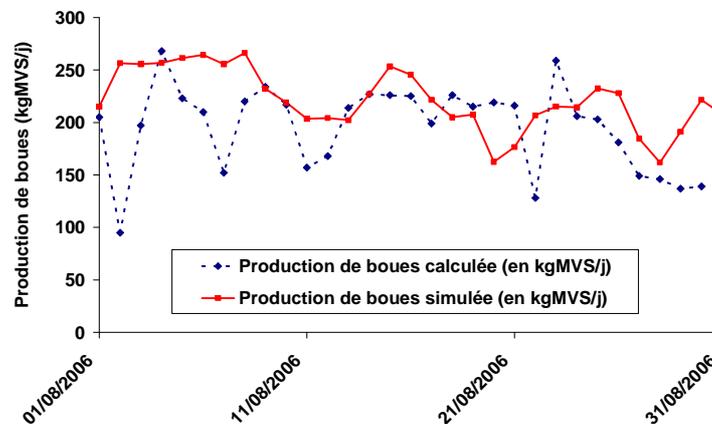


Figure 67 : Comparaison entre production de boues simulée et calculée pour la période de validation sur la station de Guéthary, Août 2006

La confrontation entre l'âge des boues simulé et celui calculé est représentée sur la Figure 68. Les résultats sont satisfaisants, ce n'est qu'une confirmation de la bonne simulation de la production de boues et également du comportement hydraulique du système (Figure 65).

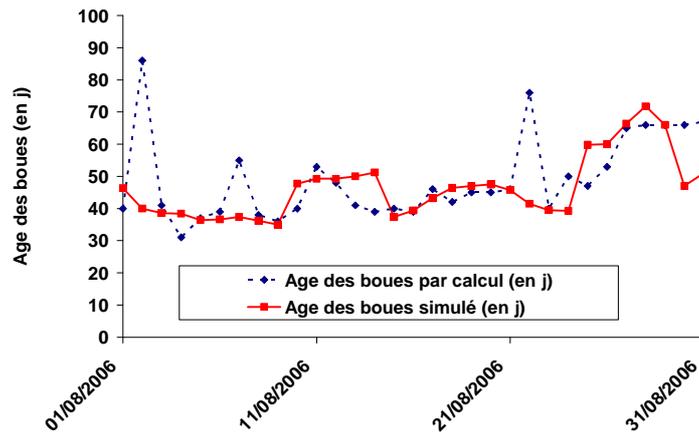


Figure 68 : Comparaison entre âge des boues simulé et calculé pour la période de validation sur la station de Guéthary, Août 2006

II.1.3. Validation de l'aération - concentration en oxygène

Les valeurs de concentration en oxygène dissous dans le bassin d'aération données par la simulation sont représentées sur la Figure 69 en moyenne journalière. En comparaison avec les mesures des deux oxymètres, celles-ci sont plus élevées. Les écarts ont tendance à être plus importants après le 8 août 2006, jour du raccord du surpresseur de secours (jour 7 sur la Figure 69). Après cette date, celui-ci a été utilisé en plus du surpresseur usuel pour l'aération par fines bulles. L'augmentation de l'apport horaire (et donc du $k_1 a'$) a pourtant été mesurée par les bilans sur les polluants (Racault et Gillot, 2007) et prise en compte (Tableau 46).

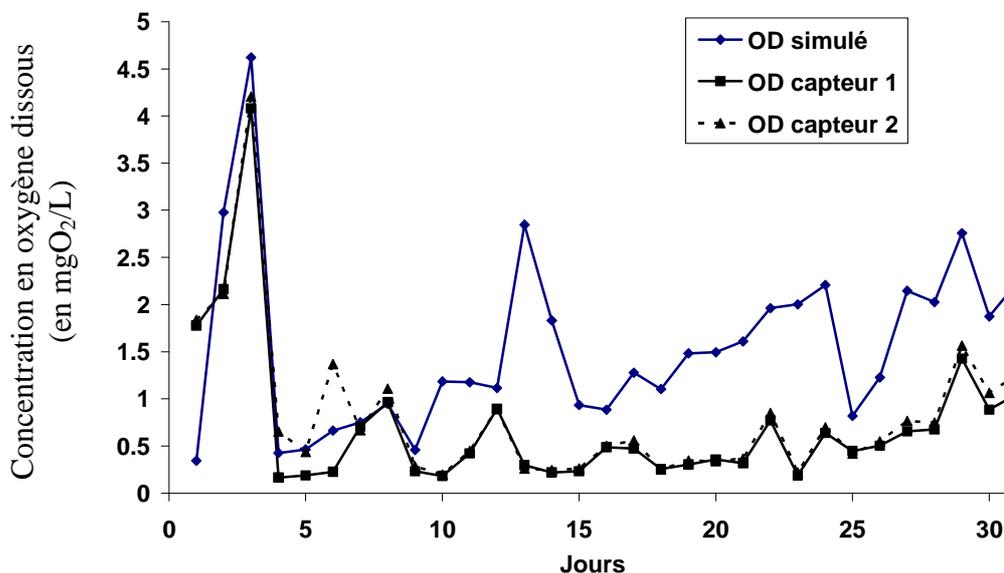


Figure 69 : Concentrations moyennes journalières en oxygène dissous simulées et mesurées par les deux oxymètres pour la station de Guéthary durant la période de calage, août 2006

La moyenne de la concentration en oxygène dissous donne 1.54 mgO_2/L sur la période de validation alors que les moyennes des mesures de ces concentrations pour les capteurs 1 et 2 sont de 0.71 et 0.82 mgO_2/L respectivement. Les déviations moyennes absolues et relatives sont de 0.92 mgO_2/L et 355% pour le capteur 1 et de 0.89 mgO_2/L et 206% pour le capteur 2.

Conclusion sur la validation du calage de l'aération :

Des essais de modification des apports horaires ont été testés (voir Annexe n°10), mais les résultats se sont également révélés non satisfaisants. Les gains sur la concentration en oxygène dissous simulée étaient minimes.

De plus, la signification biologique des apports horaires utilisés pour les simulations est tout à fait justifiée car ceux-ci ont été calculés à partir des bilans sur l'azote et la DCO. Ils ont donc été conservés pour le reste de la validation.

II.1.4. Validation des cinétiques de nitrification

Dans un premier temps, les tests de vitesse de nitrification maximale permettent d'estimer les valeurs correspondantes de la concentration en biomasse autotrophe X_{BA} (reportées dans le Tableau 52) pour un taux de croissance μ_A de 0.8 j^{-1} à 20°C ($\theta_{\mu_A} = 1.029$).

Tableau 52 : Vitesse maximale de nitrification pendant la période de validation et concentrations en X_{BA} correspondantes pour $\mu_A = 0.8 \text{ j}^{-1}$ à 20°C

Date	t (en j)	Vitesse maximale de nitrification (mgN/L/h)	Température ($^\circ\text{C}$)	X_{BA} calculé (mgDCO/L)
7/08/06	6	19.8	27.3	101
16/08/06	15	26.5	26.7	145
21/08/06	20	25.9	26.6	146

Ensuite, le Tableau 53 représente les concentrations en X_{BA} simulées en utilisant le couple (μ_A, b_A) établi pendant la période de calage.

Tableau 53 : Concentrations en X_{BA} calculées et simulées avec le couple (μ_A, b_A) = ($0.8 \text{ j}^{-1}, 0.1 \text{ j}^{-1}$), période de validation

Date	t (en j)	Vitesse maximale de nitrification (mgN/L/h)	Température ($^\circ\text{C}$)	X_{BA} calculé (mgDCO/L)	X_{BA} simulé (mgDCO/L)
7/08/06	6	19.8	27.3	101	91
16/08/06	15	26.5	26.7	145	93
21/08/06	20	25.9	26.6	146	104

On observe donc une grande différence entre les concentrations en X_{BA} calculées avec les tests de vitesse maximale de nitrification et celles simulées avec le couple estimé pendant la période de calage (μ_A, b_A) = ($0.8 \text{ j}^{-1}, 0.1 \text{ j}^{-1}$). Les taux de croissance μ_A qui donneraient la bonne vitesse maximale de nitrification avec les concentrations X_{BA} simulées ont été calculés et sont reportés dans le Tableau 54. Ceux-ci ne sont pas constants pour les trois valeurs de vitesse maximale de nitrification ce qui montre qu'adapter μ_A n'est pas suffisant pour résoudre ce problème d'évaluation de la capacité de nitrification de la station de Guéthary. D'après ces valeurs de μ_A , cette capacité à nitrifier aurait fortement augmenté pendant la première moitié de la période de validation (entre le début et le milieu du mois d'août) puis elle aurait diminué dans la deuxième partie de la période de validation. La température est

quasiment constante tout au long de l'étude, elle n'a qu'un effet négligeable et ne peut donc pas être responsable de ces différences.

Tableau 54 : Taux de croissance μ_A correspondant aux vitesses de nitrification maximale mesurées et aux concentrations X_{BA} simulées

Date	t (en j)	Vitesse maximale de nitrification (mgN/L/h)	Température (°C)	X_{BA} simulé (mgDCO/L)	μ_A correspondant à X_{BA} simulé (j^{-1})
7/08/06	6	19.8	27.3	91	0.9
16/08/06	15	26.5	26.7	93	1.3
21/08/06	20	25.9	26.6	104	1.1

Une diminution du taux de décès des autotrophes b_A a été testée avec un taux de croissance μ_A de $0.8 j^{-1}$ comme estimé pendant le calage. L'objectif est d'essayer de faire correspondre les concentrations en X_{BA} simulées et celles estimées avec les tests de vitesse maximale de nitrification. Le Tableau 55 montre qu'un taux de décès égal à $0.06 j^{-1}$ propose les résultats de simulations en X_{BA} les plus proches de ceux calculés. Cependant, cela confirme qu'il est difficile de simuler la capacité de nitrification sur l'ensemble de la période de validation en modifiant le couple (μ_A, b_A) car la différence entre la simulation et le calcul pour la concentration en X_{BA} varie assez fortement entre positif et négatif (de -9.0% à +17.8%).

Tableau 55 : Concentrations en X_{BA} calculées par les tests de vitesse maximale de nitrification et par simulation avec le couple $(\mu_A, b_A) = (0.8 j^{-1}, 0.1 j^{-1})$, période de validation

Date	t (en j)	Vitesse maximale de nitrification (mgN/L/h)	Température (°C)	X_{BA} calculé (mgDCO/L)	X_{BA} simulé (mgDCO/L) $b_A = 0.06 j^{-1}$	Différence entre X_{BA} calculé et simulé
7/08/06	6	19.8	27.3	101	119	17.8%
16/08/06	15	26.5	26.7	145	132	-9.0%
21/08/06	20	25.9	26.6	146	151	3.4%

Conclusion pour la validation du couple (μ_A, b_A) :

Des variations des capacités de nitrification ont déjà été observée sur installations réelles et reportée par Marquot (2006). L'auteur a attribué ce phénomène à des effets d'inhibition de la nitrification et a réussi à résoudre ce problème en agissant sur les taux de croissance des bactéries autotrophes μ_A . Toutefois, aucune inhibition de la nitrification ou modification de la biomasse nitrifiante n'a pu être confirmée sur la station de Guéthary.

Le couple (μ_A, b_A) déterminé pendant la période de calage n'a donc pas été modifié pour la période de validation.

II.1.5. Validation sur les concentrations en ammoniacque et nitrate en sortie

La validation finale s'effectue sur les concentrations en ion ammonium et en nitrate en sortie du bioréacteur à membranes. Sur la Figure 70, on peut observer l'évolution de ces concentrations par la simulation et par la mesure. Concernant les ions ammoniums, les valeurs

sont toujours très faibles, elles sont bien modélisées à partir du jour n°8 (le 9 août 2006) alors que la simulation sous-estime la concentration en ammoniacque au début de la période. Cette date correspond également à la mise en marche du second surpresseur pour l'aération par fines bulles (alors que les concentrations en oxygène dissous ont commencé à être moins bien simulées à partir de cette date). L'inverse se produit pour les concentrations en nitrate, elles sont bien modélisées jusqu'au jour n°16 environ mais deviennent supérieures aux valeurs mesurées ensuite.

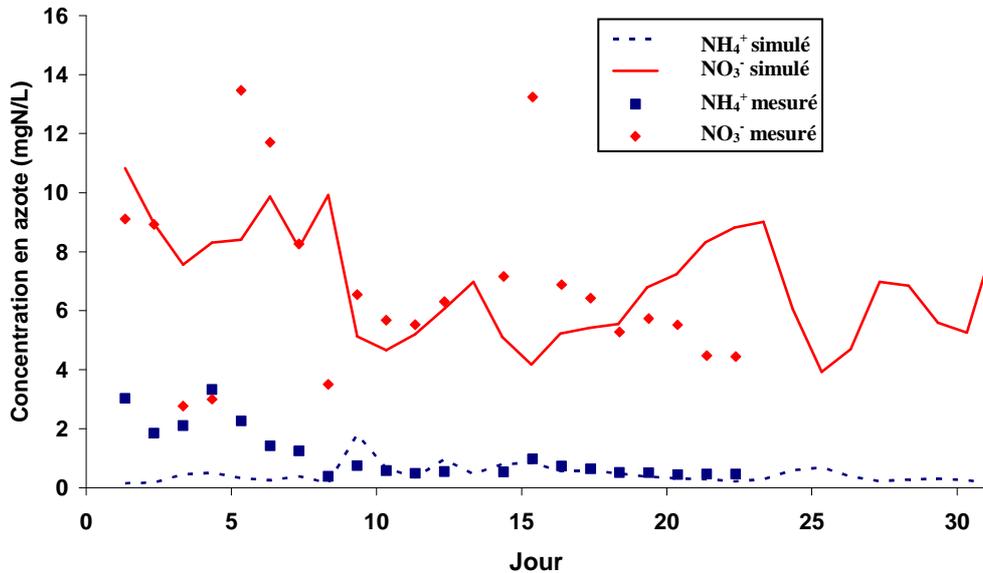


Figure 70 : Concentrations en NH₄⁺ et NO₃⁻ mesurées et simulées dans le perméat de la station de Guéthary pendant la période de validation, août 2006

Une optimisation du modèle a été étudiée et plusieurs techniques ont été testées séparément ou en addition l'une de l'autre (diminution des apports horaires, diminution du taux de décès autotrophes b_A , adaptation du taux de croissance μ_A) mais aucune n'a été vraiment satisfaisante soit du point de vue des concentrations en azote en sortie ou soit des concentrations en oxygène (voir Annexe n°10).

Tableau 56 : Déviations moyennes absolues et relatives entre les concentrations en ammoniacque et nitrate simulées et mesurées pendant la période de calage, station de Guéthary

		Déviations moyennes			
		NH ₄ ⁺		NO ₃ ⁻	
	absolue	relative	absolue	relative	
	mgN/L	%	mgN/L	%	
	0.81	60%	2.84	47%	

Les résultats du Tableau 56 sont relativement moyens notamment au début de la période de validation pour les concentrations en NH₄⁺ mais les tests de modification des paramètres entrepris ont montré qu'il était difficile de les améliorer (voir Annexe n°10)

II.2. Conclusion du calage - Critiques

II.2.1. Résultats du calage d'un modèle ASM1 du bioréacteur à membranes de Guéthary

Le BAM de Guéthary présente des conditions particulières pour plusieurs raisons. Tout d'abord, du fait de l'immersion des membranes dans le bassin d'aération, le système d'aération est complexe rendant sa modélisation plus difficile qu'à l'accoutumée, c'est pourquoi la méthodologie classique de calage de l'oxygène a dû être quelque peu adaptée. De plus, la concentration en oxygène dissous dans le bassin d'aération est restée très faible (moyennes de 0.65 et 0.72 mgO₂/L pour les deux capteurs sur l'ensemble de la période d'étude) provoquant une nitrification/dénitrification simultanée dans ce bassin. Or la modélisation d'un tel phénomène n'est pas aisée car habituellement les processus de nitrification et de dénitrification s'effectuent séparément (la nitrification en période d'aération et la dénitrification en période de non aération). En outre, la présence d'un système d'aération par grosses bulles pour le décolmatage des membranes fonctionnant en continu entraîne cette fois une limitation de la dénitrification pendant les périodes d'arrêt de l'aération par fines bulles. La simulation par le modèle ASM1 s'est donc avérée plus délicate mais néanmoins possible.

Une autre conséquence de cette faible concentration en oxygène concerne le fonctionnement de la zone d'anoxie qui reçoit alors peu de nitrates en recirculation du bassin d'aération et se situe à la limite entre anoxie et anaérobie. Le modèle ASM1 n'est pas adapté à cette situation avec, toutefois, des conséquences limitées sur la modélisation. Toutes ces difficultés ont compliqué le travail de modélisation et ont également augmenté son intérêt. Cette partie a pu montrer qu'il était possible de calibrer une telle station malgré ces complications.

Les problèmes rencontrés au cours du calage des paramètres de l'ASM1 pour la station de Guéthary sont donc principalement liés à l'aération et à l'hydrodynamique du bassin d'aération mais des difficultés ont également été rencontrées au cours de la validation des capacités de nitrification du système. Pour le calage du modèle, la concentration moyenne en oxygène dissous obtenue par simulation est supérieure à celle mesurée par les capteurs bien que les valeurs moyennes sur l'ensemble de la période soient similaires. Il est possible d'améliorer la différence entre simulation et capteur pour l'oxygène en diminuant les apports horaires calculés précédemment d'un certain pourcentage. Cependant la valeur moyenne diminue également et les résultats de la simulation sur les concentrations en sortie en NH₄⁺ et NO₃⁻ sont nettement moins bons avec ces apports horaires réduits (voir Annexe n°10). Cette diminution des apports horaires calculés a donc logiquement été abandonnée.

Au cours de la période de validation, l'oxygène dissous était également légèrement surestimé par la simulation par rapport aux capteurs notamment après la mise en marche du second surpresseur pour l'aération par fines bulles le 8^{ème} jour de la période de validation. Les

capacités de nitrification étaient quant à elles sous-estimées : celles obtenues avec la simulation ne correspondaient pas avec celles calculées grâce aux tests de vitesse de nitrification maximale. Les variations de cette vitesse de nitrification observées sur la période sont importantes et ne trouvent pas d'explication dans le fonctionnement de la station. Elles sont difficilement modélisables (soit par une augmentation du taux de croissance des bactéries autotrophes ou une diminution du taux de décès) sans une variation dynamique des paramètres cinétiques. Cette solution n'a pas été choisie ici car des périodes d'inhibition, comme ça a pu être le cas pour Marquot (2006), ou une modification de la biomasse n'ont pu être révélées.

Les résultats des concentrations simulées en ammoniacque et nitrate en sortie de station pendant la période de validation ne sont pas très éloignés des résultats de mesures mais ils ne sont pas totalement satisfaisants en raison des problèmes rencontrés et expliqués ci-dessus. A ceux-ci s'ajoutent également les incertitudes sur les mesures du laboratoire notamment pour l'ammoniacque dont les concentrations restent très faibles (Figure 70).

En résumé, de nombreux problèmes ont été rencontrés pendant le travail de calage du modèle ASM1 pour le BAM de Guéthary : système d'aération complexe (double système d'aération, connexion d'un nouveau surpresseur), nitrification/dénitrification simultanée, conditions hydrodynamiques non idéales, zone d'anoxie aux conditions à la frontière entre anoxie et anaérobie. Cependant, le modèle ASM1 a montré une capacité à simuler les bioréacteurs à membrane notamment pour la période de calage. La période de validation présente des résultats un peu moins bons mais difficilement améliorables et qui restent satisfaisants dans l'optique future d'optimisation de la gestion du procédé. En outre, les complications rencontrées pendant le travail de modélisation ne sont pas imputables au procédé mais plutôt à la configuration hydraulique.

II.2.2. Méthodologie

La méthodologie de calage du modèle ASM1 utilisée dans ce travail comporte des périodes de calage et de validation relativement longues (un mois) et variées d'un point de vue du fonctionnement du système (augmentation de charge). Le travail de calage aurait pu se limiter à des périodes plus courtes (un jour, une semaine) avec peu de variations des conditions opératoires, les résultats de simulation auraient sans doute été bien meilleurs. Toutefois ces paramètres auraient été très spécifiques d'un fonctionnement donné et auraient été moins performants pour prédire et optimiser le comportement du système sur des plages de fonctionnement plus larges.

A l'inverse, le calage aurait pu aussi être effectué avec les données d'une période plus longue, par exemple en incluant les données de la période de validation. Cependant la méthodologie de calage du modèle ASM1 nécessite une période de validation avec des données spécifiques à celle-ci, non utilisée pour l'estimation du jeu de paramètres. De plus, le choix d'avoir des données plus complètes sur une durée plus courte a été effectué dans le but d'avoir le

maximum d'information sur la station grâce aux capteurs installés et aux analyses effectuées (sur les échantillons moyens 24h entrée et sortie et sur les échantillons de boues). Ce suivi intensif demande un investissement humain (pour les analyses, le suivi des conditions opératoires et des capteurs, ...) et matériel très important limitant la durée d'acquisition des données. Par ailleurs, un suivi plus long mais réunissant moins de données aurait été probablement désavantageant pour le travail de modélisation de la station de Guéthary. En effet, la difficulté du système nécessite vraisemblablement plutôt des données complètes plutôt que des données plus nombreuses mais moins détaillées.

La méthodologie de calage du modèle ASM1 utilisée dans ce travail comporte également une étape de suivi intensif sur 8h, la campagne de calage, qui permet de connaître le comportement exact du système sur une courte durée. Les paramètres cinétiques sont alors estimés pendant cette période de calage. Cette étape permet de compléter les informations fournies par la période de calage qui précède cette campagne intensive de prélèvements.

Partie n°5 :
***Interaction entre propriétés des boues,
conditions opératoires et caractéristiques de la
filtration***

I - Evolutions temporelles des propriétés physico-chimiques des boues

Cette première partie introductive propose l'étude des évolutions des paramètres physico-chimiques des boues d'un point de vue temporel afin de les mettre en parallèle avec les événements qui ont pu avoir lieu sur les stations en préambule à l'analyse statistique des données pour la mise en évidence de relations entre paramètres. Les propriétés des boues ont été divisées en trois catégories, les propriétés physiques (viscosité et indice de boues), les propriétés chimiques (concentrations en carbone organique et en EPS) et le pouvoir colmatant des boues.

Le Tableau 57 rassemble les principaux paramètres de fonctionnement des stations de Guéthary et Grasse (selon les périodes à une ou deux files) comme point de comparaison entre les systèmes.

Tableau 57 : Principaux paramètres de fonctionnement des BAM de Guéthary et Grasse

Paramètre	Guéthary été 2006	Grasse 1 BA*	Grasse 2 BA*
Flux de filtration, L/m ² .h	30	45 (moyenne)	
Perméabilité de la membrane, L/m ² .h.bar	153 - 192	162 - 194	172 - 204
Flux d'air spécifique, Nm ³ /h.m ²	0.41	0.18/0.22/0.27	
Température, °C	26 - 28	23.4 - 26.3	26.1 - 28.6
Concentration en MES, gMES/L	6.8 - 11.6	5.4 - 10.1	3.8 - 6.5
Age des boues, j	30 - 60	13 - 29	22 - 41
Temps de séjour hydraulique, h	19 - 48	13 - 21	29 - 49
Charge organique, kgDBO ₅ /kgMVS.j	0.02 - 0.05	0.06 - 0.14	0.11 - 0.25
Fréquence du rétrolavage, min	10	13 (moyenne)	
Durée du rétrolavage, s	45	50 (moyenne)	

*BA : Bassin d'aération

I.1. Propriétés physiques

I.1.1. Viscosité

La répétabilité de la mesure de viscosité est excellente puisque l'écart moyen à la moyenne est de 2.7%. La viscosité a été mesurée sur les boues de la station de Guéthary tout au long du suivi intensif de l'été 2006. Les variations de ce paramètre sont reproduites sur la Figure 71. On observe une baisse de cette viscosité au début du mois de juillet à la date qui correspond à la pose des diffuseurs supplémentaires le 11/07/2006. L'apport de nouveaux diffuseurs (688 au lieu de 448) a modifié les conditions hydrodynamiques du bassin par l'augmentation du stress mécanique et du taux de cisaillement. Ce phénomène s'est répercuté sur la taille des floes en la réduisant et ensuite en conséquence, sur la viscosité. En effet, la taille moyenne des floes à cette période est à son minimum à environ 50 µm et elle augmente ensuite (observations visuelles au microscope).

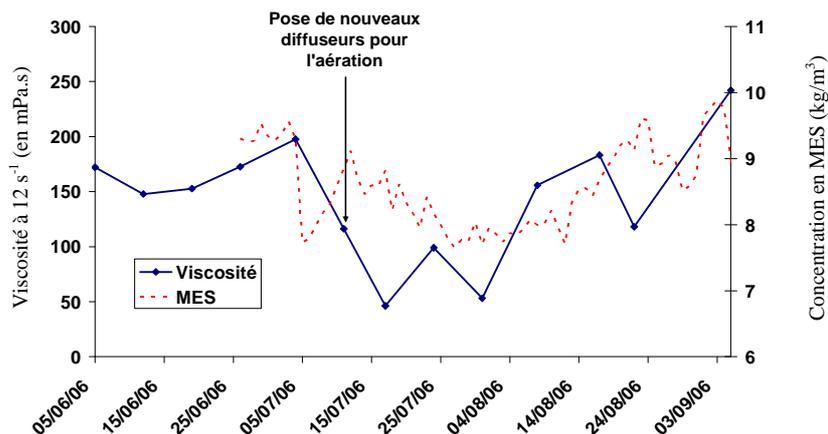


Figure 71 : Evolution de la viscosité durant le suivi de la station de Guéthary

La valeur de la viscosité des boues augmente début août pendant le pic de charge organique. Cependant, il est difficile de voir dans ces parallèles de quelconques relations de cause à effet car l'ensemble des différents paramètres varient simultanément et leurs effets sur les autres paramètres (ici, la viscosité) est plus ou moins important selon les conditions environnementales.

On peut néanmoins déjà conclure qu'il est difficile d'exploiter les résultats des propriétés des boues paramètre par paramètre. Une vision d'ensemble est nécessaire même si elle ne permet pas de tout expliquer.

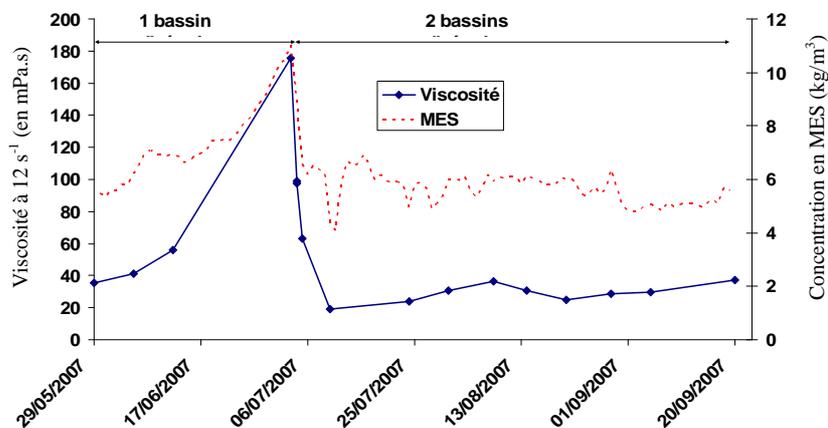


Figure 72 : Evolution de la viscosité durant le suivi de la station de Grasse

Les valeurs de viscosité des boues du BAM de Grasse sont plutôt constantes autour de 40 mPa.s à l'exception d'une forte augmentation début juillet (Figure 72). Cette élévation soudaine de viscosité correspond à la période pendant laquelle la concentration en MES de la boue du bassin d'aération de la file n°2 est en plein accroissement (par l'arrêt de l'extraction des boues) précédemment à la remise en route de la file n°1.

Ces valeurs de viscosité sont difficilement comparables avec celles rencontrées dans la littérature car les gradients de vitesse sont rarement identiques. Cependant, Oh *et al.* (2007)

ont utilisé un viscosimètre, un rotor et une vitesse de rotation similaires, mais les viscosités mesurées ont des valeurs plus faibles (autour de 25 mPa.s à comparer aux 150-200 mPa.s de cette étude à une concentration en MES de 10 kgMES/m³). Les auteurs ont effectué leurs tests sur deux pilotes de laboratoires utilisant des membranes planes avec une charge massique évaluée à environ 0.1 kgDBO/kgMVS.j pour une concentration en MES de 10 kgMES/m³ et un âge des boues supérieur à 200 jours. Les conditions opératoires de cette étude diffèrent de celles des deux stations réelles suivies et les boues ont alors des propriétés (et en l'occurrence la viscosité) également bien distinctes. Sur ce point, Reid *et al.* (2008) avaient observé des comportements rhéologiques différents selon la provenance des boues testées (5 installations réelles).

1.1.2. Indice de boues (IB)

L'indice de boues augmente en même temps que la charge pour la station de Guéthary (Figure 73). La charge organique augmentant, avec une concentration constante en boue, l'âge des boues diminue, les boues contiennent plus de matières organiques ce qui rend la décantation de la boue plus difficile. Toutefois, l'augmentation de l'indice de boues reste modérée (environ 40 mL/gMES).

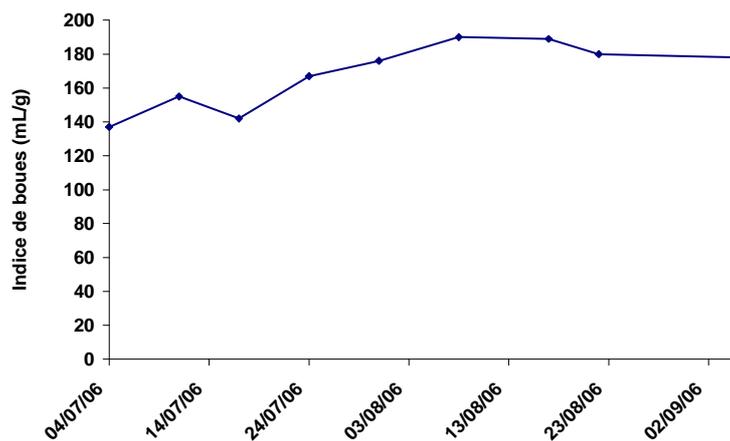


Figure 73 : Evolution de l'indice de boues durant le suivi de la station de Guéthary

La Figure 74 présente l'évolution de l'indice de boues sur la station de Grasse durant la période d'étude. Comme la viscosité, l'indice de boues est plus faible que pour les boues de la station de Guéthary. Par ailleurs, son évolution est caractérisée par une baisse pendant la phase à une seule file puis l'indice de boues revient à sa valeur initiale après la remise en route de la file n°1 et décroît finalement de manière continue. Les valeurs basses de l'indice de boues correspondent au pic en viscosité.

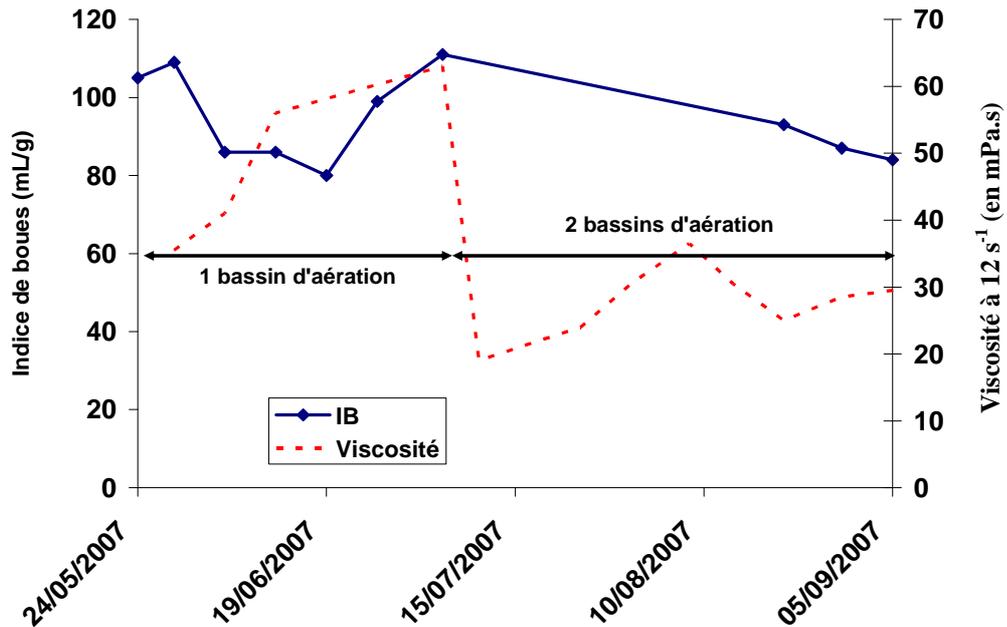


Figure 74 : Evolution de l'indice de boues durant le suivi de la station de Grasse

Cependant, les variations des indices de boues de ces deux BAM restent faibles et sont proches des valeurs observées par Pollice *et al.* (2007) qui se situent entre 100 et 125 mL/g pour une boue à 9 kgMES/m³.

I.2. Propriétés chimiques

I.2.1. Carbone organique

I.2.1.1 Evolution des concentrations en carbone organique

La Figure 75 propose l'évolution des concentrations en carbone organique sur le surnageant de la boue centrifugée (cCOT) et en COD (carbone organique dissous) sur l'installation de Guéthary. La différence entre cCOT et COD est d'environ 5 mg_C/L sur l'ensemble du suivi. Peu de valeurs sont disponibles pour ces paramètres mais on peut tout de même constater que le COD reste stable alors que le cCOT augmente à la fin du mois de juillet en même temps que la charge.

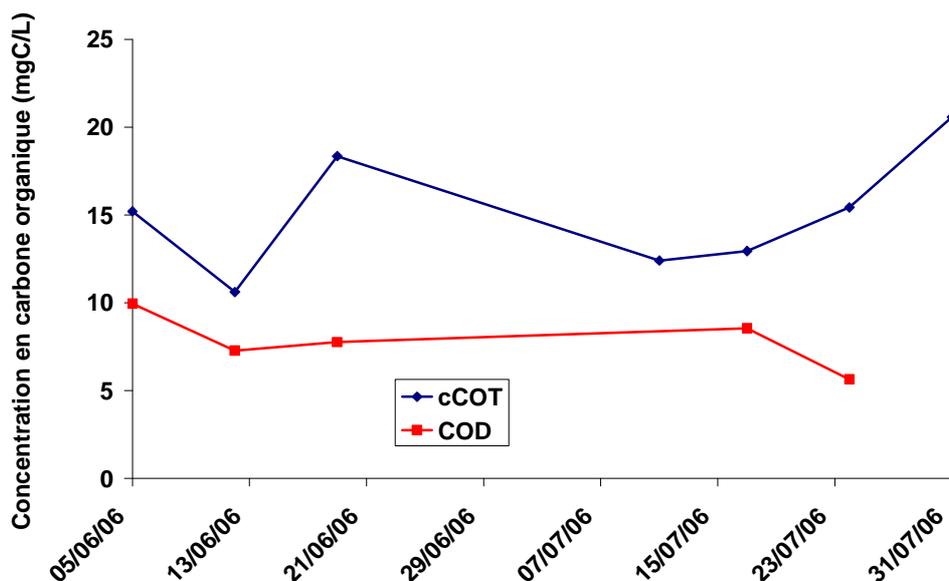


Figure 75 : Evolution des concentrations en cCOT et COD durant le suivi de la station de Guéthary

La Figure 76 présente l'évolution de ces deux paramètres sur la station de Grasse. Cette dernière fonctionnait avec une seule des deux files en mai et juin 2006, pendant cette période, les valeurs de cCOT se situent autour de 12 mg_C/L et les valeurs de COD commencent à 12 mg_C/L pour diminuer progressivement. Ensuite, lors du fonctionnement à deux bassins d'aération (donc à une charge massique inférieure), ces deux paramètres se stabilisent autour de 8 mg_C/L et la différence entre les deux devient nulle. La station a retrouvé un fonctionnement plus stable ce qui se traduit par des concentrations en composés organiques qui ne varient presque plus.

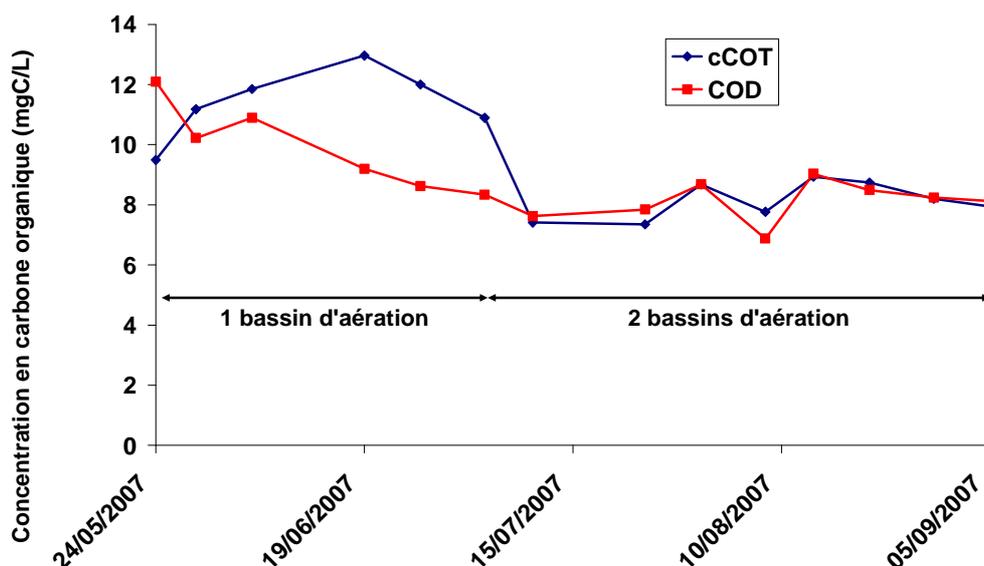


Figure 76 : Evolution des concentrations en cCOT et COD durant le suivi de la station de Grasse

I.2.1.2 Bilan sur les deux stations d'épuration

Le Tableau 58 montre que les valeurs moyennes en COT sont relativement similaires d'une station à l'autre à l'exception de la valeur de cCOT dans les boues de la station de Guéthary qui est plus élevée que pour les boues du BAM de Grasse. Dans les deux cas, les échantillons de boues proviennent du bassin principal où se situe l'aération par fines bulles. Cependant pour le BAM de Guéthary, les membranes du bioréacteur sont immergées dans le bassin d'aération impliquant un stress mécanique plus important pour les bactéries (aération décolmatante et dépression au niveau des membranes). Or Rosenberger et Kraume (2003) ont montré que la concentration en PMS augmentait avec le stress mécanique, les cellules produisent plus de substances organiques ce qui pourrait expliquer cette différence entre les deux stations.

Tableau 58 : Valeurs moyennes en COT pour les STEP de Guéthary (6 échantillons) et Grasse (15 échantillons)

	Moyenne COT (en $\text{mg}_C \cdot \text{L}^{-1}$)			Ratios (en %)		
	cCOT, in Eaux Usées	COT Boues	COT, out Perméat	$\frac{\text{COT, out}}{\text{cCOT, in}}$	$\frac{\text{COT, out}}{\text{cCOT}}$	$\frac{\text{cCOT}}{\text{cCOT, in}}$
Guéthary	65.2	15.1	7.8	18%	61%	26%
Grasse	62.8	8.9	6.7	13%	71%	16%

Les valeurs des concentrations en COT dans le perméat et en COD dans les boues sont proches des valeurs trouvées dans la littérature (Tao *et al.*, 2005 ; Fan *et al.*, 2006) avec des valeurs entre 5 et 15 mg_C/L . Par contre, les valeurs de cCOT dans les boues sont bien plus faibles sur les deux stations suivies que pour Fan *et al.* (2006) pour lesquels les concentrations en COT colloïdal sont de l'ordre de 5 à 50 mg_C/L . Cependant l'âge de boues dans cette étude est moins élevé (12 j) contrairement aux BAM étudiés ce qui peut expliquer ces différences.

I.2.2. EPS

I.2.2.1 Polysaccharides

L'évolution de la concentration en polysaccharides dans le surnageant de la boue centrifugée (cEPSc) pour la station de Guéthary est présentée sur la Figure 77. Elle est plutôt désordonnée avec des pics observés pour les mesures correspondant aux weekends des 14 juillet et 1^{er} août. Par contre, aucune augmentation significative n'est observée au niveau du weekend du 15 août (mais l'analyse a été effectuée le mardi suivant ce weekend).

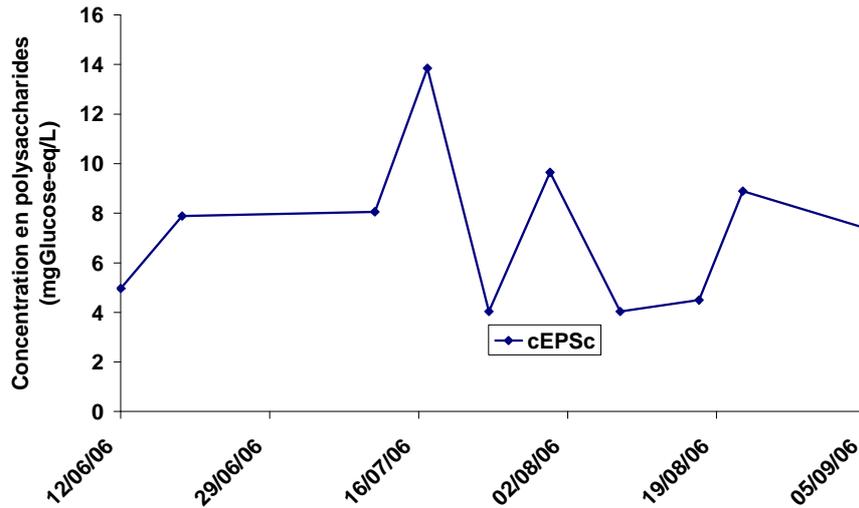


Figure 77 : Evolution des concentrations en cEPSc durant le suivi de la station de Guéthary

La Figure 78 présente les profils des concentrations en cEPSc et PMSc dans les boues pendant la période de suivi du BAM de Grasse. On observe comme pour le cCOT avec le COD à la fin du suivi une très faible différence entre cEPSc et PMSc. Aussi, les concentrations de ces deux paramètres sont presque nulles pour le prélèvement du 4 juillet, jour des essais d'aération et du passage à deux files. Trois valeurs plus fortes que les autres sont observées sur cette courbe les 19/06, 31/07 et 29/08. Ceux-ci ne correspondent pas à des modifications importantes du fonctionnement de l'installation (augmentation de la charge par exemple) et ils ne sont donc pas directement explicables par l'observation du fonctionnement de la station.

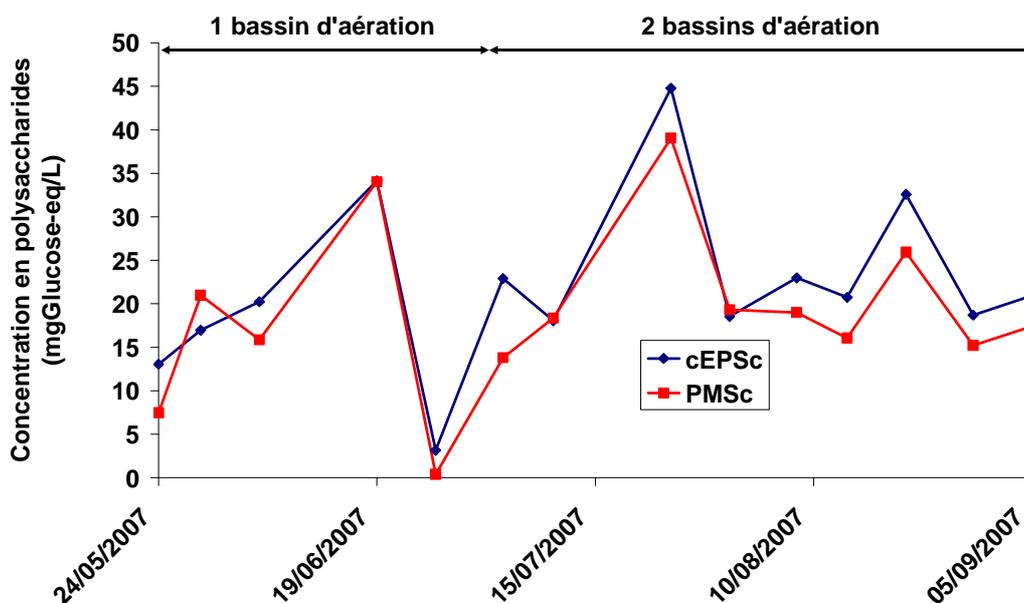


Figure 78 : Evolution des concentrations en cEPSc et PMSc durant le suivi de la station de Grasse

1.2.2.2 Protéines et substances humiques

Les concentrations en protéines et substances humiques du surnageant de la boue centrifugée du BAM de Guéthary ne montrent pas d'augmentation significative à la suite des weekends touristiques sur la Figure 79. Par contre, la concentration en cEPSP* augmente à la fin du mois d'août alors que la charge organique est plutôt en phase de diminution à l'approche de la fin de la période estivale.

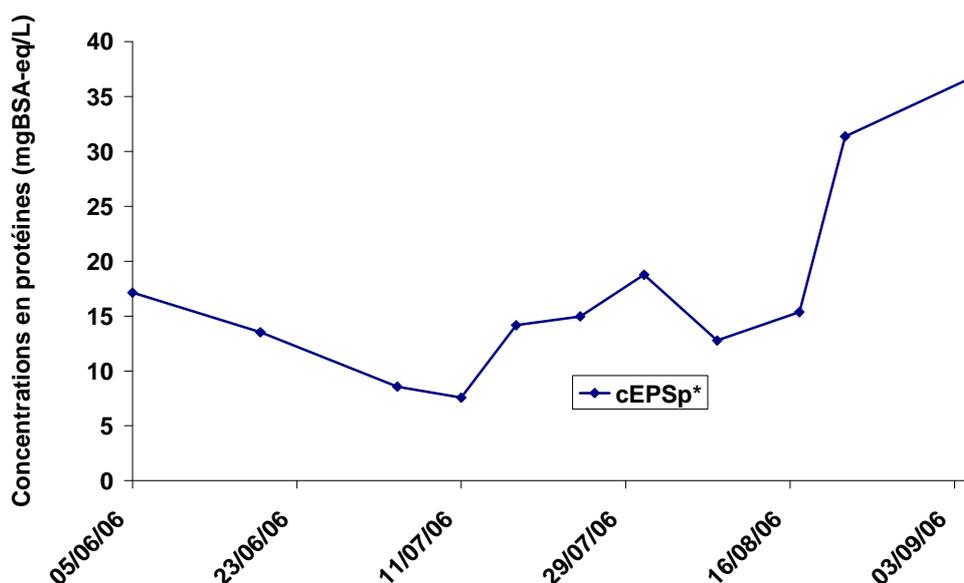


Figure 79 : Evolution des concentrations en cEPSP* durant le suivi de la station de Guéthary

Pour les boues de la station de Grasse, les concentrations en protéines et substances humiques cEPSP* et PMSp* sont du même ordre de grandeur que sur la station de Guéthary. La Figure 80 présente leurs évolutions qui commencent par une diminution suivie d'une stabilisation des concentrations à la fin du mois de juillet comme pour les paramètres cCOT et COD, conséquence probable de la remise en boue du bassin d'aération n°1 et le retour à un régime de fonctionnement de la station moins irrégulier.

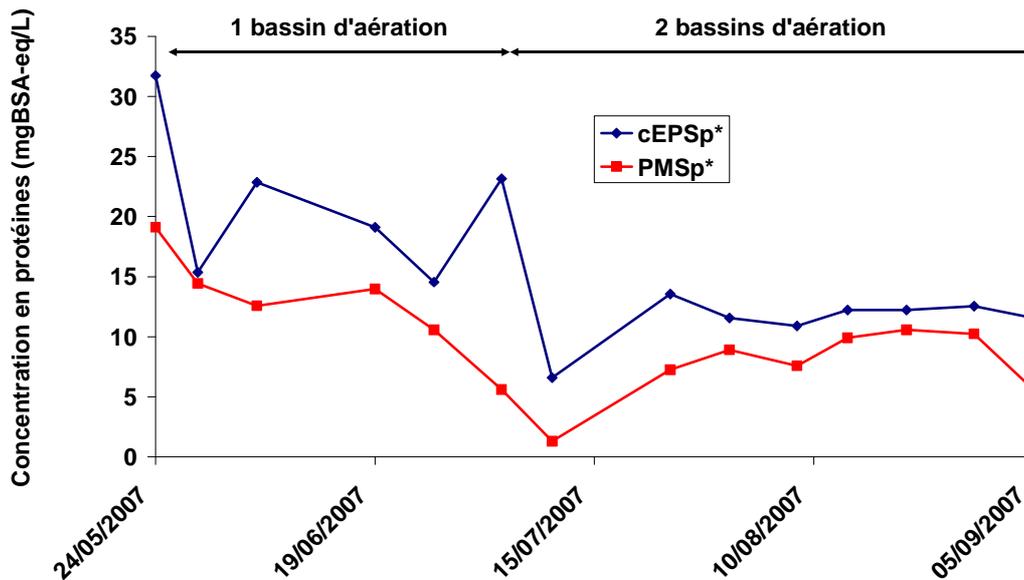


Figure 80 : Evolution des concentrations en cEPSp* et PMSp* durant le suivi de la station de Grasse

La différenciation entre protéines et substances humiques a été effectuée sur certains prélèvements de boues de la station de Grasse, ces résultats ne sont pas présentés ici car peu d'échantillons ont été effectués (8) et aucune relation n'a pu être établie avec les autres propriétés physico-chimiques des boues, avec les conditions opératoires ou encore les caractéristiques de la filtration (perméabilité et vitesse de colmatage moyennes).

1.2.2.3 Bilan sur les deux stations d'épuration

Les concentrations en cEPS sont plus élevées pour le BAM de Grasse que pour celui de Guéthary (Figure 81 et Figure 82) ce qui est en contradiction avec l'hypothèse du paragraphe 1.2.1.2. selon laquelle les concentrations en cCOT des boues de la station de Guéthary sont supérieures à celles de la station de Grasse du fait de la présence des membranes dans le bassin d'aération, source de stress cellulaire (Rosenberger et Kraume, 2003).

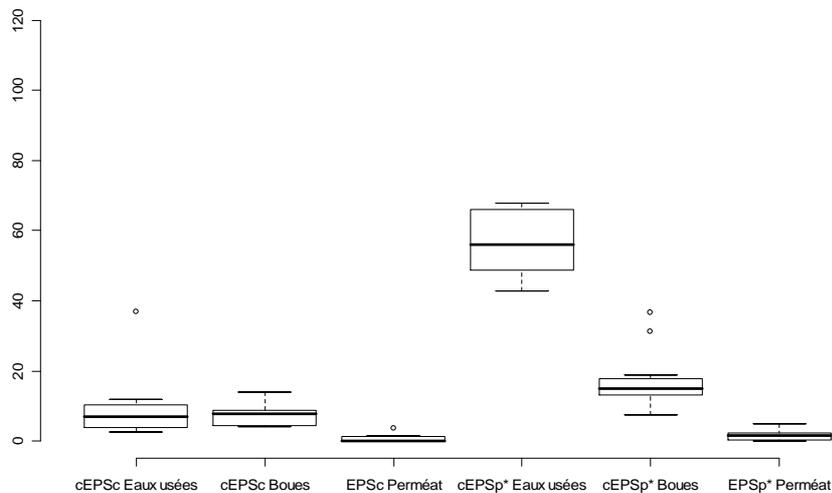


Figure 81 : Distribution des cEPSc et cEPSp* pour la station de Guéthary

La représentation par « box plots » des Figure 81 et Figure 82 permet de constater que la distribution des EPS dans les eaux usées, les boues et le perméat est similaire entre les deux stations. En effet, les polysaccharides sont dans les mêmes proportions entre les eaux usées et les boues pour les deux BAM, tout comme les concentrations en cEPSp* sont bien plus importantes dans les eaux usées que dans les boues. Cependant, les concentrations dans le perméat sont très faibles pour la station de Guéthary (1.1 mg_{Glucose-eq}/L et 2.1 mg_{BSA-eq}/L en valeurs moyennes pour les polysaccharides et les protéines et substances humiques respectivement) et bien supérieures pour la station de Grasse, en particulier pour les polysaccharides (18.6 mg_{Glucose-eq}/L et 7.4 mg_{BSA-eq}/L pour les protéines et substances humiques en moyenne).

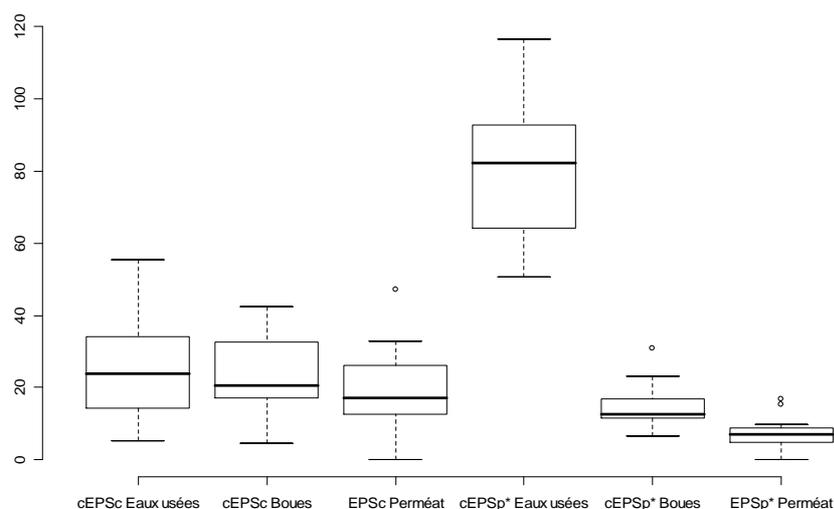


Figure 82 : Distribution des cEPSc et cEPSp* pour la station de Grasse

La raison pour laquelle les concentrations en cEPSc et cEPSp* dans les boues sont plus faibles pour la station de Guéthary peut provenir des âges de boues qui sont plus élevés pour ce BAM que pour celui de Grasse (de 38 à 90 jours contre de 19 à 41 jours).

Le Tableau 59 et le Tableau 60 résument, pour les BAM de Guéthary et de Grasse, les bilans en cEPSc et cEPSp* respectivement.

Tableau 59 : Valeurs moyennes des concentrations en polysaccharides pour les STEP de Guéthary (10 échantillons) et Grasse (14 échantillons)

	Moyenne cEPSc (en mg _{glucose-eq} .L ⁻¹)			Ratios (en %)		
	cEPSc, in Eaux Usées	EPSc Boues	EPSc, out Perméat	$\frac{EPSc, out}{cEPSc, in}$	$\frac{EPSc, out}{cEPSc}$	$\frac{cEPSc}{cEPSc, in}$
Guéthary	10.3	7.6	1.1	17%	17%	108%
Grasse	24.2	35.2	18.6	92%	77%	243%

Tableau 60 : Valeurs moyennes des concentrations en protéines et substances humiques pour les STEP de Guéthary (9 échantillons) et Grasse (14 échantillons)

	Moyenne cEPSp* (en mg _{BSA-eq} .L ⁻¹)			Ratios (en %)		
	cEPSp*, in Eaux Usées	EPSp* Boues	EPSp*, out Perméat	$\frac{EPSp*, out}{cEPSp*, in}$	$\frac{EPSp*, out}{cEPSp*}$	$\frac{cEPSp*}{cEPSp*, in}$
Guéthary	57.4	19.0	2.1	4%	14%	33%
Grasse	79.0	14.9	7.4	9%	52%	19%

Malgré des âges de boues plus élevés (110 j) et une charge massique similaire à celle mesurée sur la station de Guéthary (0.08 kgDCO/kgMVS.j), Massé *et al.* (2006) ont observé des concentrations en PMSc dans les boues en moyenne sur une semaine d'étude (37.2 mg_{Glucose-eq}/L) supérieures aux concentrations en cEPSc dans les boues du BAM de Guéthary. Elles sont néanmoins proches des concentrations en cEPSc du BAM de Grasse (Tableau 59) qui subit une charge massique plus élevée et un âge de boues plus faible que le pilote de Massé *et al.* (2006). Cependant, les valeurs de concentrations en PMSc sont plus faibles dans les boues et plus élevées dans le perméat de la station de Grasse (19.6 et 19.1 mg_{Glucose-eq}/L respectivement) par rapport aux données recueillies par Massé *et al.* (2006) avec 37.2 et 8.2 mg_{Glucose-eq}/L respectivement.

Cependant, si on compare les valeurs de concentrations dans le soluble (PMS) d'après le Tableau 61, on observe de larges différences avec des concentrations dans les eaux usées de Grasse supérieures à celles utilisées par Massé *et al.* (2006) alors que les concentrations dans les boues sont bien plus faibles pour la station de Grasse.

Tableau 61 : Concentrations moyennes en PMS pour la station de Grasse et sur une semaine de l'étude de Massé *et al.* (2006) avec Ab = 110 j et une charge massique de 0.08 kgDCO/kgMVS.j

		PMSc (en mg _{glucose-eq} .L ⁻¹)	PMSp (en mg _{BSA-eq} /L)	PMSsh (en mg _{AH-eq} /L)
Grasse	Eaux usées	18.4	19.6	19.1
	Boues	28.8	0.9	0
	Perméat	65.1	16.9	13.4
Massé <i>et al.</i> (2006)	Eaux usées	10.4	37.2	8.2
	Boues	9.3	8.9	1.9
	Perméat	43.7	28.0	22.5

Il semblerait que les concentrations dans les boues sur installations réelles soient de manière générale moins élevées que sur installations pilotes. En effet, Lyko *et al.* (2008) ont mesuré des concentrations en PMSp et PMSc de l'ordre de 2 à 10 mg/L dans les boues d'une installation réelle soumise à une charge massique inférieure à 0.05 kgDBO₅/kgMES.j et avec des âges de boues supérieurs à 25 j.

Le niveau de stress apporté aux bactéries dans une installation pilote est probablement plus important que sur installation réelle. Le passage de l'installation vraie grandeur au pilote doit avoir des effets sur les bactéries avec, par exemple, une influence de l'aération et de l'agitation différente ou un ratio taille de la membrane par rapport à celle du bassin plus élevé sur installation pilote.

I.3. Pouvoir colmatant de la boue

La propension de la boue à colmater les membranes a été caractérisée par deux paramètres estimés par les tests de filtrabilité de la boue, le produit $\alpha_a.C$ et le ratio $\alpha_a.C/MES$. Le produit $\alpha_a.C$ est une propriété du dépôt sur la membrane (celle utilisée pendant les tests en filtration

frontale) alors que le ratio $\alpha_a.C/MES$ a un sens physique différent, la concentration en MES n'est pas tout à fait égale à C car certaines molécules solubles peuvent se déposer sur la membrane par des effets de concentration. La filtrabilité de la boue, ou capacité de celle-ci à être filtrée à travers la membrane, est inversement proportionnelle à ces deux paramètres.

Les évolutions du produit $\alpha_a.C$ et du ratio $\alpha_a.C/MES$ sont reproduites sur la Figure 83 pour la boue de la station de Guéthary. On observe sur cette figure deux pics pour $\alpha_a.C$ et un seul pour $\alpha_a.C/MES$. Le 26/06/06, une augmentation soudaine de $\alpha_a.C$ a été observée mais par contre, le ratio $\alpha_a.C/MES$ est resté plutôt constant. Ce phénomène peut s'expliquer par une augmentation de la concentration en MES résultant en une boue plus difficile à filtrer. Ensuite, ces deux paramètres augmentent parallèlement à la charge massique jusqu'à atteindre la valeur de $1.2 \times 10^{14} \text{ m}^{-1}$ pour $\alpha_a.C$ et $2 \times 10^{10} \text{ m}^2/\text{kg}$ pour $\alpha_a.C/MES$ le 8 août 2006. Puis les valeurs de ces deux variables reviennent à leur valeur initiale au début du mois de septembre.

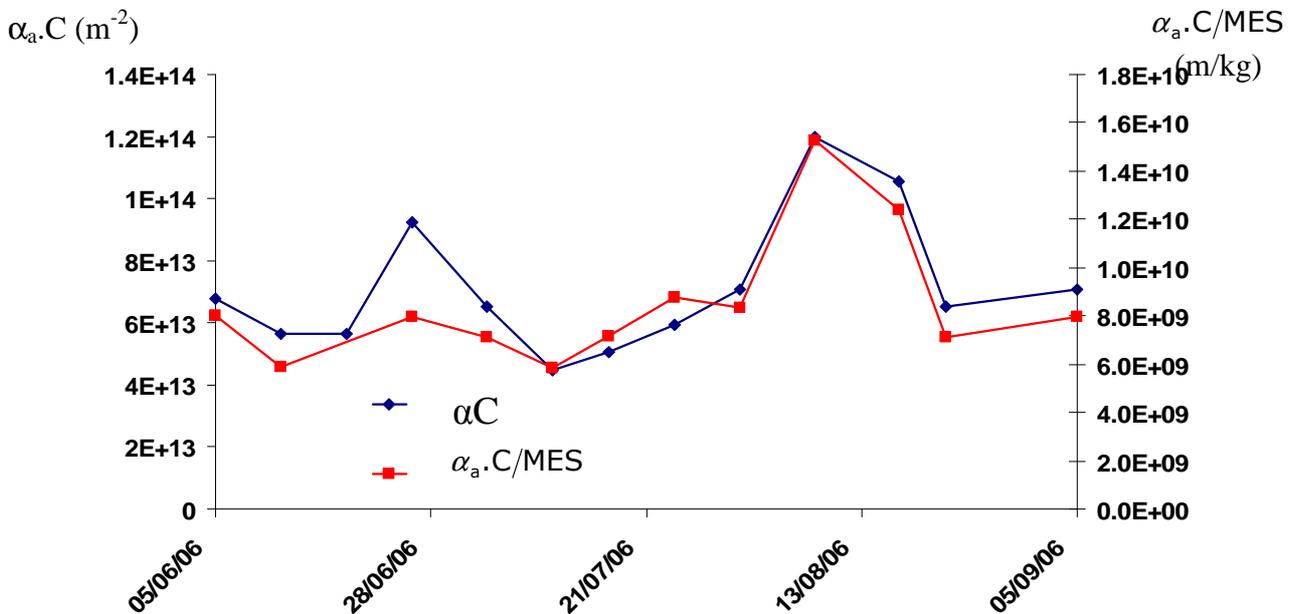


Figure 83 : Evolution des paramètres $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$ durant le suivi de la station de Guéthary

Les valeurs de $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$ dans les boues du BAM de Grasse sont assez variables avec deux fortes valeurs quand la station fonctionne sur une seule file suivie d'une importante diminution lors du remplissage du bassin d'aération n°1 et le passage à deux files.

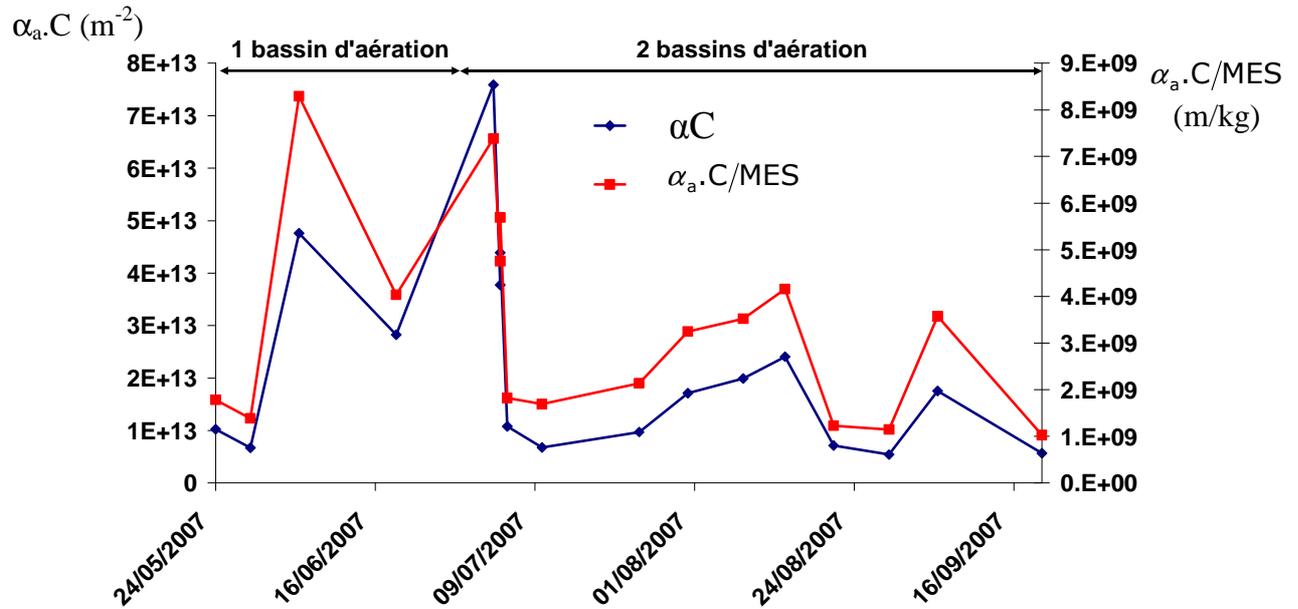


Figure 84 : Evolution des paramètres $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$ durant le suivi de la station de Grasse

Pollice *et al.* (2007) ont mesuré dans un BAM une résistance spécifique à la filtration α de l'ordre de 6.10^{11} m/kg pour une concentration de 9 gMES/L et autour de 2.10^{11} m/kg pour une boue à 12 gMES/L. Le pilote de cette étude a fonctionné pendant 330 jours sans extraction de boues, ainsi, la concentration en MES a augmenté jusqu'à se stabiliser à 24 gMES/L après le 210^{ième} jour. Les valeurs de résistances spécifiques sont plus élevées que celles mesurées sur les stations de Guéthary et Grasse mais les conditions opératoires sur le pilote sont très spécifiques, avec notamment une charge massique assez élevée mais dégressive avec l'augmentation de la concentration en MES (du fait d'un apport en polluant constant).

II - Propriétés physico-chimiques des boues et conditions opératoires

Les évolutions temporelles des propriétés physico-chimiques apportent peu d'informations *a priori* sur les interactions entre celles-ci. Une analyse statistique a donc été réalisée sur l'ensemble des données, c'est la méthode de Spearman qui a été choisie étant donné le faible nombre d'échantillons et également parce que le but recherché n'était pas d'établir des relations purement linéaires (comme c'est le cas avec la méthode de Pearson) mais d'observer l'influence des paramètres entre eux que les relations soient linéaires, exponentielles, logarithmiques ou autres. La méthode de Spearman appliquée sur deux variables consiste à trouver un coefficient de corrélation (r_s) non pas entre les valeurs prises par ces deux variables (méthode de Pearson) mais entre les rangs de ces valeurs.

II.1. Interrelations entre propriétés physico-chimiques des boues

II.1.1. Viscosité et concentration en MES

La concentration en MES aurait pu également être considérée comme une condition opératoire car c'est un paramètre que l'opérateur de la STEP peut faire varier via l'extraction des boues, mais pour les besoins de ce travail, elle a été classée dans les propriétés physico-chimiques des boues.

II.1.1.1 Viscosité et MES : test préalable

La bibliographie fait état d'un lien entre la concentration en MES et la viscosité (voir Partie I, « Synthèse bibliographique », II.4.2.4.). Ainsi, un test de dilution d'une boue de BAM a été entrepris afin d'évaluer l'impact de la concentration en MES sur la viscosité. Une boue à environ 7 gMES/L issue de la station de Guéthary a été diluée à des concentrations autour de 6, 5 et 3.5 gMES/L par soit de l'eau d'entrée, soit de l'eau de sortie (perméat).

L'essai porte uniquement sur trois dilutions mais il montre tout de même une forte dépendance de la viscosité avec la concentration en MES. La Figure 85 montre que cette relation peut être représentée par une droite ou par une exponentielle. Toutefois, le faible nombre de mesures ne permet pas de déterminer quelle fonction décrit le mieux la variation de la viscosité avec la concentration en MES.

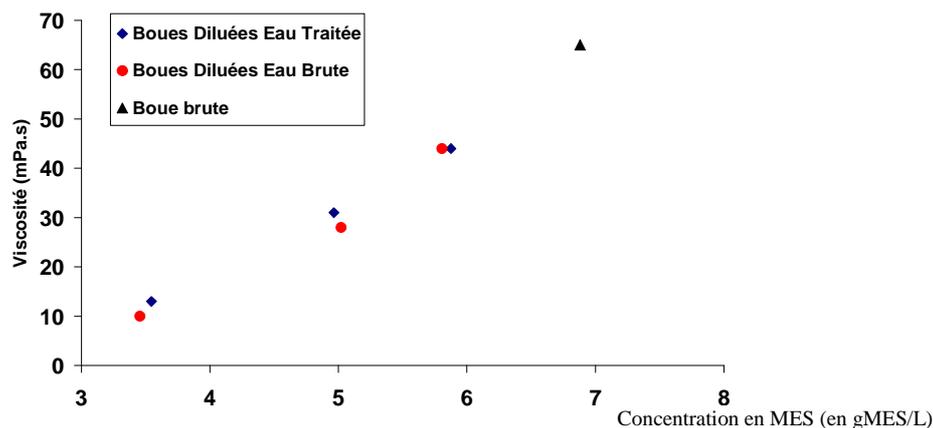


Figure 85 : Viscosité (à 12 s^{-1}) d'une boue à différentes concentrations obtenues par dilution par de l'eau d'entrée et de l'eau de sortie

L'intérêt de diluer par de l'eau traitée et de l'eau brute est d'éviter des changements trop importants de pression osmotique et de limiter au maximum l'influence des autres composantes de la boue (matières solubles et colloïdales). Toutefois, celles-ci sont en partie retenues par les membranes et la composition de l'eau brute est différente de celle des boues. Cependant on peut observer que les matières en suspension sont le principal facteur influençant la viscosité puisque les résultats sont très proches pour les deux types de dilutions.

II.1.1.2 Viscosité et MES pour les BAM de Guéthary et Grasse

Quoique la relation soit relativement faible pour la station de Guéthary ($r_s = 0.62$, p -value < 0.05), une corrélation bien meilleure a été établie avec les boues de la STEP de Grasse ($r_s = 0.84$, p -value < 0.01). Cette différence de qualité des corrélations provient probablement de la gamme plus large de concentration en MES pour le BAM de Grasse (de 4000 à 10300 gMES/m^3) que pour celui de Guéthary (de 6800 à 11600 gMES/m^3). La Figure 86 présente la courbe des valeurs de viscosité en fonction de la concentration en MES des boues pour les deux BAM.

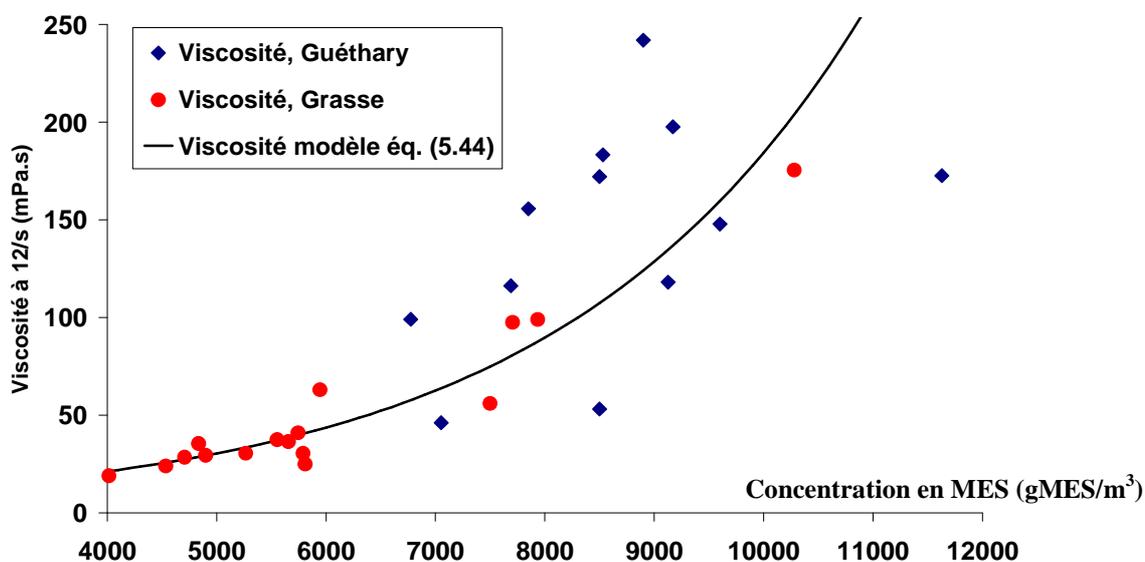


Figure 86 : Viscosité en fonction de la concentration en MES pour les stations de Guéthary et Grasse

La courbe de la Figure 86 peut être représentée par une droite mais elle est mieux modélisée par une fonction exponentielle comme Trussell *et al.* (2007) l'ont déjà montré avec une variation des coefficients de la fonction exponentielle selon l'âge des boues (10j, 20j et 30j) ou comme Reid *et al.* (2008) plus récemment.

Les échantillons des deux stations ont été regroupés afin d'établir la relation suivante :

$$\mu_s = 5.308 \times e^{0.36 \times \text{MES}} \quad (\text{avec MES en gMES/L}) \quad (5.44)$$

Malgré les différences de fonctionnement entre les deux stations, on observe une certaine continuité entre les deux BAM pour la dépendance de la viscosité avec la concentration en MES même si les valeurs de la viscosité pour la station de Guéthary semblent supérieures pour une même concentration en MES à celles de la STEP de Grasse.

II.1.2. Matière organique dans le surnageant

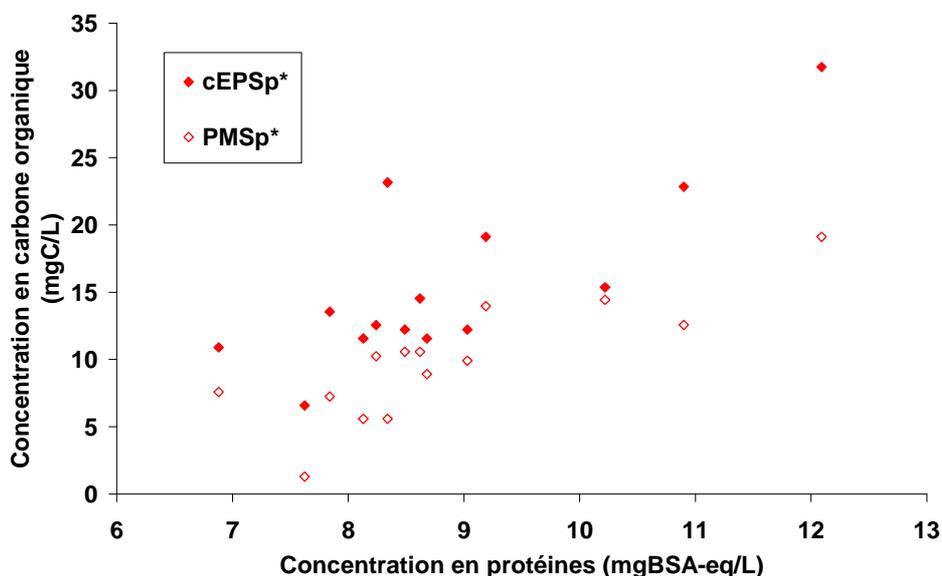
La concentration en protéines et substances humiques et celle en carbone organique dissous (COD) peuvent être reliées comme le montre la Figure 87 pour la station de Grasse. Ce résultat n'est pas surprenant car les protéines et les substances humiques sont des composés organiques qui représentent une large part du COD. Cependant, aucune relation n'a pu être établie entre la concentration en cCOT ou COD avec les concentrations en polysaccharides (cEPS_c ou PMS_c) mais cette dernière est plus faible que les concentrations en cEPS_p* et PMS_p* et a donc moins d'influence sur la concentration en COD.

Le Tableau 62 regroupe les coefficients de corrélation des droites de régression pour les relations entre les différentes fractions du COT et celles des protéines et substances humiques pour le BAM de Grasse. Le lien entre EPS et COT a déjà été établi par deux études, Fan *et al.* (2006) et Lyko *et al.* (2008). Les auteurs de la première ont observé une corrélation entre l'augmentation des PMS et celle du « COT colloïdal », défini comme la différence de COT entre le filtrat sur filtre 1.5 µm et après filtration sur une membrane d'ultrafiltration à 0.04 µm. La seconde étude relie les polysaccharides avec le carbone organique dissous (COD), phénomène qui n'a pas été observé ici car les coefficients de corrélation des droites de régression entre COT et polysaccharides sont très mauvais.

De plus, concernant les cCOT, une relation a pu être observée avec la concentration en MES ($r_s = 0.75$, p -value < 0.01) mais aucune avec le carbone organique dissous, COD ($r_s = 0.41$, p -value = 0.15) pour la STEP de Grasse. Les mesures de COT sur la station de Guéthary étaient trop peu nombreuses pour avoir des statistiques intéressantes et pertinentes, c'est pourquoi aucune n'a pu être établie au cours de ce travail.

Tableau 62 : Coefficients de corrélation r_s pour les concentrations en carbone organique total et celles en protéines et substances humiques pour la STEP de Grasse (p -value < 0.01 pour toutes)

Coefficient de corrélation r_s	cTOC	DOC
cEPS _p *	0.71	0.69
PMS _p *	0.70	0.84

**Figure 87 : Concentrations en carbone organique en fonction des concentrations en protéines des boues de la station de Grasse**

II.1.3. Indice de boues dilué (IB)

Si on s'intéresse aux indices de boues dilués (IB), des différences entre les deux stations apparaissent une fois de plus. En effet, ces derniers ont pu être corrélés avec la concentration en polysaccharides du surnageant des boues centrifugées, cEPS_c, pour le BAM de Grasse ($r_s = -0.76$, p -value = 0.04) et avec la charge massique pour la station de Guéthary ($r_s = 0.86$, p -value = 0.02). Cependant, ni la charge massique pour la STEP de Grasse ($r_s = -0.17$, p -value = 0.69) ni la concentration en cEPS_c pour le BAM de Guéthary ($r_s = -0.54$, p -value = 0.17) n'ont pu être mis en relation avec l'indice de boues.

Néanmoins, pour les relations mises en évidence sur chacune des stations, les signes des corrélations sont cohérents. Tout d'abord, lorsque la charge organique augmente, une plus grande quantité de matières organiques est introduite dans le bioréacteur et la conséquence sur la décantabilité de la boue est une détérioration de cette dernière et donc un indice de boues qui augmente.

Dans les travaux sur le sujet, Ng et Hermanowicz (2005) ont reporté une diminution de l'indice de boues avec l'augmentation de la concentration en EPS tout comme Reid *et al.* (2008) qui ont relié l'indice de boues avec la concentration en protéines dans les floccs. Une augmentation de la concentration en EPS (en polysaccharides dans cette étude) aide les floccs à

se stabiliser (c'est d'ailleurs le but des bactéries lorsqu'elles en secrètent) et la décantabilité de la boue s'améliore (diminution de l'IB).

On pourrait croire à une contradiction entre ces deux corrélations car d'une part l'augmentation de la charge organique (et donc l'entrée de composés organiques dans le système) induit une diminution de la décantabilité des boues et par contre, l'augmentation de la concentration en polysaccharides dans la boue améliore celle-ci. Pourtant, dans la deuxième relation, les polysaccharides proviennent des sécrétions des bactéries qui ont pour but la stabilisation des floes sur lesquels leurs colonies se sont accrochées, améliorant leur décantation. Alors que dans le premier cas, l'enrichissement de la boue en composés organiques (des polluants non secrétés par les bactéries) va modifier certaines propriétés de la matrice de la boue et en particulier diminuer sa décantabilité.

Contrairement à ce qu'ont pu observer Pollice *et al.* (2007), aucune diminution de l'indice de boues n'a pu être corrélé avec une augmentation de la concentration en MES sur les deux BAM ou avec une augmentation de l'âge des boues (Massé *et al.* (2006) et Ng et Hermanowicz (2005)). Généralement, dans le cas d'étude sur installations pilotes, les conditions opératoires (charge, âge des boues, aération, ...) sont définies et maintenues sur de longues périodes et les variations du système sont limitées à une seule de ces conditions d'opération à la fois. L'influence d'un paramètre sur le colmatage est donc plus facilement mise en évidence. Cependant, les phénomènes d'atténuation entre facteurs ou au contraire d'augmentation d'effets ne peuvent pas être correctement étudiés sur pilotes. En revanche, sur installations réelles, les conditions opératoires varient toutes simultanément rendant difficile le transfert des résultats des pilotes aux installations réelles.

II.2. Influence des conditions opératoires sur les propriétés physico-chimiques des boues

L'influence de certaines conditions opératoires sur les propriétés des boues a également été étudiée. Les évolutions de l'âge des boues, de la charge massique et de l'apport journalier d'air par l'aération par fines bulles ont été comparées à celles des propriétés physico-chimiques des boues.

Concernant la station d'épuration de Grasse, l'âge des boues n'a pas pu être calculé avec l'extraction des boues car la concentration en boues extraites était inconnue rendant impossible la quantification de la masse de boues extraite par jour (Partie II « Matériels et méthodes », 1.4.3.). Elle a donc été estimée avec la charge organique et la production de boues moyenne calculée au cours d'une période sans extraction de boues. C'est la raison pour laquelle l'âge des boues et la charge massique sont inversement proportionnels et donc les relations avec les autres paramètres sont identiques (avec un coefficient de corrélation de la droite de régression r_s de signe opposé).

Le Tableau 63 rassemble les relations entre les propriétés physico-chimiques et les conditions opératoires observées sur la STEP de Grasse. Celles-ci se résument aux concentrations en matières organiques et plus particulièrement dans la fraction soluble (COD et PMSp*). La Figure 88 présente l'évolution de la concentration en COD et celle de la concentration en cCOT en fonction de l'âge des boues. Malgré les faibles concentrations, on observe tout de même une logique diminution de la concentration en carbone organique lorsque l'âge des boues augmente. De longs temps de séjour des boues permettent une meilleure dégradation de la pollution, même si le plus faible des âges de boues mesurés est déjà assez élevé (19.4 jours).

Tableau 63 : Corrélations entre la charge massique et les concentrations en cCOT, COD, cEPSp* et PMSp* dans les boues du BAM de Grasse

Relations avec la charge massique	r_s	p -value
cCOT	0.58	0.05
COD	0.69	< 0.05
cEPSp*	0.48	0.11
PMSp*	0.62	< 0.05

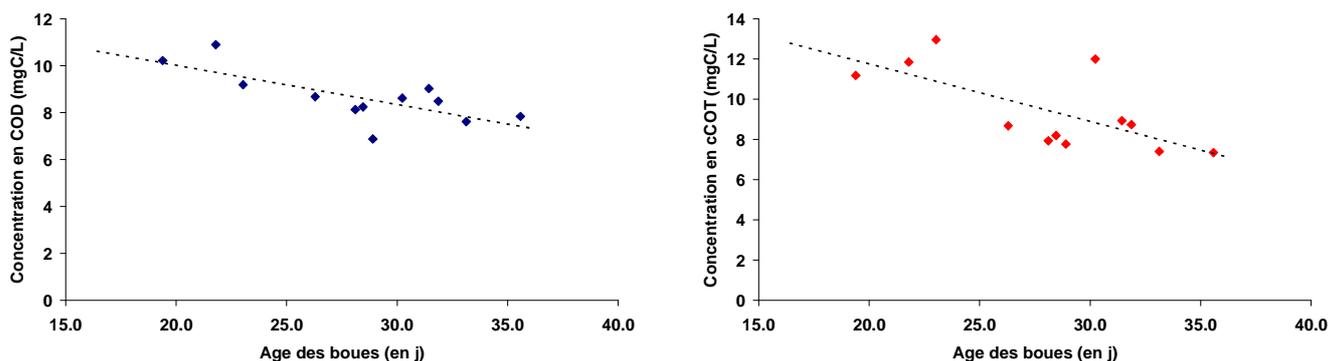


Figure 88 : Relation entre la concentration en carbone organique dissous (COD) dans les boues du BAM de Grasse avec l'âge des boues (NB : l'échelle des abscisses commence à l'âge de boues de 15 jours)

Les propriétés physico-chimiques des boues du BAM de Guéthary semblent moins influencées par les conditions opératoires puisque la seule relation observée concerne la charge massique et l'indice de boues ($r_s = 0.90$ et p -value < 0.01) dont l'évolution est représentée sur la Figure 89. L'entrée de polluants par l'eau d'entrée semble donc faire diminuer la décantabilité des boues déjà évoquée en II.1.3.

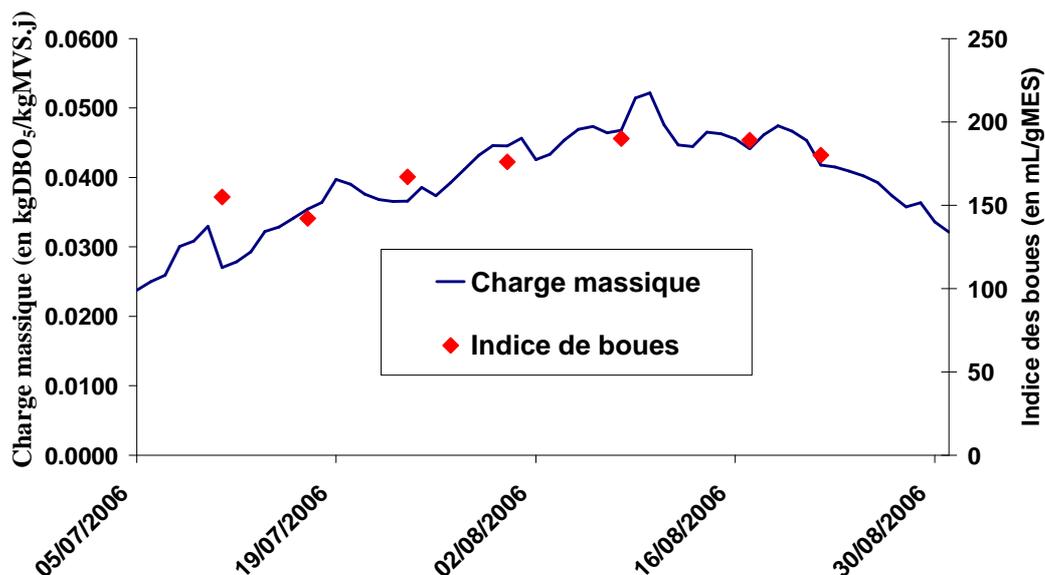


Figure 89 : Charge massique et indice de boues pour la station de Guéthary

Les raisons pour lesquelles il semble plus difficile d'établir des relations avec les propriétés physico-chimiques des boues et les conditions opératoires sur la STEP de Guéthary peuvent provenir des âges de boues qui sont encore plus élevés que pour la station de Grasse et qui réduisent ainsi d'autant plus les variations possibles des concentrations en matières organiques dans les boues. En outre, les variations de ces conditions opératoires se font de manière continue sur le BAM de Guéthary au contraire de la STEP de Grasse où l'arrêt puis le redémarrage du bassin d'aération n°1 a entraîné des modifications importantes et brutales des paramètres du système avec pour conséquence un impact plus important pour les propriétés des boues.

III - Interactions des paramètres avec le colmatage

Dans ce troisième chapitre, l'influence des propriétés physico-chimiques des boues et des conditions de fonctionnement des stations sur les paramètres caractérisant le colmatage a été étudiée. D'une part, l'impact sur le pouvoir colmatant, représenté par $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$, a été considéré dans le but de déterminer les paramètres les plus influents pour ce pouvoir colmatant. Ensuite, l'influence de l'ensemble des paramètres suivis avec les caractéristiques de la filtration à travers les moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage a été examinée. Finalement, le pouvoir colmatant a été comparé aux caractéristiques de la filtration afin de déterminer si cette propriété de la boue à un instant donné a un impact sur la perméabilité et la vitesse de colmatage qui peuvent être considérées comme des données intégrées. C'est-à-dire qu'elles conservent les traces de l'historique de leurs interactions passées avec la boue (voir III.2).

III.1. Pouvoir colmatant des boues

Chaque test de filtrabilité permettant de calculer $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$ a été doublé et la répétabilité de la mesure est bonne (4% d'écart en moyenne et 10% au maximum). La Figure 90 présente les évolutions du produit $\alpha_a.C$ et de la charge massique pour la station de Guéthary sur les étés 2005 et 2006. Le coefficient de corrélation de la droite de régression entre ces deux paramètres est élevé en 2006 avec $r_s = 0.96$ (p -value < 0.01) alors que la même relation a été observée en 2005 mais avec un coefficient de corrélation pour la droite de régression moins bon ($r_s = 0.60$ et p -value = 0.07). Concernant le BAM de Grasse, les évolutions de la charge massique et du ratio $\alpha_a.C$ sont reproduites sur la Figure 91, la relation entre ces deux paramètres est bien plus faible que dans le cas de la station de Guéthary ($r_s = 0.38$, p -value = 0.21) avec toutefois un fonctionnement de la station qui n'était pas stabilisé. De plus, si un échantillon est retiré du calcul statistique, le coefficient de corrélation de la droite de régression devient nettement meilleur ($r_s = 0.65$, p -value < 0.05). Ces phénomènes ont également été observés avec le ratio $\alpha_a.C/MES$ avec des coefficients de corrélation des droites de régression correspondantes similaires.

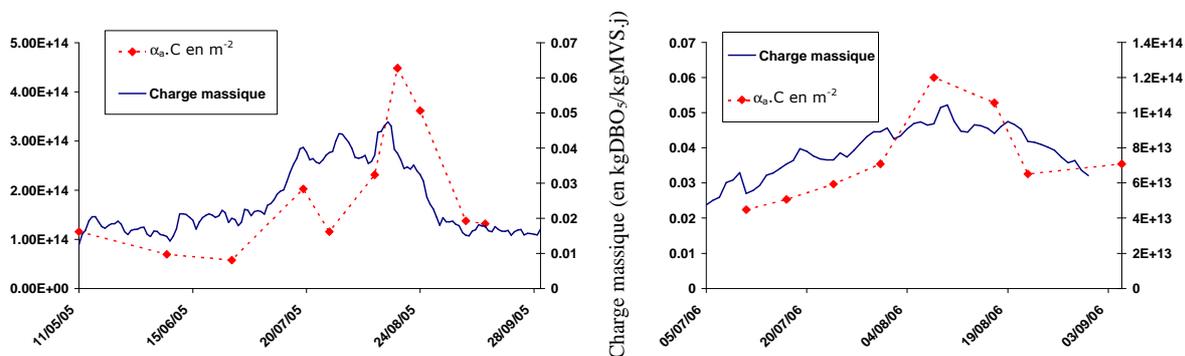


Figure 90 : $\alpha_a.C$ et charge massique pour la station de Guéthary, été 2005 (gauche) et été 2006 (droite)

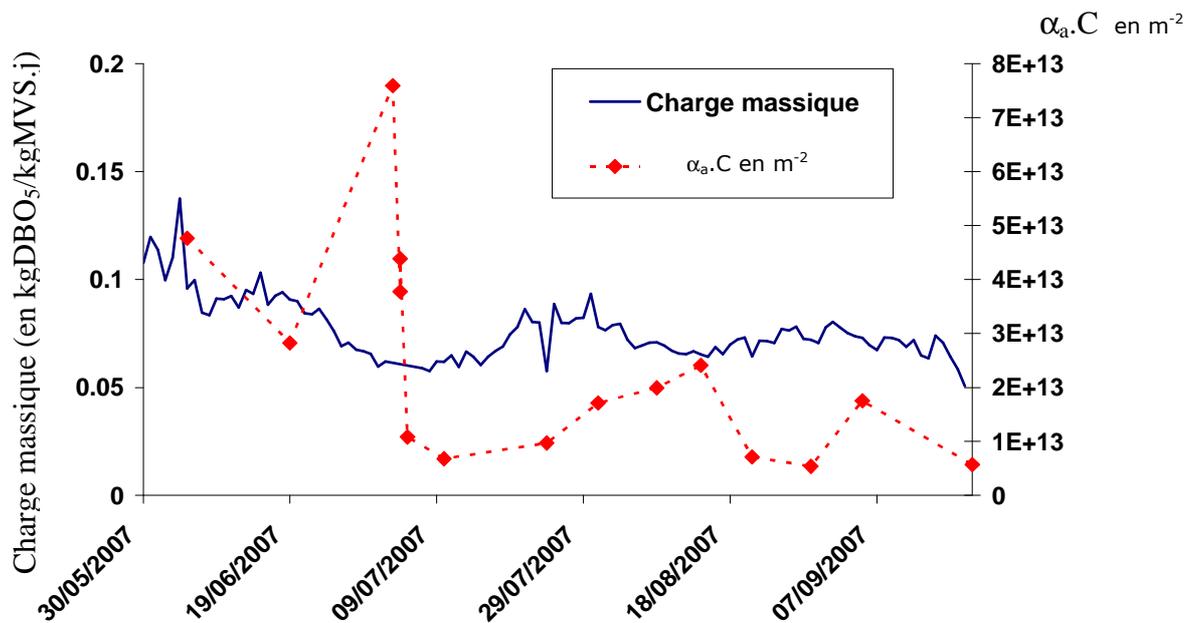


Figure 91 : $\alpha_a.C$ et charge massique pour la station de Grasse, été 2007

L'âge des boues peut également être mis en relation avec soit le produit $\alpha_a.C$ ou le ratio $\alpha_a.C/MES$ pour la STEP de Guéthary avec $r_S = -0.73$ pour $\alpha_a.C$, (p -value < 0.05) et $r_S = -0.84$ pour $\alpha_a.C/MES$ (p -value < 0.01). Au contraire, aucune interdépendance entre l'âge des boues et $\alpha_a.C$ ou $\alpha_a.C/MES$ n'a pu être mise en évidence sur la station de Grasse avec $r_S = -0.38$ pour $\alpha_a.C$, (p -value = 0.20) et $r_S = -0.45$ pour $\alpha_a.C/MES$ (p -value = 0.24) même si la Figure 92 semble montrer une tendance à la diminution avec l'augmentation de l'âge des boues.

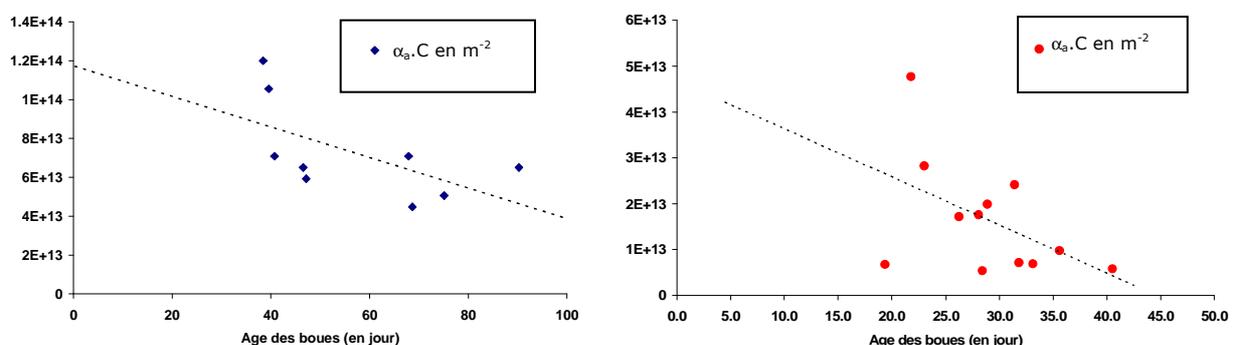


Figure 92 : $\alpha_a.C$ et âge des boues pour les stations de Guéthary (gauche) et de Grasse (droite)

D'une part, la plus faible gamme d'âge de boues pour la station de Grasse (de 19 à 41 jours) en comparaison de celle du BAM de Guéthary (de 38 à 90 jours) et d'autre part, l'instabilité du système ont pu influencer les résultats.

Massé *et al.* (2006), confirmés par Al-Halbouni *et al.* (2008), ont montré que plus l'âge des boues était élevé et plus la concentration en PMS dans les boues diminuait entraînant une augmentation de la filtrabilité de ces dernières. Le suivi des propriétés physico-chimiques des

boues des BAM de Guéthary et Grasse pendant ce travail corrobore les résultats de ces deux études.

Au cours de ce travail, l'évolution de la filtrabilité a pu aussi être corrélée avec les évolutions d'autres propriétés des boues : la viscosité, l'indice de boues (IB), la concentration en cTOC dans la boue et la concentration en MES. Les résultats sont rapportés dans le Tableau 64 pour les deux paramètres $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$. Les cases grisées de ce tableau représentent les relations qui semblent intéressantes ($r_s > 0.50$ et p -value < 0.05). On peut remarquer que selon la station étudiée la pertinence des relations varie fortement, la seule corrélation commune concerne la viscosité et le produit $\alpha_a.C$. Les autres relations sont spécifiques à une installation et ne s'appliquent pas à l'autre (de par leurs caractéristiques et leurs conditions opératoires).

Tableau 64 : Corrélations entre le produit $\alpha_a.C$, le ratio $\alpha_a.C/MES$ et quelques propriétés physico-chimiques des boues

Coefficient de corrélation r_s p -value	STEP de Guéthary		STEP de Grasse	
	$\alpha_a.C$	$\alpha_a.C/MES$	$\alpha_a.C$	$\alpha_a.C/MES$
Viscosité	0.55	0.07	0.63	0.56
	<0.05	0.81	<0.05	<0.05
IB	0.78	0.7	-0.52	-0.48
	<0.05	<0.05	0.20	0.24
cCOT	0.66	0.89	0.46	0.38
	0.10	<0.05	0.20	0.24
MES	0.28	-0.35	0.73	0.60
	0.38	0.27	<0.01	<0.01

Fan *et al.* (2006) n'ont pas trouvé de relation entre l'indice de boues et le flux critique, pourtant, il semblerait que cet indice soit relié d'une façon ou d'une autre avec la filtrabilité de la boue. En effet, le produit $\alpha_a.C$ et le ratio $\alpha_a.C/MES$ furent corrélés positivement avec l'indice de boues pour la STEP de Guéthary (Tableau 64). Ainsi, une augmentation de l'indice de boues s'effectue en parallèle d'une augmentation de $\alpha_a.C$ (ou $\alpha_a.C/MES$) et donc d'une altération de la filtrabilité. C'est pourquoi, l'indice de boues semble être un paramètre intéressant pour évaluer l'impact des propriétés de la boue sur les caractéristiques de la filtration, tout comme van der Roest *et al.* (2002) l'ont déjà mentionné. Les auteurs avaient utilisé ce paramètre pour évaluer la filtrabilité de la boue.

Lorsque les corrélations du Tableau 64 sont statistiquement satisfaisantes au point d'avoir des relations potentielles, les signes des coefficients des droites de régression restent cohérents avec ce qu'on peut logiquement attendre. En effet, une augmentation de la viscosité ou de la concentration en matières organiques semble être reliée à un pouvoir colmatant de la boue plus élevé.

Il existe plusieurs types de matières organiques que l'on peut classer selon leurs origines parmi lesquelles celles apportées par l'effluent, celles produites par la biomasse (UAP pour « Utilization-associated products ») et aussi celles provenant de la mort de la biomasse (BAP

pour « Biomass-associated products »). Certains de ces composés organiques vont provoquer une augmentation de l'indice de boues et diminuer sa décantabilité, notamment ceux provenant de l'effluent. D'autres, au contraire, vont aider à stabiliser les floccs et contribuer à une meilleure décantabilité de ces derniers. Toutes les substances organiques n'ont pas non plus le même effet concernant le colmatage puisque certaines vont contribuer à celui-ci en s'adsorbant à la surface de la membrane et en aidant à la formation du biofilm alors que d'autres substances n'auront peu ou pas d'effets.

III.2. Interactions avec les caractéristiques de la filtration

La filtration a été caractérisée par les moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage. Ces paramètres peuvent être considérés comme des données intégrées car ils sont la conséquence de l'historique de la membrane et de son interaction avec son environnement.

La perméabilité membranaire est influencée par les lavages de restauration de la membrane, l'ensemble des charges organiques précédemment reçues par la station ou encore le flux de filtration et le débit d'aération décolmatante. Effectivement, la perméabilité la plus haute est observée après un lavage chimique et celle-ci diminuera d'autant plus que le flux de filtration est élevé ou le débit d'aération par grosses bulles est faible. L'aération décolmatante est un excellent moyen d'améliorer le flux de filtration et donc la perméabilité des membranes (Cabassud *et al.*, 2001).

La vitesse de colmatage est aussi sujette au même phénomène d'influence par les événements passés puisqu'on peut considérer que selon le degré de colmatage de la membrane, le potentiel de cette dernière à colmater va varier et aura donc un impact sur la vitesse de colmatage de la membrane. En effet, on peut supposer que moins les pores de la membrane sont occupés (après un lavage chimique par exemple) et plus son potentiel à colmater sera important. Donc, dans les mêmes conditions environnementales (propriétés des boues, conditions opératoires, stress mécanique, etc...), sa vitesse de colmatage sera plus élevée que pour une membrane dont les pores seraient déjà pratiquement tous obstrués. Le paramètre « vitesse de colmatage » présente également un caractère instantané de part sa nature de dérivée par rapport au temps et doit donc aussi être influencé directement par les propriétés du système à l'instant « t ».

C'est dans ce contexte que les interactions entre ces caractéristiques de la filtration et les données plutôt instantanées que sont les propriétés des boues et surtout les conditions opératoires ont été étudiées. Cependant, les propriétés physico-chimiques des boues sont influencées par les conditions opératoires (charge massique, aération, etc..) sur le long terme et peuvent être difficilement qualifiées de données instantanées. On peut considérer que pour chaque propriété de la boue, il existe un intervalle de temps précédant la mesure de cette propriété à l'instant « t » pendant lequel les variations des conditions opératoires auront une influence sur cette mesure. Cependant la durée de ces intervalles est selon toute

vraisemblance bien plus courte que pour les caractéristiques de la filtration pour lesquelles l'ensemble de la durée de vie de la membrane a un impact sur le fonctionnement de celle-ci. Dans un premier temps, aucune relation entre les caractéristiques de la filtration avec n'importe lequel des paramètres étudiés n'a pu être observée avec les données de la STEP de Grasse (Tableau 65).

Par contre, le Tableau 65 montre que sur la station de Guéthary, la moyenne journalière de la perméabilité peut être associée avec la concentration en cEPS_p*, l'apport journalier en air par l'aération par fines bulles et l'indice de boues. De même, la vitesse moyenne journalière de colmatage semble être reliée à l'âge des boues, l'indice de boues et aussi à la concentration en cEPS_p* (même si la valeur de la probabilité p est légèrement supérieure à la limite d'acceptabilité : p -value = 0.06).

Tableau 65 : Coefficients de corrélation entre les caractéristiques de la filtration et les autres paramètres

Coefficient de corrélation r_s p -value	Moyenne journalière de la perméabilité		Moyenne journalière vitesse de colmatage	
	Guéthary	Grasse	Guéthary	Grasse
cEPS _p	-0.78 < 0.01	-0.38 0.18	0.59 0.06	-0.52 0.07
Age des boues	0.06 0.96	0.36 <0.01	0.51 <0.01	-0.16 0.62
Charge massique	-0.17 0.43	-0.37 <0.01	-0.42 <0.01	0.16 0.59
Apport journalier d'air par fines bulles	-0.58 <0.01	0.09 0.33	0.06 0.17	0.25 <0.01
Indice de boues	-0.70 0.04	0.01 0.97	0.77 0.02	-0.08 0.83

Parmi les conditions opératoires d'un BAM, l'âge des boues est reconnu comme étant le facteur le plus important vis-à-vis des caractéristiques de la filtration (Le-Clech *et al.*, 2006) et ainsi, par répercussion, la charge massique joue également un rôle très important. Sur installations pilotes, l'âge des boues et la charge massique ne varient pas en continu. Pour tester l'influence d'un paramètre sur les propriétés de la filtration, on attend généralement la stabilisation du système (idéalement, deux âges de boues). Sur installations réelles, toutes les conditions opératoires varient de manière continue et l'établissement de corrélations entre les paramètres devient plus difficile mais néanmoins très intéressante afin de clarifier quels sont les paramètres qui ont le plus d'influence et d'étudier l'interaction entre les influences de chaque paramètre.

La relation établie entre l'âge des boues et la moyenne journalière de la vitesse de colmatage, celle-ci reste faible ($r_s = 0.51$, p -value < 0.01 dans le Tableau 65) et surtout le signe de la corrélation est problématique. En effet, une augmentation de l'âge des boues apporterait une augmentation de la vitesse moyenne de colmatage, ce qui est en désaccord avec la plupart des études sur le sujet. Ceci souligne une fois de plus la nécessité de relativiser les relations trouvées comme tous les paramètres sont reliés les uns aux autres. Une explication possible de

ce phénomène serait qu'une diminution de l'âge de boues est la traduction d'une augmentation de la charge massique avec pour conséquence une plus grande durée d'aération par fines bulles journalière et ainsi une meilleure hydrodynamique au niveau de la membrane (Delrue et Racault, 2007).

Le Tableau 65 montre que pour le BAM de Guéthary, une relation entre l'apport journalier d'air par l'aération par fines bulles et la moyenne journalière de la perméabilité a pu être établie mais pas avec la vitesse moyenne journalière de colmatage. Cependant, lorsque les données sont réduites à la période du 4 juillet au 9 août (lorsqu'un seul surpresseur est utilisé et avec la nouvelle configuration de diffuseurs), le coefficient de corrélation de Spearman pour la droite de régression entre la vitesse moyenne journalière de colmatage et l'âge des boues devient bien meilleur ($r_s = -0.69$, p -value < 0.01). De plus, le nombre d'échantillons (36) permet l'utilisation de la méthode de Pearson et celle-ci donne des résultats satisfaisants également ($r_p = -0.67$, p -value < 0.01).

L'augmentation du temps de fonctionnement journalier de l'aération par fines bulles implique une meilleure hydrodynamique et un stress mécanique plus important au niveau de la membrane pouvant améliorer la filtration de la boue.

Dans le cas de l'installation de Grasse où les membranes sont immergées dans des bassins séparés, l'influence de l'aération par fines bulles (fonctionnant dans le bassin d'aération) est logiquement nulle comme le montre le Tableau 65. Cependant, l'apport journalier d'air par l'aération par grosses bulles n'a pas non plus pu être mis en relation avec les caractéristiques de la filtration même si vraisemblablement, le débit d'air des grosses bulles semble avoir un impact sur la perméabilité et la vitesse de colmatage (voir Partie III « Etude de trois installations réelles de bioréacteurs à membranes », III.3.).

Le Tableau 65 présente également les résultats de l'influence de l'indice de boues sur les caractéristiques de la filtration, relations déterminées une nouvelle fois uniquement pour le BAM de Guéthary. Les coefficients de corrélation des deux droites de régression sont relativement bons, ainsi, il semblerait que lorsque la décantabilité de la boue diminue (augmentation de l'IB), les caractéristiques de la filtration déclinent également se traduisant par une vitesse de colmatage plus importante et une perméabilité plus faible.

III.3. Pouvoir colmatant et caractéristiques de la filtration

Le pouvoir colmatant de la boue a été estimé dans ce travail à l'aide de tests effectués dans une cellule à filtration frontale sur une membrane spécifique afin d'avoir une propriété de la boue et non pas le résultat de son interaction avec le BAM (aération décolmatante, propriétés de la membrane, agitation, ...). De plus, la filtration s'effectue de manière tangentielle dans les BAM, les conditions sont donc assez différentes et on peut se demander s'il existe une influence directe entre ce pouvoir colmatant de la boue et les caractéristiques de la filtration (perméabilité et vitesse de colmatage).

L'évolution de la moyenne journalière de la perméabilité n'a pu être associée avec celles du produit $\alpha_a.C$ ou du ratio $\alpha_a.C/MES$ pour aucune des deux stations. Néanmoins, la moyenne journalière de la vitesse de colmatage a pu être corrélée avec les deux paramètres de la filtrabilité $\alpha_a.C$ ($r_s = 0.65$, $p\text{-value} < 0.05$) et $\alpha_a.C/MES$ ($r_s = 0.73$, $p\text{-value} < 0.01$) pour la station de Guéthary. Par contre, la filtrabilité des boues de la STEP de Grasse n'a pas non plus pu être mise en relation avec la vitesse de colmatage pour les raisons déjà évoquées : les conditions opératoires qui sont très changeantes et l'interaction entre paramètres qui fait varier leur influence sur le colmatage selon les situations.

Les résultats sur le BAM de Guéthary confirment toutefois l'intérêt d'utiliser les paramètres $\alpha_a.C$ et $\alpha_a.C/MES$ comme indice de pouvoir colmatant des boues des BAM.

IV - Conclusion - Contraintes des études sur installations réelles

Ce chapitre de conclusion propose une synthèse des résultats avec la comparaison des deux stations étudiées suivie d'un paragraphe concernant les contraintes d'étude sur les bioréacteurs à membranes de taille industrielle et de quelques perspectives pour la suite de ce travail.

IV.1. Synthèse des résultats

Les paramètres qui ont été suivis pendant cette étude sont rassemblés dans le Tableau 66 alors que le Tableau 67 résume les principales corrélations entre paramètres des BAM de Guéthary et Grasse. Quatre catégories ont été distinguées :

- les relations entre propriétés des boues (II.1)
- les relations entre propriétés des boues et conditions opératoires (II.2)
- les relations impliquant le pouvoir colmatant ($\alpha_a.C$ ou $\alpha_a.C/MES$) (III.1)
- les relations impliquant les caractéristiques de la filtration (les moyennes journalières de la perméabilité et de la vitesse de colmatage) (III.2 et III.3)

On remarque alors une nette distinction entre les STEP de Guéthary et Grasse puisque les relations observées sur la première se classent pour la plupart dans les deux dernières catégories (hormis une seule corrélation) et concernant la station de Grasse, à l'exception de deux relations, elles se situent toutes dans les deux premières catégories.

Tableau 66 : Récapitulatif des paramètres utilisés pour cette étude

Propriétés physico-chimiques des boues		Conditions opératoires	Caractéristiques de la filtration
Propriétés physiques	Propriétés chimiques		
Viscosité	MES	Charge massique	Moyenne journalière de la perméabilité
IB	COD	Age des boues	
$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_a.C \\ \alpha_a.C/MES \end{array} \right.$	cCOT	Apport journalier d'air en fines bulles	Moyenne journalière de la vitesse de colmatage
	cEPSP*		
	PMSp*		
	cEPSc		
	PMSc		

Il a donc été plus facile d'établir des corrélations entre paramètres physico-chimiques et conditions opératoires sur la station de Grasse. L'explication pourrait provenir des fortes variations de ceux-ci dues aux modifications successives de fonctionnement sur la station (une seule file puis deux). Par contre, le caractère trop rapide de ces importantes variations ne permet pas l'observation d'un impact direct sur les caractéristiques de la filtration.

Pour la station de Guéthary, les variations observées sont également importantes (notamment la charge massique) mais sur une échelle de temps plus longue et donc l'impact de ces variations sur le pouvoir colmatant et sur les caractéristiques de la filtration a pu être observé.

Tableau 67 : Récapitulatif des principales relations pour les stations de Guéthary et Grasse

Station	Relation	r_s	p -value	Catégorie
Grasse	viscosité et MES	0.84	< 0.01	Relations entre propriétés des boues
Grasse	cCOT et cEPS _p *	0.71	< 0.01	
Grasse	cCOT et MES	0.75	< 0.01	
Grasse	IB et cEPS _c	-0.76	< 0.05	
Grasse	COD et âge des boues	-0.69	< 0.05	Relations entre propriétés des boues et conditions opératoires
Grasse	PMS _p * et âge des boues	-0.62	< 0.05	
Grasse	charge massique et cEPS _p *	0.62	< 0.05	
Grasse	charge massique et COD	0.69	< 0.05	
Guéthary	IB et âge des boues	-0.90	< 0.01	Relations avec le pouvoir colmatant ($\alpha_a.C$ ou $\alpha_a.C/MES$)
Guéthary	$\alpha_a.C$ et charge massique	0.96	< 0.01	
Guéthary	$\alpha_a.C/MES$ et âge des boues	-0.84	< 0.01	
Guéthary	$\alpha_a.C$ et IB	0.78	< 0.05	
Guéthary	$\alpha_a.C$ et viscosité	0.55	< 0.05	
Grasse	$\alpha_a.C$ et viscosité	0.63	< 0.05	
Grasse	$\alpha_a.C$ et MES	0.73	< 0.01	Relations avec les caractéristiques de la filtration
Guéthary	perméabilité et cEPS _p *	-0.78	< 0.01	
Guéthary	perméabilité et aération	-0.58	< 0.01	
Guéthary	perméabilité et IB	-0.70	< 0.01	
Guéthary	vitesse de colmatage et IB	0.77	< 0.05	
Guéthary	$\alpha_a.C/MES$ et vitesse de colmatage	0.73	< 0.01	

IV.2. Contraintes des études sur installations réelles

Plusieurs facteurs interviennent conjointement dans le phénomène de colmatage comme le montrent Le-Clech *et al.* (2006) ; c'est la raison pour laquelle sur installations pilotes on ne fait varier qu'un paramètre à la fois afin de limiter la variabilité du système. Cependant, la spécificité de ces conditions opératoires et aussi de la configuration du BAM ou de la nature de l'effluent rendent difficile l'établissement de relations entre paramètres même sur installations pilotes et les exemples contradictoires sont nombreux dans la littérature scientifique (voir Partie I « Synthèse bibliographique »).

Comme cela a déjà été plusieurs fois souligné, contrairement aux installations pilotes, l'ensemble des conditions opératoires varient en continu sur installations réelles ce qui complexifie d'autant plus l'établissement de relations entre paramètres.

Ainsi avec l'exemple des stations de Guéthary et Grasse qui ont des modes de fonctionnement éloignés, cette hypothèse est confirmée puisqu'on retrouve des relations différentes selon ces deux bioréacteurs à membrane. Finalement, des précautions se doivent donc d'être prises concernant les relations du Tableau 67 car en aucun cas, il est établi que ces relations seront retrouvées sur tous les bioréacteurs à membranes. Celles-ci constituent une piste de recherche sur installations réelles pour les paramètres les plus influents concernant le colmatage des membranes des bioréacteurs de taille industrielle.

Ainsi, parmi les paramètres étudiés, on peut noter que la viscosité et l'indice de boues semblent donner de bons résultats et les mesures étant plutôt simples, il est intéressant de continuer les recherches dans ce sens.

Concernant les EPS, peu de relations ont pu être établies, cependant, contrairement à ce que les articles sur le sujet rapportent généralement, c'est la somme protéines et substances humiques (à travers cEPSp* pour la station de Guéthary) qui semble avoir le plus d'influence sur le colmatage dans cette étude. Les protéines et substances humiques n'ont pas été différenciées pendant la plupart du suivi mais elles l'ont toutefois été pour certains échantillons de boues de la station de Grasse. Aucune relation avec ces concentrations (PMSsh, PMSp, cEPSsh ou cEPSp) n'a pu être observée. Cependant, le nombre d'échantillons a été limité (8) réduisant la probabilité d'obtenir des résultats probants. Il faut toutefois souligner que les méthodes de dosage peuvent être améliorées (notamment avec l'utilisation des micro-méthodes) et qu'un suivi sur de plus longues périodes apporterait davantage d'informations.

La mesure des concentrations en carbone organique (cCOT et COD) semble intéressante du point de vue de la caractérisation des propriétés physico-chimiques des boues. Pour la station de Grasse, en effet, les concentrations en cCOT et COD semblent être assez influencées par les conditions opératoires (le nombre réduit de mesures sur les boues du BAM de Guéthary a empêché l'observation de tendances).

Les polymères extracellulaires ont aussi été dosés dans les eaux résiduaires urbaines et le ratio entre la concentration en protéines (et substances humiques) sur celle en polysaccharides a été étudié. Selon le travail d'Arabi et Nakhla (2008), plus ce ratio est important dans les eaux usées et plus la vitesse de colmatage sera grande. Les auteurs ont ainsi observé la meilleure perméabilité avec le plus faible des ratios testés. Ces relations n'ont pu être confirmées sur ce travail mais le ratio cEPSp*/cEPSc dans les eaux usées a pu être mis en relation avec l'indice de boues ($r_s = 0.74$ et $p\text{-value} < 0.05$) pour le BAM de Grasse. Il semblerait également que la charge organique ait un impact sur ce ratio, ce dernier diminuerait avec l'augmentation de la charge entrante ($r_s = -0.60$ et $p\text{-value} < 0.05$), également pour la station de Grasse. Le ratio protéines sur polysaccharides semble donc être une piste de recherche intéressante pour la définition de paramètres influant le colmatage.

Au cours des suivis, les autres formes de caractérisation du pouvoir colmatant des boues (CST, TTF, etc... voir partie « Synthèse bibliographique », II.3.1.2.) n'ont pu être testées, il serait intéressant de pouvoir comparer les différentes approches sur installations réelles et d'établir celle qui montre le plus d'influence sur le colmatage (à travers les caractéristiques de la filtration que sont la perméabilité et la vitesse de colmatage).

Plusieurs fois, la problématique de la durée de la période de suivi est revenue car par nature, plus le suivi est long et plus la probabilité d'établir des relations entre paramètres est

importante. De plus, sur des systèmes comme les bioréacteurs à membranes où les âges de boues sont importants (on peut aussi raisonner sur la durée de vie des membranes...), le temps d'étude du système a un fort impact sur les résultats. Cependant, les études sur installations réelles nécessitent de gros investissements d'un point de vue matériel (capteurs à installer, échantillonneurs, etc...) et aussi humains (suivi des capteurs, prélèvements, analyses en laboratoire, ...) ce qui limite la durée possible de ces études. La technologie des bioréacteurs à membrane évolue rapidement et de nouveaux systèmes apparaissent chaque année (nouveaux modèles de membranes ou nouvelles configurations) ce qui nécessite de pouvoir passer du suivi d'une station d'épuration à une autre assez rapidement.

Enfin, en comparant les deux stations étudiées (comme au chapitre précédent IV.2.), les relations observées sur l'une ne le sont pas forcément sur la deuxième ce qui montre bien la difficulté de trouver des paramètres dominants permettant de caractériser l'impact direct des boues sur le colmatage. Ce travail a montré que l'approche utilisant le pouvoir colmatant des boues $\alpha_a.C$ (ou $\alpha_a.C/MES$) est une voie intéressante. Il semble cependant encore difficile de prévoir la capacité à colmater d'une boue, première étape d'une modélisation future de ce colmatage dans le but de l'associer avec les modèles biologiques de type ASM.

Conclusion

Rappel des objectifs :

Trois bioréacteurs à membranes de taille réelle ont été étudiés afin de mener une démarche de modélisation. Le but de ce projet était d'aboutir à une meilleure compréhension et une meilleure gestion du procédé. La modélisation peut s'appliquer aux deux aspects de ce procédé : le traitement biologique et la filtration. La première a fait l'objet de quelques publications mais jusqu'ici uniquement à partir de résultats obtenus sur installations pilotes, il s'agissait donc de passer à une approche s'appuyant sur des données d'installation vraie grandeur. Pour la seconde modélisation, la filtration, elle est de plus en plus étudiée sur installations pilotes mais les modèles résultants sont encore difficilement utilisables sur installations réelles. En effet, les interactions entre la membrane et son environnement direct (boues activées, débits de filtration, conditions hydrodynamiques, ...) restent incertaines notamment sur installations réelles où les paramètres varient en permanence.

L'étude des trois bioréacteurs à membranes a été conduite afin de permettre le calage du modèle biologique ASM1 et d'étudier sur installations vraies grandeurs les propriétés physico-chimiques des boues en lien avec les paramètres de fonctionnement. Compte tenu de la complexité du travail de modélisation sur ces systèmes, le travail s'est focalisé sur l'installation pour laquelle les données étaient les plus nombreuses, les plus facilement accessibles, et qui présentait le moins de difficultés a priori, la station de Guéthary. Les propriétés physico-chimiques des boues activées, les conditions d'opération et les paramètres de la filtration (perméabilité moyenne et vitesse de colmatage) ont également été examinés sur deux stations dans le but de caractériser le système « membranes/boues » sur installations réelles.

Méthodologie :

Deux catégories de données ont été acquises pendant le suivi des trois sites d'études : celles de type informatique (supervisions et capteurs supplémentaires du Cemagref) et celles résultant des analyses physico-chimiques (sur échantillons moyens 24h entrée et sortie et sur des prélèvements ponctuels de boues). Les bilans entrée/sortie sur échantillons moyens 24h et les analyses sur les boues activées ont été réalisés à une fréquence hebdomadaire (bihebdomadaire parfois pour les bilans entrée/sortie). Une fréquence journalière aurait été idéale afin de mettre en relation ces analyses avec les données des capteurs moyennées sur une journée. Cependant, la distance avec les sites (qui a nécessité l'utilisation de colis isothermes pour deux des trois BAM), le temps nécessaire pour réaliser les analyses et le chevauchement des suivis des stations ont empêché toute diminution de la fréquence des analyses.

Le nombre peu élevé d'analyses physico-chimiques sur les boues a limité les possibilités d'analyses statistiques et les choix de mises en relation des paramètres tels que : les propriétés

des boues activées, les conditions opératoires et les caractéristiques de la filtration. Ainsi, l'analyse en composantes principales ACP et la méthode de Pearson pour la mise en relation de paramètres n'ont pu être réalisées, mais la méthode de Spearman a permis une étude statistique rigoureuse des données.

Une sonde spectrophotométrique UV-visible a été installée en entrée des trois sites et a permis le suivi en continu des concentrations en DCO et en MES dans les eaux résiduaires urbaines. Elle a montré une excellente fiabilité des mesures tout au long du suivi et apporté une information détaillée sur les conditions d'alimentation. De plus, l'utilisation d'une liaison GSM a permis le suivi en continu des installations par la récupération des données de tous les capteurs installés par le Cemagref, parmi lesquels la sonde spectrophotométrique.

L'utilisation de capteurs en continu présente un grand intérêt en modélisation car ils permettent une caractérisation détaillée des eaux d'entrée ou de sortie. La sonde utilisée dans ce travail permet également le dosage de la concentration en nitrates et les sondes mesurant la concentration en ions ammonium ont également fait leur apparition. A l'avenir, on peut supposer qu'elles permettront l'établissement de bilans entrée/sortie instantanés sur DCO, NO_3^- et NH_4^+ ce qui permettra d'obtenir des études de modélisation plus poussées encore. Cependant, ces sondes restent coûteuses et elles nécessiteront toujours des analyses régulières au laboratoire sur des échantillons moyens 24h pour leur calibration incluant un suivi régulier et une méthodologie stricte.

Dans le cadre de ce travail, à défaut de sondes en continu sur les eaux traitées, la particularité de la filtration membranaire a été mise à profit pour le dosage des concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie. En effet, le perméat étant exempt de bactéries et les concentrations en polluants n'évoluant que très faiblement à $+4^\circ\text{C}$, on peut donc facilement stocker les échantillons et les doser ultérieurement avec une fréquence hebdomadaire ou bihebdomadaire.

Les données utilisées pour la caractérisation de la filtration proviennent des capteurs de pression transmembranaire, des débitmètres et capteurs de températures au niveau du perméat. Le grand nombre de données disponibles (une pression transmembranaire toutes les 6 secondes pour la station de Guéthary) a rendu leur exploitation difficile et plusieurs méthodes ont ainsi été testées pour analyser leur évolution. La moyenne journalière de la perméabilité membranaire ramenée à 20°C a rapidement été adoptée pour sa simplicité d'obtention et son utilisation généralisée dans les études de BAM. Le calcul d'une dérivée par rapport au temps était également nécessaire afin d'approcher une « vitesse de colmatage de la membrane » et de caractériser au mieux la filtration. La première étape de cette démarche a été de modéliser les cycles de filtration. De toutes les méthodes de modélisation testées, la régression linéaire des cycles de filtration est apparue être la plus adéquate et les coefficients directeurs de ces droites de régression ont été utilisés comme indicateurs de la vitesse de colmatage des membranes. La moyenne journalière de ces vitesses de colmatage a été retenue dans un but de comparaison avec les autres paramètres.

Les méthodes de détermination de la vitesse de colmatage plus poussée (par exemple, Wang *et al.* (2006)) ou celles permettant l'évaluation du flux critique (Ognier *et al.* (2002) ou Espinasse *et al.* (2006)) peuvent être effectuées en routine (Fan *et al.*, 2006) et fournir des données intéressantes à comparer avec les propriétés physico-chimiques des boues et les conditions opératoires (charge massique, temps d'aération journalier par fines bulles, âge des boues, etc...). Ce type de tests n'a pu être effectué sur les installations suivies car les contraintes d'opération sur installations réelles compliquent leur utilisation mais ils doivent pouvoir être envisagés pour des études futures.

Pour la modélisation des processus biologiques, les spécificités des bioréacteurs à membranes et plus particulièrement de la station choisie pour une première modélisation (station de Guéthary) ont nécessité une adaptation du calage du modèle ASM1 incluant le test de plusieurs méthodes de fractionnement et une modification du calage de l'aération.

Principaux résultats :

L'étude de trois bioréacteurs à membranes vraies grandeurs et sur le long terme a pu confirmer l'excellente capacité épuratoire de ces systèmes mais elle a aussi souligné l'importance de la gestion de l'aération dans la bonne conduite de la nitrification et de la dénitrification (Partie III).

La modélisation biologique de la station de Guéthary à l'aide du modèle ASM1 a tout d'abord montré une spécificité sur le fractionnement des eaux usées. Les longs âges de boues observés (30 à 60 jours) rendaient en effet le test de DBO ultime inadapté pour la détermination de la biodégradabilité des eaux résiduaires urbaines en entrée de BAM. Le calage de la fraction X_I de l'influent par la production de boues a donné de meilleurs résultats. Plusieurs méthodes de séparation du soluble et du particulaire dans les eaux usées ont été testées mais finalement, l'impact sur les simulations s'est révélé nul car l'hydrolyse du substrat lentement biodégradable X_S en soluble biodégradable S_S s'effectue sur un temps très court comparativement aux âges de boues. La filtration sur filtre à fibres de verre a été choisie pour des raisons d'homogénéisation avec la détermination des concentrations en MES et MVS (et du calcul du ratio $i_{CV} = X_{DCO}/MVS$) effectuée avec les mêmes filtres.

La conduite de l'aération (pilotée à la station de Guéthary par le potentiel redox) a engendré de très faibles concentrations en oxygène dissous (0.65 et 0.72 mgO₂/L en moyenne pour les deux capteurs respectivement) qui ont compliqué le travail de calage de l'oxygène. Une nitrification/dénitrification simultanée a alors été observée sur la station compliquant le travail de calage des paramètres cinétiques. L'aération peut fonctionner selon cinq modes différents qui résultent de la marche, simultanée ou non, dans le même bassin d'aération de l'aération par grosses bulles pour le décolmatage des membranes et de l'aération par fines bulles pour les procédés biologiques ; l'ensemble étant susceptible de fonctionner à plusieurs débits d'air.

Ces configurations d'apport d'air ont entraîné des conditions hydrodynamiques particulières avec notamment un mélange à l'homogénéité imparfaite lorsque l'aération par fines bulles est à l'arrêt.

De telles conditions particulières du système d'aération ont rendu le calage de l'apport d'oxygène complexe. Les apports horaires en oxygène pour chaque configuration de l'aération (calculés par bilans sur la DCO et l'azote par Racault et Gillot (2007)) ont alors été utilisés. Les résultats pour la période de calage montrent une bonne correspondance pour la moyenne de la concentration en oxygène (0.59 mgO₂/L pour la modélisation et 0.56 et 0.57 mgO₂/L pour les capteurs). Par contre, les déviations moyennes absolues et relatives sont importantes et les essais pour les réduire n'ont pas été concluants avec un accroissement de la différence sur la valeur moyenne de la concentration en oxygène et une mauvaise simulation des sorties.

La validation du modèle a été réalisée à partir de données dédiées à cette seule étape. Les concentrations en oxygène dissous instantanées se sont révélées difficilement simulées comme pour la période de calage. En effet, la moyenne de la concentration en oxygène dissous simulée est de 1.54 mgO₂/L alors qu'elle est de 0.71 et 0.82 mgO₂/L pour les deux capteurs. Les résultats sur les concentrations en sortie en NH₄⁺ et NO₃⁻ étaient corrects mais pas totalement satisfaisants. Les variations des capacités de nitrification observées grâce aux tests de vitesse maximale de nitrification n'ont pu être mises en relation avec des changements au niveau de la boue activée et les différentes modifications testées n'ont pas pu améliorer les prédictions du modèle.

Toutefois, les difficultés de modélisation ne proviennent pas du procédé en lui-même mais plutôt des conditions hydrodynamiques spécifiques à la station de Guéthary. Ce travail a montré que la modélisation biologique de cette station, sans être aisée, était possible et *a fortiori* pour tous les BAM aux configurations plus simples. D'après l'étude des deux autres installations suivies (Chapitre III), il semblerait que les bioréacteurs à membranes se retrouvent souvent utilisés dans des configurations complexes (utilisation importante d'automatisme, nombreux flux et bassins, ...) et le travail de modélisation s'en retrouve donc d'autant plus difficile.

Les paramètres de l'ASM1 calés au cours de ce travail se situent généralement dans la tendance à la diminution de ces derniers déjà observée dans d'autres travaux. Le coefficient de demi-saturation pour l'ammoniaque K_{NH} a été ramené à 0.26 gN/m³ par respirométrie. La campagne de calage a permis de diminuer les valeurs des constantes de demi-saturation pour l'oxygène, K_{OH} et K_{OA}, à 0.03 et 0.3 gO₂/m³ respectivement ainsi que le coefficient de dépendance de b_H à la température θ_{bH} à 1.039. La valeur de K_{NO} est plus élevée qu'à l'accoutumée en raison d'une dénitrification limitée pendant les périodes d'arrêt de l'aération par fines bulles car l'aération décolmatante fonctionne en permanence.

Les écarts observés avec les valeurs par défaut de l'ASM1 ont deux origines. La première concerne la tendance déjà évoquée à la diminution des valeurs établies par Henze *et al.* (1987). Ensuite, la charge massique plus faible, l'âge des boues plus élevé, les conditions hydrodynamiques différentes ont des impacts importants sur les transferts de matière par le biais de la taille des floes, et aussi sur les paramètres de la nitrification et de la dénitrification à travers la concentration en oxygène dissous. Le remplacement du clarificateur par les membranes influence beaucoup moins les valeurs des paramètres du modèle ASM1 que les choix d'opération. En effet, les résultats de cette étude diffèrent peu de ceux établis par Marquot (2006) sur une installation réelle par boues activées classique avec un âge de boues similaire (autour de 50 jours).

Le deuxième objectif de ce travail consistait à étudier les interactions entre les propriétés physico-chimiques des boues, les conditions d'opération des stations réelles et les caractéristiques de la filtration (Chapitre V). Alors que la station de Grasse a connu de fortes variations avec le passage de deux à une file puis d'une à deux files, les propriétés des boues ont fortement variées et des relations ont pu être établies (viscosité avec MES, COT et protéines dans la fraction centrifugée de la boue, ...) ou encore des corrélations avec les conditions opératoires telles que l'âge des boues (ou la charge massique) avec la concentration en protéines dans la boue centrifugée ou avec la concentration en carbone organique dissous, COD. Aucune des corrélations mises à jour ne mettait en relation des caractéristiques de la filtration.

La station de Guéthary a connu un régime plus stabilisé malgré d'importantes variations de la charge organique reçue. Ce régime continu a permis l'établissement de corrélations entre les paramètres de la filtration avec certaines propriétés des boues (perméabilité et concentration en protéines dans la boue centrifugée ou encore avec l'indice de boues, la vitesse de colmatage avec l'indice de boues ou avec le ratio $\alpha_a.C/MES$). Les relations propres aux propriétés des boues ou établies suite à des variations des conditions opératoires étaient plus rares que pour la station de Grasse.

Le suivi de ces deux bioréacteurs à membranes a ainsi montré la difficulté de l'étude du phénomène de colmatage en raison de la complexité des interactions mises en jeu et des spécificités de chaque système.

Perspectives :

Un important travail de collecte et de mise en forme des données a été réalisé au cours de cette étude mais toutes n'ont pu être exploitées dans ce travail. Ainsi, les données de fonctionnement de la station de Guéthary pendant la période estivale de l'année 2005 avec un dispositif d'aération différent (nombre de diffuseurs des fines bulles inférieur de 33%) n'ont pu être utilisées pour la validation du modèle ASM1 calé en 2006 car ces dernières nécessitent

un traitement préalable qui demande beaucoup de temps. Cet objectif pourra cependant être maintenu et pourra être réalisé à la suite de ce travail. De même, les données pour la modélisation des deux autres stations suivies, y compris les campagnes de suivis intensifs sur 8 heures sont disponibles et feront l'objet d'une étude de calage par la suite. Les résultats qui seront obtenus sur chaque station devront être comparés entre eux mais également avec les précédentes expériences de modélisation d'installations conventionnelles par boues activées dans le but de confirmer ou d'infirmer les résultats obtenus avec ce travail.

La poursuite de l'étude des propriétés physico-chimiques des boues et de leurs interactions avec les caractéristiques de la filtration est une piste de recherche à approfondir sur installations réelles et aussi sur installations pilotes.

Ce travail a confirmé la difficulté de la modélisation de la filtration, mais ce projet reste possible en avançant par étape. L'étude des interactions au sein du système formé par les membranes et les boues activées a permis de déterminer les paramètres les plus influents du système « membranes/boues », il faudrait désormais réduire leur nombre aux deux ou trois paramètres les plus représentatifs et idéalement facilement mesurables sur installations réelles. Ces grandeurs seront très certainement à sélectionner parmi la charge massique, la concentration en COT (car plus facilement accessible et mesure plus robuste que les différentes concentrations en EPS), la viscosité, le pouvoir colmatant ou encore l'indice de boues. Les paramètres retenus pourraient être mis directement en relation avec la résistance à la filtration R à travers une équation établie par des expérimentations sur installations pilotes, seules aptes à balayer des conditions expérimentales contrastées et générant des impacts suffisants sur les paramètres. Il faudrait également étudier les phases de restauration des capacités de la membrane que sont le décolmatage par l'aération grosses bulles, les phases de relaxation et les lavages chimiques. Pour cela, l'utilisation de modèles simples du 1er ordre devrait être suffisante dans un premier temps. Les paramètres de ces équations du 1er ordre pourraient être calibrés sur installations pilotes afin de découpler les effets de ces méthodes de restauration des capacités de filtration. Une étape sur installations réelles pour adapter les paramètres et valider le modèle obtenu reste indispensable.

Références bibliographiques
157 références

ADEME, 2006. *Les techniques membranaires à gradient de pression*. Département Industrie et Agriculture.

Ahn Y. T., Choi Y. K., Chae S. R. and H.S. S., 2006. Modeling of extracellular polymeric substances and soluble microbial products in a submerged membrane bioreactor at various SRTs. In *Water Science & Technology*, 53 (7), p. 209-216.

Al-Halbouni D., Traber J., Lyko S., Wintgens T., Melin T., Tacke D., Janot A., Dott W. and Hollender J., 2008. Correlation of EPS content in activated sludge at different sludge retention times with membrane fouling phenomena. In *Water Research*, 42 (6-7), p. 1475-1488.

Arabi S. and Nakhla G., 2008. Impact of protein/carbohydrate ratio in the feed wastewater on the membrane fouling in membrane bioreactors. In *Journal of Membrane Science*, 324 (1-2), p. 142-150.

Artiga P., Ficara E., Malpei F., Garrido J. M. and Méndez R., 2005. Treatment of two industrial wastewaters in a submerged membrane bioreactor. In *Desalination*, 179 (1-3), p. 161-169.

Bacchin P., 2004. A possible link between critical and limiting flux for colloidal systems: consideration of critical deposit formation along a membrane. In *Journal of Membrane Science*, 228 (2), p. 237-241.

Bae T.-H. and Tak T.-M., 2005. Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor. In *Journal of Membrane Science*, 264 (1-2), p. 151-160.

Bouhabila E. H., Ben Aïm R. and Buisson H., 1998. Microfiltration of activated sludge using submerged membrane with air bubbling (application to wastewater treatment). In *Desalination*, 118 (1-3), p. 315-322.

Bouhabila E. H., Ben Aïm R. and Buisson H., 2001. Fouling characterisation in membrane bioreactors. In *Separation and Purification Technology*, 22-23, p. 123-132.

Boutin P., 1986. Eléments pour une histoire des procédés de traitement des eaux résiduaires. In *Trib. Cebedeau*, 515 (39), p. 30-44.

Brockmann M. and Seyfried C. F., 1996. Sludge activity and cross-flow microfiltration - a non-beneficial relationship. In *Water Science and Technology* 34 (9), p. 205-213.

Brookes A., Judd S., Reid E., Germain E., Smith S., Alvarez H., Le Clech P., Stephenson T., Turra E. and Jefferson B., 2003. Characterization and impact of biomass foulants in membrane bioreactors. In *5th IMSTEC International Membrane Science and Technology Conference*, Sydney, Australia.

Busch J., Cruse A. and Marquardt W., 2007. Modeling submerged hollow-fiber membrane filtration for wastewater treatment. In *Journal of Membrane Science*, 288 (1-2), p. 94-111.

Cabassud C., Laborie S., Durand-Bourlier L. and Lainé J. M., 2001. Air sparging in ultrafiltration hollow fibers: relationship between flux enhancement, cake characteristics and hydrodynamic parameters. In *Journal of Membrane Science*, 181 (1), p. 57-69.

Calmette A., 1907. *Recherches sur l'épuration biologique et chimique des eaux d'égout, vol. 2.* Paris, Eyrolles.

Chang I.-S. and Judd S. J., 2002. Air sparging of a submerged MBR for municipal wastewater treatment. In *Process Biochemistry*, 37 (8), p. 915-920.

Chang I.-S., Le Clech P., Jefferson B. and Judd S., 2002. Membrane fouling in membrane bioreactors for wastewater treatment. In *Journal of Environmental Engineering*, 128 (11), p. 1018-1029.

Chen J., Huang X. and Lee D., 2008. Bisphenol A removal by a membrane bioreactor. In *Process Biochemistry*, 43 (4), p. 451-456.

Cho B. D. and Fane A. G., 2002. Fouling transients in nominally sub-critical flux operation of a membrane bioreactor. In *Journal of Membrane Science*, 209 (2), p. 391-403.

Cho J., Song K.-G. and Ahn K.-H., 2005. The activated sludge and microbial substances influences on membrane fouling in submerged membrane bioreactor: unstirred batch cell test. In *Desalination*, 183 (1-3), p. 425-429.

Choi J.-G., Bae T.-H., Kim J.-H., Tak T.-M. and Randall A. A., 2002. The behavior of membrane fouling initiation on the crossflow membrane bioreactor system. In *Journal of Membrane Science*, 203 (1-2), p. 103-113.

Choi J.-H. and Ng H. Y., 2008. Effect of membrane type and material on performance of a submerged membrane bioreactor. In *Chemosphere*, 71 (5), p. 853-859.

Choubert J. M., 2002. *Analyse et optimisation du traitement de l'azote par les boues activées à basse température.* Thèse de doctorat, Spécialité Génie des procédés, Université de Strasbourg I, Ecole Doctorale de Sciences Pour l'Ingénieur, Strasbourg (France, 67), 165 p.

Choubert J. M., Stricker A. E., Marquot A., Gillot S., Racault Y. and Héduit A., 2007. Improved prediction of nitrogen removal using updated ASM1 default parameters verified at 13 full-scale plants. In *WEFTEC*, California, USA, p. 1487-1497.

Chu H. P. and Li X., 2005. Membrane fouling in a membrane bioreactor (MBR): Sludge cake formation and fouling characteristics. In *Biotechnology and Bioengineering*, 90 (3), p. 323-331.

Copp J. B., 1999. *The COST: Simulation Benchmark: Description and simulator manual (a product of COST Action 624 & Action 682).*

Coutelier A., 2006. *L'assainissement en France en 1998 et 2001.* Rapport IFEN n°D3, Paris.

De Wever H., Brannock M., Leslie G. and Lesjean B., 2008. Inside or outside submerged membrane bioreactors: parameters and trends. In *Membrane technologies in water and wastewater treatment*, Moscou.

- Defrance L., Jaffrin M. Y., Gupta B., Paullier P. and Geaugey V.,** 2000. Contribution of various constituents of activated sludge to membrane bioreactor fouling. In *Bioresource Technology*, 73 (2), p. 105-112.
- Delgado S., Villarroel R. and Gonzalez E.,** 2008. Effect of the shear intensity on fouling in submerged membrane bioreactor for wastewater treatment. In *Journal of Membrane Science*, 311 (1-2), p. 173-181.
- Delrue F. and Racault Y.,** 2007. Long-term monitoring of a full-scale MBR plant in a coastal resort: impact of high seasonal load variations on sludge characteristics and filtration capability. In *IWA 4th International Membrane Technologies Conference*, Harrogate, UK.
- Di Bella G., Mannina G. and Viviani G.,** 2008. An integrated model for physical-biological wastewater organic removal in a submerged membrane bioreactor: Model development and parameter estimation. In *Journal of Membrane Science*, 322 (1), p. 1-12.
- Dold P. L., Ekama G. A. and Marais G. v. R.,** 1980. A general model for the activated sludge process. In *Porg. Wat. Technol.*, 12, p. 47-77.
- Dold P. L.,** 2002. Importance of decay rate in assessing nitrification kinetics. In *WEFTEC*, Chicago, Etats-Unis.
- Drews, A.** 2006. Influence of unsteady membrane bioreactor operation on EPS formation and filtration resistance. In *Desalination*, 192, p. 1-9.
- Drews A., Lee C.-H. and Kraume M.,** 2006. Membrane fouling - a review on the role of EPS. In *Desalination*, 200 (1-3), p. 186-188.
- Dreywood R.,** 1946. Qualitative test for carbohydrate material. In *Industrial and Engineering Chemistry Analytical Edition*, 18, p. 499.
- Dubois M., Gilles K. A., Hamilton J. K., Rebers P. A. and Smith P.,** 1956. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. In *Anal. Chem.*, 28, p. 350-356.
- Ekama G. A. and Wentzel M. C.,** 2004. A predictive model for the reactor inorganic suspended solids concentration in activated sludge systems. In *Water Research*, 38 (19), p. 4093-4106.
- Espinasse B., Bacchin P. and Aimar P.,** 2008. Filtration method characterizing the reversibility of colloidal fouling layers at a membrane surface: Analysis through critical flux and osmotic pressure. In *Journal of Colloid and Interface Science*, 320 (2), p. 483-490.
- Evenblij H. and van der Graaf J. H. J. M.,** 2004. Occurrence of EPS in activated sludge from a membrane bioreactor treating municipal wastewater. In *Water Science & Technology*, 50 (12), p. 293-300.
- Fan F., Zhou H. and Husain H.,** 2006. Identification of wastewater sludge characteristics to predict critical flux for membrane bioreactor processes. In *Water Research*, 40 (2), p. 205-212.

- Fatone, Battistoni, Pavan and Cecchi**, 2006. Application of a membrane bioreactor for the treatment of low loaded domestic wastewater for water re-use. In *Water Science and Technology*, 53 (9), p. 111-121.
- Fawehinmi F., Lens P., Stephenson T., Rogalla F. and Jefferson B.**, 2004. The influence of operating conditions on EPS, SMP and bio-fouling in anaerobic MBR. In *The Water Environment-Membrane Technology Conference*, Séoul, Corée du Sud.
- Field R. W., Wu D., Howell J. A. and Gupta B. B.**, 1995. Critical flux concept for microfiltration fouling. In *Journal of Membrane Science*, 100 (3), p. 259-272.
- Flemming H.-C. and Wingender J.**, 2001. Relevance of microbial extracellular polymeric substances (EPSs) - Part I: Structural and ecological aspects. In *Water Science & Technology*, 43 (6), p. 1-8.
- Frölund B., Griebe T. and Nielsen P. H.**, 1995. Enzymatic activity in the activated-sludge floc matrix. In *Applied Microbiology and Biotechnology*, 43 (4), p. 755-761.
- Gale, R. S. and Hsu, Y. H.**, 1967. Capillary suction method for determination of filtration properties of a solid-liquid suspension. In *Chemistry and Industry (London)*, 9, p. 355-356.
- Geng Z., Hall E. R. and Berube P. R.**, 2007. Membrane fouling mechanisms of a membrane enhanced biological phosphorus removal process. In *Journal of Membrane Science*, 296 (1-2), p. 93-101.
- Grelier P., Rosenberger S. and Tazi-Pain A.**, 2006. Influence of sludge retention time on membrane bioreactor hydraulic performance. In *Desalination*, 192, p. 10-17.
- Guglielmi G., Saroj D. P., Chiarani D. and Andreottola G.**, 2007. Sub-critical fouling in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment: Experimental investigation and mathematical modelling. In *Water Research*, 41 (17), p. 3903-3914.
- Gui P., Huang X., Chen Y. and Qian Y.**, 2003. Effect of operational parameters on sludge accumulation on membrane surfaces in a submerged membrane bioreactor. In *Desalination*, 151 (2), p. 185-194.
- Gujer W., Henze M., Mino T., Matsuo T., Wentzel M. C. and Marais G. v. R.**, 1995. The activated sludge model no. 2: Biological phosphorus removal. In *Water Science and Technology*, 31 (2), p. 1-11.
- Gujer W., Henze M., Mino T. and Van Loosdrecht M.**, 1999. Activated Sludge Model No. 3. In *Water Science and Technology*, 39 (1), p. 183-193.
- Han S.-S., Bae T.-H., Jang G.-G. and Tak T.-M.**, 2005. Influence of sludge retention time on membrane fouling and bioactivities in membrane bioreactor system. In *Process Biochemistry*, 40 (7), p. 2393-2400.
- Hanft S.**, 2006. *Membrane Bioreactors in the Changing World Water Market*. Rapport BCC Research MST047A. Wellesley, Etats-Unis.

- He S.-b., Xue G. and Wang B.-z.**, 2006. Activated sludge ozonation to reduce sludge production in membrane bioreactor (MBR). In *Journal of Hazardous Materials*, 135 (1-3), p. 406-411.
- Henze M., Grady C. P. L., Gujer W., Marais G. v. R. and Matsuo T.**, 1987. *Activated sludge model n°1*. IAWPRC. London, Royaume-Uni.
- Henze M.**, 1992. Characterization of wastewater for modelling of activated sludge processes. In *Water Science and Technology*, 25 (6), p. 1-15.
- Henze M., Gujer W., Mino T., Matsuo T., Wentzel M. C., Marais G. R. and Van Loosdrecht M.**, 1999. Activated sludge model n°2, ASM2D. In *Water Science and Technology*, 39 (1), p. 165-182.
- Hernandez Rojas M. E., Van Kaam R., Schetrite S. and Albasi C.**, 2005. Role and variations of supernatant compounds in submerged membrane bioreactor fouling. In *Desalination*, 179 (1-3), p. 95-107.
- Hong S. P., Bae T. H., Tak T. M., Hong S. and Randall A.**, 2002. Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors. In *Desalination*, 143 (3), p. 219-228.
- Huang X. and Wu J.**, 2008. Improvement of membrane filterability of the mixed liquor in a membrane bioreactor by ozonation. In *Journal of Membrane Science*, 318 (1-2), p. 210-216.
- Innocenti L., Bolzonella D., Pavan P. and Cecchi F.**, 2002. Effect of sludge age on the performance of a membrane bioreactor: influence on nutrient and metals removal. In *Desalination*, 146 (1-3), p. 467-474.
- Jefferson B., Brookes A., Le Clech P. and Judd S. J.**, 2004. Methods for understanding organic fouling in MBRs. In *Water Science & Technology*, 49 (2), p. 237-244.
- Jiang T., Kennedy M. D., Guinzbourg B. F., Vanrolleghem P. A. and Schippers J. C.**, 2005a. Optimising the operation of a MBR pilot plant by quantitative analysis of the membrane fouling mechanism. In *Water Science & Technology*, 51 (6-7), p. 19-25.
- Jiang T., Liu X., Kennedy M. D., Schippers J. C. and Vanrolleghem P. A.**, 2005b. Calibrating a side-stream membrane bioreactor using Activated Sludge Model No. 1. In *Water Science & Technology*, 52 (10-11), p. 359-367.
- Jiang T., Myngheer S., De Pauw D. J. W., Spanjers H., Nopens I., Kennedy M. D., Amy G. and Vanrolleghem P. A.**, 2008. Modelling the production and degradation of soluble microbial products (SMP) in bioreactors (MBR). In *Water Research*, 42 (20), p. 4955-4964.
- Jin Y.-L., Lee W.-N., Lee C.-H., Chang I.-S., Huang X. and Swaminathan T.**, 2006. Effect of DO concentration on biofilm structure and membrane filterability in submerged membrane bioreactor. In *Water Research*, 40 (15), p. 2829-2836.
- Khor S. L., Sun D. D., Liu Y. and Leckie J. O.**, 2007. Biofouling development and rejection enhancement in long SRT MF membrane bioreactor. In *Process Biochemistry*, 42 (12), p. 1641-1648.

- Kimura K., Nishisako R., Miyoshi T., Shimada R. and Watanabe Y.,** 2008. Baffled membrane bioreactor (BMBR) for efficient nutrient removal from municipal wastewater. In *Water Research*, 42 (3), p. 625-632.
- Koseoglu H., Yigit N. O., Iversen V., Drews A., Kitis M., Lesjean B. and Kraume M.,** 2008. Effects of several different flux enhancing chemicals on filterability and fouling reduction of membrane bioreactor (MBR) mixed liquors. In *Journal of Membrane Science*, 320 (1-2), p. 57-64.
- Laera G., Giordano C., Pollice A., Saturno D. and Mininni G.,** 2007. Membrane bioreactor sludge rheology at different solid retention times. In *Water Research*, 41 (18), p. 4197-4203.
- Lagarde F.,** 2003. *Optimization du traitement du carbone et de l'azote par temps de pluie à basse température*. Ecole Doctorale SIMME, Université Paris XII, Paris, 157 p.
- Lamparter W., Krause S., Meyer-Blumenroth U. and Voigt R.,** 2008. Development and operation of a submerged flat sheet membrane system for wastewater treatment in MBR. In *10th World Filtration Congress (WFC10)*. 14–18 avril, Leipzig, Allemagne.
- Lapidou C. S. and Rittmann B. E.,** 2002. A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass. In *Water Research*, 36 (11), p. 2711-2720.
- Le-Clech P., Jefferson B., Chang I. S. and Judd S. J.,** 2003. Critical flux determination by the flux-step method in a submerged membrane bioreactor. In *Journal of Membrane Science*, 227 (1-2), p. 81-93.
- Le-Clech P., Chen V. and Fane T. A. G.,** 2006. Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. In *Journal of Membrane Science*, 284 (1-2), p. 17-53.
- Lee S.-E., Koopman B., Bode H. and Jenkins D.,** 1983. Evaluation of alternative sludge settleability indices. In *Water Research*, 17 (10), p. 1421-1426.
- Lee W., Jeon J.-H., Cho Y., Chung K. Y. and Min B.-R.,** 2005. Behavior of TMP according to membrane pore size. In *International Congress on Membranes and Membrane Processes (ICOM)*, Séoul, Corée du Sud.
- Lee Y., Cho J., Seo Y., Lee J. W. and Ahn K.-H.,** 2002. Modeling of submerged membrane bioreactor process for wastewater treatment. In *Desalination*, 146 (1-3), p. 451-457.
- Lesjean B., Gnirss R., Buisson H., Keller S., Tazi-Pain A. and Luck F.,** 2005a. Outcomes of a 2-year investigation on enhanced biological nutrients removal and trace organics elimination in membrane bioreactor (MBR). In *Water Science & Technology*, 52 (10-11), p. 453-460.
- Lesjean B., Rosenberger S., Laabs C., Jekel M., Gnirss R. and Amy G.,** 2005b. Correlation between membrane fouling and soluble/colloidal organic substances in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. In *Water Science & Technology*, 51 (6-7), p. 1-8.

- Levine A. D., Tchobanoglous G. and Asano T.**, 1985. Characterization of the size distribution of contaminants in wastewater: treatment and reuse implications. In *Journal - Water Pollution Control Federation*, 57 (7), p. 805-816.
- Li X.-y. and Wang X.-m.**, 2006. Modelling of membrane fouling in a submerged membrane bioreactor. In *Journal of Membrane Science*, 278 (1-2), p. 151-161.
- Li Y. Z., He Y. L., Ohandja D. G., Ji J., Li J. F. and Zhou T.**, 2008. Simultaneous nitrification-denitrification achieved by an innovative internal-loop airlift MBR: Comparative study. In *Bioresource Technology*, 99 (13), p. 5867-5872.
- Lim A. L. and Bai R.**, 2003. Membrane fouling and cleaning in microfiltration of activated sludge wastewater. In *Journal of Membrane Science*, 216 (1-2), p. 279-290.
- Liu Y. and Fang H. H. P.**, 2003. Influences of Extracellular Polymeric Substances (EPS) on Flocculation, Settling, and Dewatering of Activated Sludge. In *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 33 (3), p. 237-273.
- Lowry O. H., Rosebrough N. J., Farr A. L. and Randall R. J.**, 1951. Protein measurement with the folin phenol reagent. In *J. Biol. Chem.*, 193 (1), p. 265-275.
- Lu S. G., Imai T., Ukita M., Sekine M., Higuchi T. and Fukagawa M.**, 2001. A model for membrane bioreactor process based on the concept of formation and degradation of soluble microbial products. In *Water Research*, 35 (8), p. 2038-2048.
- Lyko S., Wintgens T., Al-Halbouni D., Baumgarten S., Tacke D., Drensla K., Janot A., Dott W., Pinnekamp J. and Melin T.**, 2008. Long-term monitoring of a full-scale municipal membrane bioreactor - Characterisation of foulants and operational performance. In *Journal of Membrane Science*, 317 (1-2), p. 78-87.
- Ma H., Bowman C. N. and Davis R. H.**, 2000. Membrane fouling reduction by backpulsing and surface modification. In *Journal of Membrane Science*, 173 (2), p. 191-200.
- Mamais D., Jenkins D. and Prrr P.**, 1993. A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. In *Water Research*, 27 (1), p. 195-197.
- Manser R., Gujer W. and Siegrist H.**, 2005. Consequences of mass transfer effects on the kinetics of nitrifiers. In *Water Research*, 39 (19), p. 4633-4642.
- Marquot A.**, 2006. *Modelling nitrogen removal by activated sludge on full-scale plants: calibration and validation of ASM1*. Cemagref, Université de Pau et des Pays de l'Adour, Bordeaux, 307 p.
- Masse A., Sperandio M. and Cabassud C.**, 2006. Comparison of sludge characteristics and performance of a submerged membrane bioreactor and an activated sludge process at high solids retention time. In *Water Research*, 40 (12), p. 2405-2415.

- Massot A., Ghidossi R., Poupot C., Milisic V. and Mietton-Peuchot M.,** 2008. Membrane nanofiltration bioreactor for phytosanitary effluents epuration. In *Membrane Technologies in Water and Waste Water Treatment*, Moscou, Russie.
- Meng F., Zhang H., Li Y., Zhang X. and Yang F.,** 2005. Application of fractal permeation model to investigate membrane fouling in membrane bioreactor. In *Journal of Membrane Science*, 262 (1-2), p. 107-116.
- Meng F., Zhang H., Yang F., Zhang S., Li Y. and Zhang X.,** 2006. Identification of activated sludge properties affecting membrane fouling in submerged membrane bioreactors. In *Separation and Purification Technology*, 51 (1), p. 95-103.
- Mukai T., Takimoto K., Kohno T. and Okada M.,** 2000. Ultrafiltration behaviour of extracellular and metabolic products in activated sludge system with UF separation process. In *Water Research*, 34 (3), p. 902-908.
- Munz G., Gualtiero M., Salvadori L., Claudia B. and Claudio L.,** 2008. Process efficiency and microbial monitoring in MBR (membrane bioreactor) and CASP (conventional activated sludge process) treatment of tannery wastewater. In *Bioresource Technology*, 99 (18), p. 8559-8564.
- Ng A. N. L. and Kim A. S.,** 2007. A mini-review of modeling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters. In *Desalination*, 212 (1-3), p. 261-281.
- Ng H. Y. and Hermanowicz S. W.,** 2005. Membrane bioreactor operation at short solids retention times: performance and biomass characteristics. In *Water Research*, 39 (6), p. 981-992.
- Nowak O., Franz A., Svoldal* K., Müller V. and Kühn V.,** 1999. Parameter estimation for activated sludge models with the help of mass balances. In *Water Science & Technology*, 39 (4), p. 113-120.
- Ognier S., Wisniewski C. and Grasmick A.,** 2002. Membrane fouling during constant flux filtration in membrane bioreactors. In *Membrane Technology*, 2002 (7), p. 6-10.
- Ognier S., Wisniewski C. and Grasmick A.,** 2004. Membrane bioreactor fouling in sub-critical filtration conditions: a local critical flux concept. In *Journal of Membrane Science*, 229 (1-2), p. 171-177.
- Oh Y.-K., Lee K.-R., Ko K.-B. and Yeom I.-T.,** 2007. Effects of chemical sludge disintegration on the performances of wastewater treatment by membrane bioreactor. In *Water Research*, 41 (12), p. 2665-2671.
- Ottoson J., Hansen A., Bjorlenius B., Norder H. and Stenstrom T. A.,** 2006. Removal of viruses, parasitic protozoa and microbial indicators in conventional and membrane processes in a wastewater pilot plant. In *Water Research*, 40 (7), p. 1449-1457.
- Pambrun V., Paul E. and Spérandio M.,** 2006. Modeling the partial nitrification in sequencing batch reactor for biomass adapted to high ammonia concentrations. In *Biotechnology and Bioengineering*, 95 (1), p. 120-131.

- Petersen B.**, 2000. *Calibration, identifiability and optimal experimental design of activated sludge models*. Université de Gand, Gand.
- Phattaranawik J., Fane A. G., Pasquier A. C. S. and Bing W.**, 2008. A novel membrane bioreactor based on membrane distillation. In *Desalination*, 223 (1-3), p. 386-395.
- Pollice A., Brookes A., Jefferson B. and Judd S.**, 2005. Sub-critical flux fouling in membrane bioreactors -- a review of recent literature. In *Desalination*, 174 (3), p. 221-230.
- Pollice A., Giordano C., Laera G., Saturno D. and Mininni G.**, 2007. Physical characteristics of the sludge in a complete retention membrane bioreactor. In *Water Research*, 41 (8), p. 1832-1840.
- Racault Y. and Gillot S.**, 2006. Use of mass balances for the determination of oxygen contribution of the different air sources in a full scale membrane bioreactor. In *WEFTEC*, Californie, Etats-Unis, p. 3393-3406.
- Racault Y., Husson A. and Vedrenne J.**, 2007. Pertinence des mesures de flux polluant en ligne par sonde spectrométrique pour l'analyse des procédés biologiques et leur modélisation. In *STIC Environnement*. Lyon.
- Reid E., Liu X. and Judd S. J.**, 2008. Sludge characteristics and membrane fouling in full-scale submerged membrane bioreactors. In *Desalination*, 219 (1-3), p. 240-249.
- Reif R., Suárez S., Omil F. and Lema J. M.**, 2008. Fate of pharmaceuticals and cosmetic ingredients during the operation of a MBR treating sewage. In *Desalination*, 221 (1-3), p. 511-517.
- Roeleveld P. J. and van Loosdrecht M. C. M.**, 2003. Experience with guidelines for wastewater characterisation in The Netherlands In *Water Science & Technology*, 45 (6), p. 77-87.
- Rosenberger S., Kubin K. and Kraume M.**, 2002. Rheology of Activated Sludge in Membrane Bioreactors. In *Engineering in Life Sciences*, 2 (9), p. 269-275.
- Rosenberger S. and Kraume M.**, 2003. Filterability of activated sludge in membrane bioreactors. In *Desalination*, 151 (2), p. 195-200.
- Rosenberger S., Evenblij H., te Poele S., Wintgens T. and Laabs C.**, 2005. The importance of liquid phase analyses to understand fouling in membrane assisted activated sludge processes-- six case studies of different European research groups. In *Journal of Membrane Science*, 263 (1-2), p. 113-126.
- Rosenberger S., Laabs C., Lesjean B., Gnirss R., Amy G., Jekel M. and Schrotter J. C.**, 2006. Impact of colloidal and soluble organic material on membrane performance in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. In *Water Research*, 40 (4), p. 710-720.

- Saroj D. P., Guglielmi G., Chiarani D. and Andreottola G.,** 2008. Modeling and simulation of membrane bioreactors by incorporating simultaneous storage and growth concept: an especial attention to fouling while modeling the biological process. In *Desalination*, 221 (1-3), p. 475-482.
- Siegrist H. and Tschui M.,** 1992. Interpretation of experimental data with regard to the activated sludge model no. 1 and calibration of the model for municipal wastewater treatment plants. In *Water Science & Technology*, 25 (6), p. 167-183.
- Smith C. V., DiGregorio D. and Talcott R. M.,** 1969. The use of ultrafiltration membranes for activated sludge separation. In *24th Annual Purdue Industrial Waste Conference*. Lafayette, Etats-Unis.
- Smith P. J., Vigneswaran S., Ngo H. H., Ben-Aim R. and Nguyen H.,** 2006. A new approach to backwash initiation in membrane systems. In *Journal of Membrane Science*, 278 (1-2), p. 381-389.
- Spanjers H.,** 1993. *Respirometry in activated sludge*. Thèse de doctorat. Wageningen, Pays-Bas.
- Sperandio M. and Paul E.,** 2000. Estimation of wastewater biodegradable COD fractions by combining respirometric experiments in various So/Xo ratios. In *Water Research*, 34 (4), p. 1233-1246.
- Spérandio M. and Espinosa M. C.,** 2008. Modelling an aerobic submerged membrane bioreactor with ASM models on a large range of sludge retention time. In *Desalination*, 231 (1-3), p. 82-90.
- Stricker A. E.,** 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 pluie*. Thèse de doctorat, Spécialité Génie des procédés, Université de Strasbourg I, Ecole Doctorale de Sciences Pour l'Ingénieur, Strasbourg (France, 67), 270 p.
- Takacs I.,** 2008. *Experiments in Activated Sludge Modelling*. Ghent University, Belgium, 267 p.
- Tao G., Kekre K., Wei Z., Lee T. C., Viswanath B. and Seah H.,** 2005. Membrane bioreactors for water reclamation. In *Water Science & Technology*, 51 (6-7), p. 431-440.
- Tarnacki K., Lyko S., Wintgens T., Melin T. and Natau F.,** 2005. Impact of extra-cellular polymeric substances on the filterability of activated sludge in membrane bioreactors for landfill leachate treatment. In *Desalination*, 179 (1-3), p. 181-190.
- Torres A. P. R., Santiago V. M. J. and Borges C. P.,** 2008. Performance evaluation of submerged membrane bioreactor pilot units for refinery wastewater treatment. In *Environmental Progress*, 27 (2), p. 189-194.
- Trussell R. S., Merlo R. P., Hermanowicz S. W. and Jenkins D.,** 2006. The effect of organic loading on process performance and membrane fouling in a submerged membrane bioreactor treating municipal wastewater. In *Water Research*, 40 (14), p. 2675-2683.

- Trussell R. S., Merlo R. P., Hermanowicz S. W. and Jenkins D.,** 2007. Influence of mixed liquor properties and aeration intensity on membrane fouling in a submerged membrane bioreactor at high mixed liquor suspended solids concentrations. In *Water Research*, 41 (5), p. 947-958.
- Ueda T., Hata K., Kikuoka Y. and Seino O.,** 1997. Effects of aeration on suction pressure in a submerged membrane bioreactor. In *Water Research*, 31 (3), p. 489-494.
- Ueda T. and Horan N. J.,** 2000. Fate of indigenous bacteriophage in a membrane bioreactor. In *Water Research*, 34 (7), p. 2151-2159.
- van der Roest H. F., van Bentem A. G. N. and Lawrence D. P.,** 2002. MBR-technology in municipal wastewater treatment: challenging the traditional treatment technologies. In *Water Science & Technology*, 46 (4-5), p. 273-280.
- van der Star W., Miclea A., van Dongen U., Muyzer G., Picioreanu C. and van Loosdrecht M.,** 2008. The membrane bioreactor: A novel tool to grow anammox bacteria as free cells. In *Biotechnology and Bioengineering*, 101 (2), p. 286-294.
- van Nieuwenhuijzen A. F., Evenblij H., Uijterlinde C. A. and Schulting F. L.,** 2008. Review on the state of science on membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. In *Water Science & Technology*, 57 (7), p. 979-986.
- Vanrolleghem P. A. and Spanjers H.,** 1998. A hybrid respirometric method for more reliable assessment of activated sludge model parameter. In *Water Science & Technology*, 37 (12), p. 237-246.
- Vedry B.,** 1996. *Les biomasses épuratrices*. Agence de l'eau Seine-Normandie, Nanterre.
- Viero A. F., de Melo T. M., Torres A. P. R., Ferreira N. R., Sant'Anna Jr G. L., Borges C. P. and Santiago V. M. J.,** 2008. The effects of long-term feeding of high organic loading in a submerged membrane bioreactor treating oil refinery wastewater. In *Journal of Membrane Science*, 319 (1-2), p. 223-230.
- Wang Z., Wu Z., Yu G., Liu J. and Zhou Z.,** 2006. Relationship between sludge characteristics and membrane flux determination in submerged membrane bioreactors. In *Journal of Membrane Science*, 284 (1-2), p. 87-94.
- Wen X.-h., Xing C.-h. and Qian Y.,** 1999. A kinetic model for the prediction of sludge formation in a membrane bioreactor. In *Process Biochemistry*, 35 (3-4), p. 249-254.
- WERF,** 2003. *Methods for wastewater characterization in activated sludge modeling*. Water Environment Foundation Research. Etats-Unis.
- Wicaksana F., Fane A. G. and Chen V.,** 2006. Fibre movement induced by bubbling using submerged hollow fibre membranes. In *Journal of Membrane Science*, 271 (1-2), p. 186-195.
- Wiechelmann K. J., Braun R. D. and Fitzpatrick J. D.,** 1988. Investigation of the bicinchoninic acid protein assay: Identification of the groups responsible for color formation. In *Analytical Biochemistry*, 175 (1), p. 231-237.

Wilderer P. A. and Paris S., 2007. Membrane technology revolutionizes water treatment. In *Water Science & Technology*, 55 (7), p. 11-20.

Wintgens T., Rosen J., Melin T., Brepols C., Drensla K. and Engelhardt N., 2003. Modelling of a membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment. In *Journal of Membrane Science*, 216 (1-2), p. 55-65.

Wisniewski C. and Grasmick A., 1998. Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. In *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 138 (2-3), p. 403-411.

Wu G., Cui L. and Xu Y., 2008. A novel submerged rotating membrane bioreactor and reversible membrane fouling control. In *Desalination*, 228 (1-3), p. 255-262.

Wu J. and Huang X., 2008. Effect of dosing polymeric ferric sulfate on fouling characteristics, mixed liquor properties and performance in a long-term running membrane bioreactor. In *Separation and Purification Technology*, 63 (1), p. 45-52.

Wu Z., Wang Z., Zhou Z., Yu G. and Gu G., 2007. Sludge rheological and physiological characteristics in a pilot-scale submerged membrane bioreactor. In *Desalination*, 212 (1-3), p. 152-164.

Xing C. H., Qian Y., Wen X. H., Wu W. Z. and Sun D., 2001. Physical and biological characteristics of a tangential-flow MBR for municipal wastewater treatment. In *Journal of Membrane Science*, 191 (1-2), p. 31-42.

Yamato N., Kimura K., Miyoshi T. and Watanabe Y., 2006. Difference in membrane fouling in membrane bioreactors (MBRs) caused by membrane polymer materials. In *Journal of Membrane Science*, 280 (1-2), p. 911-919.

Yigit N. O., Harman I., Civelekoglu G., Koseoglu H., Cicek N. and Kitis M. Membrane fouling in a pilot-scale submerged membrane bioreactor operated under various conditions. In *Desalination*, vol. 231, n° 1-3, 2008, p. 124-132.

Ying Z. and Ping G., 2006. Effect of powdered activated carbon dosage on retarding membrane fouling in MBR. In *Separation and Purification Technology*, 52 (1), p. 154-160.

Zhang J., Chua H. C., Zhou J. and Fane A. G., 2006. Factors affecting the membrane performance in submerged membrane bioreactors. In *Journal of Membrane Science*, 284 (1-2), p. 54-66.

Zhang K. and Farahbakhsh K., 2007. Removal of native coliphages and coliform bacteria from municipal wastewater by various wastewater treatment processes: Implications to water reuse. In *Water Research*, 41 (12), p. 2816-2824.

Zhi-Guo M., Feng-lin Y. and Xing-wen Z., 2005. MBR focus: do nonwovens offer a cheaper option? In *Filtration & Separation*, 42 (5), p. 28-30.

Annexes

Liste des annexes :

Annexe n°1 : Paramètres de fonctionnement des trois stations suivies (p. 253)

Annexe n°2 : Test des colis isothermes pour envois d'échantillons (p. 255)

Annexe n°3 : Tests concernant le dosage des PMS (p. 257)

Annexe n°4 : Méthodes de modélisation des profils de PTM pour le calcul de la vitesse de colmatage et choix effectué pour ce travail (p. 259)

Annexe n°5 : Calibrer la production de boues : f_p ou X_I ? (p. 267)

Annexe n°6 : Matrice de Petersen de l'ASM1 (p. 269)

Annexe n°7 : Evaluation du spectrophotomètre portable Lasa100 de Dr Lange[®] en comparaison avec les analyses du laboratoire (p. 271)

Annexe n°8 : Assimilation de l'azote dans la zone de tête de la station de Guéthary pendant la campagne de calage du 31/07/2006 (p. 271)

Annexe n°9 : Devenir des matières minérales solides dans le modèle ASM1 (p. 277)

Annexe n°10 : Résultats des modifications des apports horaires et des paramètres de l'ASM1 sur la prédiction du modèle pour la station de Guéthary (p. 279)

Annexe n°11 : « Long-term monitoring of a full-scale MBR plant in a coastal resort: impact of high seasonal load variations on sludge characteristics and filtration capability », F. Delrue et Y.Racault, 4^{ème} conférence internationale de l'IWA sur les technologies membranaires, mai 2007, Harrogate (Royaume-Uni) (p. 285)

Annexe n°12 : « Modelling a full scale membrane bioreactor using Activated Sludge Model n°1: challenges and solutions », F. Delrue, J.M. Choubert, M. Spérandio, M. Mietton-Peuchot et Y. Racault, Conférence régionale de l'IWA sur les technologies membranaires en traitement des eaux, juin 2008, Moscou (Russie). Article accepté pour publication dans le journal *Water Science and Technology* (p. 295)

Annexe n°13 : Bilans énergétiques sur les trois stations

Annexe n°14 : Test de filtrabilité en cellule agitée

Annexe n°1 : Paramètres de fonctionnement des trois stations suivies

Les spécificités des stations suivies sont rassemblées dans le tableau suivant :

Station	Guéthary	Guilvinec	Grasse
E.H.	4100 / 10000	26000	22000
Membranes	Zenon ZW500c	Kubota	Zenon ZW 500d
Polymère	marque déposée	Polyéthylène	marque déposée
Taille des pores	0.1mm	0.4mm	0.1mm
Surface de membranes (m²)	3740	5760	8968
Débits de filtration (L/m².h, LMH)	16-30	25-50	proportionnel au débit d'entrée moyenne : 35
Débits nets (LMH)	25		
Débit de rétrolavage (LMH)	45	/	double du dernier débit appliqué
Bassin Tampon	OUI	NON	OUI
Volume Zone d'Anoxie (m³)	400	/	/
Volume Bassin d'Aération (m³)	1100	1500	2x1000
Volume Compartiment Membranes	NON	3x150	4x65
Volume total/Surface (m³/m²)	0.40	0.34	0.25
Tamis	1mm	2mm	3mm
Tamis en recirculation	NON	NON	8mm
Spécificités	Membranes dans le bassin d'aération Zone d'anoxie en période estivale	Unité de traitement biologique des graisses déphosphatation physicochimique	2 files indépendantes déphosphatation physicochimique
Charge organique nominale (kgDCO/j)	1320	3481/3706	3020
Débit journalier nominal (m³/j)	1600/2000	2400/2600	2863/4008
Débit de pointe (m³/h)		280	312/1200

Station	Guéthary	Guilvinec	Grasse
Fonctionnement de la filtration	10 min + 75s de rétrolavage	40 min + 2 min relaxation	12min + 60s rétrolavage
Débit d'air membrane (Nm³/h)	800/1539	1050/1390/1735	400-500-600
Apport horaire aération membrane (kgO₂/h)	14.5/13.5	14.2/18.8/23.5	
Flux d'air spécifique (Nm³/h/m²)	0.41	0.55	0.18-0.22-0.27
Débit d'air process (Nm³/h)	1722/3444	2557	4000
Apport horaire aération process (kgO₂/h)	45/60	105	100/110
Consommation énergétique (kWh/m³)	1.8	3.2	2.4
Consommation énergétique (kWh/kgDCO)	2.3	4.5	3.1

Annexe n°2 : Test des colis isothermes pour envois d'échantillons

Au cours des suivis des stations de Le Guilvinec et Grasse, des envois d'échantillons d'eau d'entrée, de boues et d'eau de sortie ont été effectués dans le but d'être analysés au laboratoire du Cemagref. Les distances entre les sites d'étude et l'institut de recherche ont nécessité l'utilisation de cette méthode afin d'avoir un suivi régulier des BAM. Les échantillons ont transité à l'intérieur de colis isothermes.

L'isothermie de ces colis a donc été testée afin de s'assurer de leur efficacité. La température à l'intérieur du colis a été mesurée avec une température extérieure imposée de 30°C. La Figure 93 propose les profils des différentes températures relevées par les sondes placées à l'extérieur et à l'intérieur du colis testé.

Cette étude a permis l'estimation du coefficient isotherme $K = 0.482 \text{ W/}^\circ\text{C.m}^2$ soit une très bonne valeur pour un colis isotherme. En effet, les conteneurs sont classés en deux catégories, les isothermes normaux avec un coefficient $K \leq 0.7 \text{ W/}^\circ\text{C.m}^2$ et les isothermes renforcés avec $K \leq 0.4 \text{ W/}^\circ\text{C.m}^2$. Après trajet via transporteur, les échantillons de boues avaient une température de 8°C généralement, à l'arrivée au Cemagref de Bordeaux (arrivée le lendemain de l'envoi).

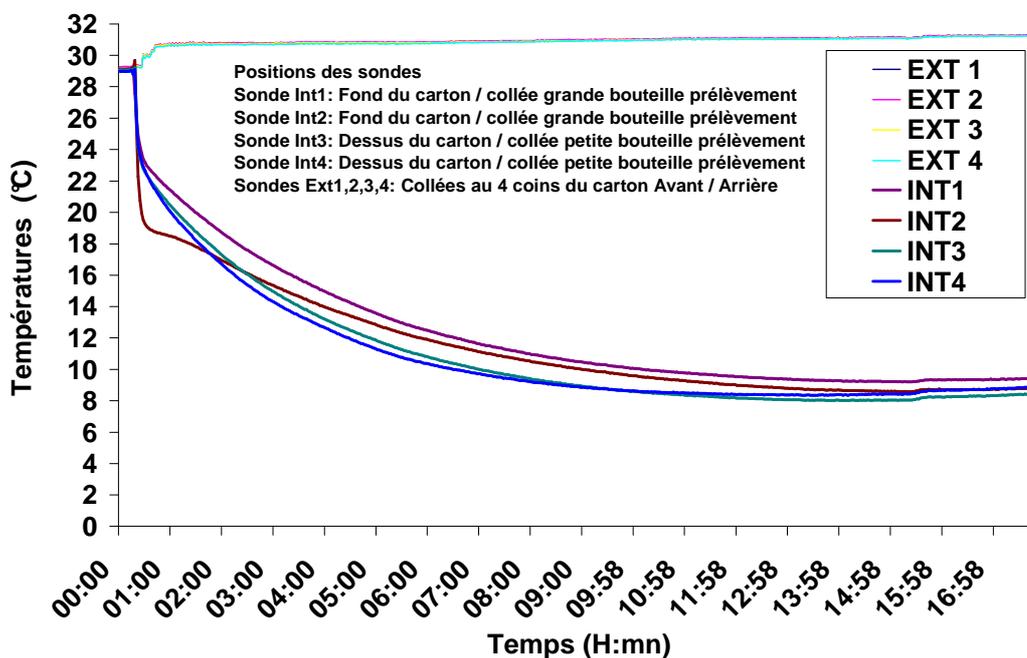


Figure 93 : Profils de température à l'intérieur et à l'extérieur du colis pendant l'essai

Annexe n°3 : Tests concernant le dosage des PMS

Deux essais ont été effectués afin de déterminer la meilleure méthode de préparation des échantillons de boues pour le dosage de la fraction soluble des EPS, les produits microbiens solubles (ou PMS).

Essai n°1 :

Deux types de filtre ont été testés : un filtre papier et un filtre MES (essais effectués sur une boue à 8 g/L) :

Concentrations	Polysaccharides (mgGlucose-eq/L)			Protéines + Substances humiques (mgBSA-eq/L)		
	Mesure 1	Mesure 2	Moyenne	Mesure 1	Mesure 2	Moyenne
	Centrifugation	16.5	16	16.3	34	32.4
Filtration papier	1.9	0.8	1.35	11.6	12.8	12.2
Filtration filtre fibres de verre	0.3	2.5	1.4	10.4	10.8	10.6
Centrifugation + Filtration papier	2.6	2.1	2.4	10	9.2	9.6
Centrifugation + Filtration filtre fibres de verre	0.6	0	0.2	9.2	8.8	9

Cet essai montre plusieurs choses. D'une part, les concentrations après filtration sur filtre en fibres de verre sont bien plus faibles qu'après une filtration papier, les polysaccharides et dans une bien moindre mesure les protéines sont retenues par les fibres de verre.

D'autre part, les filtrations directes semblent retenir des PMS qui s'accumuleraient dans le gâteau de filtration : cette méthode n'est donc pas adaptée pour ces échantillons.

Essai n°2 :

Plusieurs filtres papiers de différentes porosité ont été testés ainsi qu'une double filtration sur filtre papier 1 µm afin de vérifier la rétention des EPS sur le filtre papier (essais effectués sur une boue à 8 g/L)

Concentrations	Polysaccharides mg _{Glucose-eg} /L			Protéines + Substances humiques mg _{BSA-eg} /L		
	Mesure 1	Mesure 2	Moyenne	Mesure 1	Mesure 2	Moyenne
Filtration 25 µm	13.4	10	11.7	5.7	5.7	5.7
Filtration 5 µm	10.2	8.5	9.4	4.7	4.7	4.7
Filtration 1 µm	13.1	9.4	11.3	3.7	4	3.9
Centrifugation	21.8	19.3	20.6	21.3	19	20.2
Centrifugation + filtration 1 µm	11.6	13.4	12.5	4.3	4.3	4.3
Double filtration 1 µm	9.3	12.8	11.1	4	4	4

Les résultats de cette série d'analyses montrent que la porosité n'a que très peu d'effet sur les filtrations directes. Le filtre papier ne retient pas ou peu d'EPS car les résultats de la double filtration restent très proches de la filtration simple.

Finalement, c'est la méthode de la centrifugation suivi d'une filtration qui a été choisie afin de déterminer la concentration en PMS dans les boues.

Annexe n°4 : Méthodes de modélisation des profils de PTM pour le calcul de la vitesse de colmatage et choix effectué pour ce travail

Format des données :

Les données de Pression Transmembranaire (PTM) recueillies sur la station de Guéthary du 15/05/06 au 01/09/06 ont un pas de temps de 6 secondes. Un cycle de filtration comprend 10 minutes de filtration (soit 100 données de PTM) suivies d'environ 75 secondes de rétrolavage (d'après les données). Au contraire de la station de Grasse, on peut directement traiter les PTM car les débits de filtration sont constants.

Traitement préalable des données brutes :

Les PTM sont rassemblées dans une base de données Access[®], seules les PTM correspondant à une phase de filtration sont retenues. Les valeurs supérieures à -120 mbar ou inférieures à -250 mbar ont été supprimées afin d'éliminer les valeurs de PTM de rétrolavage (valeurs positives) ainsi que les valeurs anormales dues au dysfonctionnement du capteur.

Cycle de filtration et série de cycles de filtration :

Une série de cycle est composée de plusieurs cycles de 10 minutes de filtration et 75 secondes de rétrolavage comme le montre la Figure 94.

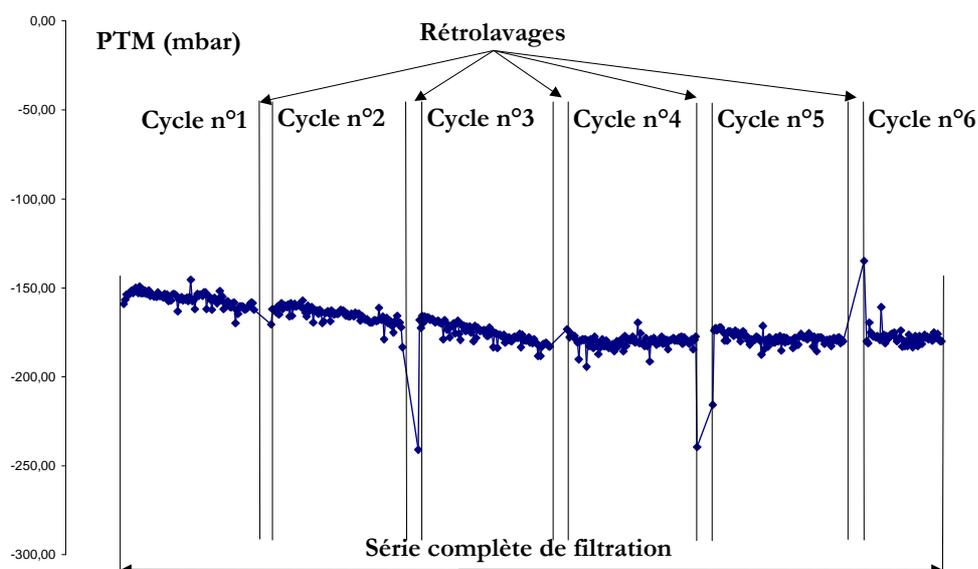


Figure 94 : Exemple d'une série complète de filtration

L'extraction des séries et des cycles de filtration des données de PTM s'effectue via le critère d'écart de temps entre deux valeurs de PTM. Ainsi un écart de plus de 6 secondes correspond à un nouveau cycle (la valeur de 25 secondes a été préférée afin d'éviter tout problème de trous dans les données), et un écart de plus de 75 secondes correspond à la série suivante (la valeur de 80 secondes a été choisie pour le programme sous Visual Basic®). Il est à noter que seuls les cycles d'une durée supérieure à 5 minutes ont été traités, ceci afin d'éviter une surévaluation de la vitesse de colmatage.

Premières PTM de chaque cycle :

Les trois premières valeurs de la PTM de chaque cycle (ou série) ont été retirées. En effet, pour schématiser, les deux premières PTM correspondent généralement au passage du rétrolavage à la filtration (changement de sens des pompes du perméat). Le débit de filtration est bien plus faible que la consigne et ces PTM ont souvent une valeur plus élevée (plus faible en valeur absolue car les PTM sont négatives pendant la filtration et positives pendant le rétrolavage). La troisième PTM correspond à un débit des pompes de filtration plus important que la consigne (à-coup de la pompe, le temps que le flux se stabilise) et la valeur de cette PTM est alors plus faible que pour le débit de filtration nominal (plus élevée en valeur absolue).

Modélisations testées pour simuler le comportement des PTM au cours d'un cycle ou d'une série :

Les profils de PTM ont été simulés par les cycles et par les séries et quatre modèles différents ont été testés pour cela :

- Droite linéaire :

$$PTM = k \times t + A \quad (45)$$

- Exponentielle :

$$-PTM = A \times e^{k.t} \quad (46)$$

- Logarithme népérien :

$$PTM = -k \times \ln(t) + A \quad (47)$$

- Exponentielle avec décalage :

$$-PTM = -A \times e^{-k.t} + A + B \quad (48)$$

Le temps t est ramené à 0 au début de chaque cycle ou série.

Le premier modèle, le plus simple, représente les dérives de PTM par une simple droite. Les coefficients k et A sont calculés par une régression linéaire. Les durées des cycles/séries sont récupérées ainsi que les temps de relaxation entre chaque cycle et série.

La deuxième idée fût de modéliser la chute de PTM par une exponentielle, de type $A \times e^{-k.t}$, mais comme les valeurs de PTM sont négatives, en passant à son opposé, $-PTM$, la courbure passe de concave à convexe et donc $e^{-k.t}$ ne représente plus correctement le profil des PTM. Toutefois, en passant au logarithme népérien et en effectuant une régression linéaire, on obtient un terme positif dans l'exponentiel ($e^{k.t}$) et de bonnes corrélations (voir tableau ci-dessous).

Ensuite, le troisième modèle testé utilise un logarithme avec régression linéaire pour calculer les coefficients.

Le dernier modèle correspond à une exponentielle décroissante avec décalage comme le montre la Figure 95.

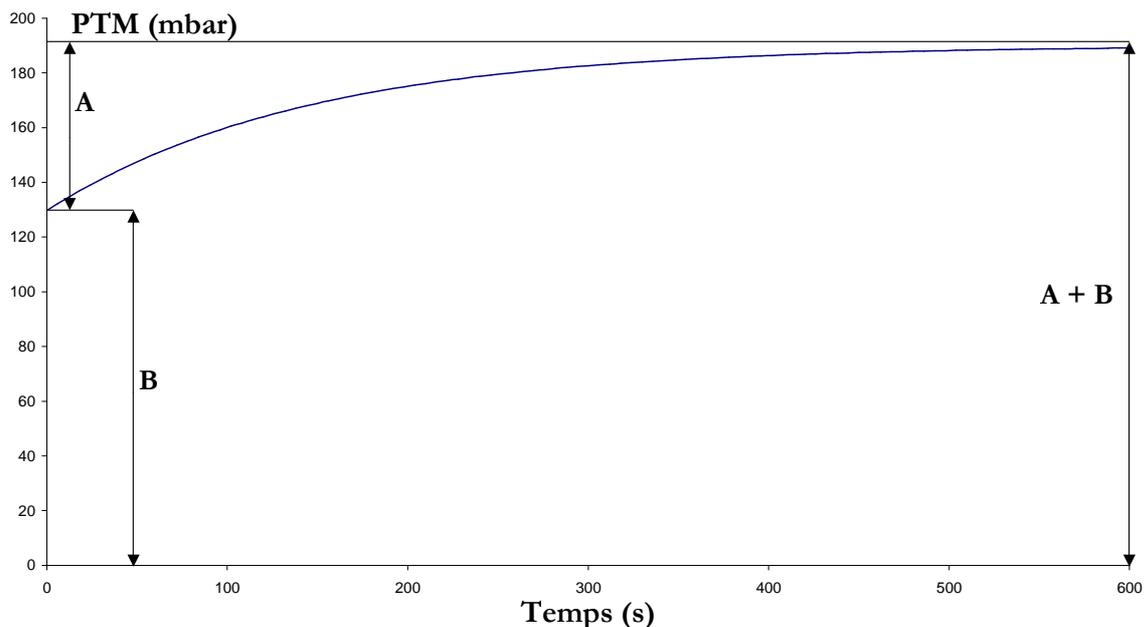


Figure 95 : Principe de la modélisation des profils de PTM par l'équation $-PTM = -A \times e^{-k.t} + A + B$

La difficulté réside dans la détermination de $(A+B)$, car A et k sont ensuite calculés par passage au logarithme et régression linéaire. En fait, $(A+B)$ correspond à la valeur minimale de la pression transmembranaire au cours d'une série ou d'un cycle, c'est à dire la valeur vers laquelle la PTM tend. 4 méthodes de détermination de cette quantité ont donc été testées :

1) La valeur minimale de la PTM du cycle ou de la série est déterminée via une recherche préalable sur l'ensemble des données du cycle ou de la série (tout en éliminant les valeurs aberrantes que le capteur peut parfois donner)

2) La PTM minimum est déterminée simplement comme la moyenne des 3 dernières PTM du cycle ou de la série

3) La PTM minimum est calculée en utilisant la droite de modélisation de la dérive des PTM (voir l'équation (45)) :

$$PTM_{\text{minimum}} = A + k \times \text{temps}_{\text{cycle/série}} \quad (49)$$

4) Calculée de la même manière que la méthode précédente, la PTM minimum utilise, cette fois, la moyenne des trois PTM du début afin d'estimer A :

$$PTM_{\text{minimum}} = PTM_{\text{début}} + \frac{dPTM}{dt} \times \text{temps}_{\text{cycle/série}} \quad (50)$$

Ces quatre méthodes de détermination de la somme (A+B) donnent des résultats similaires au niveau des coefficients de corrélation des régressions.

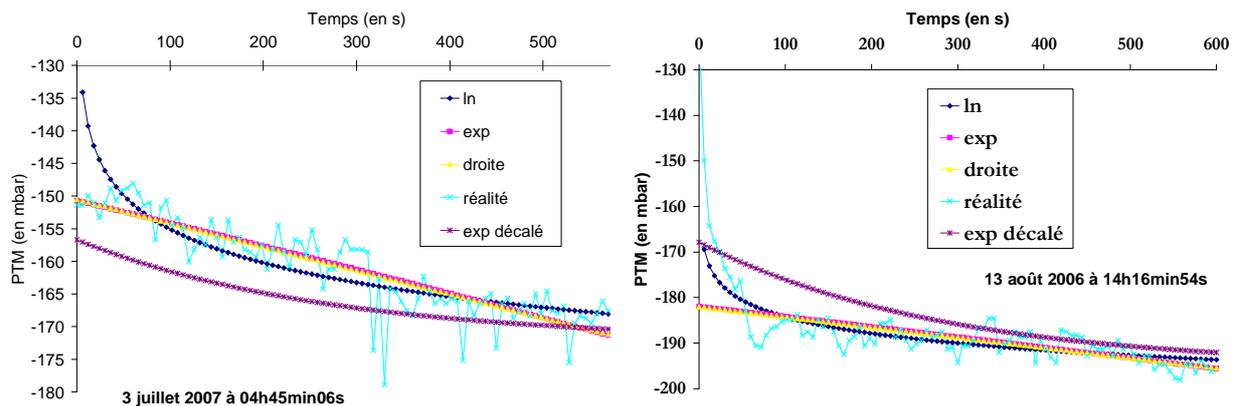
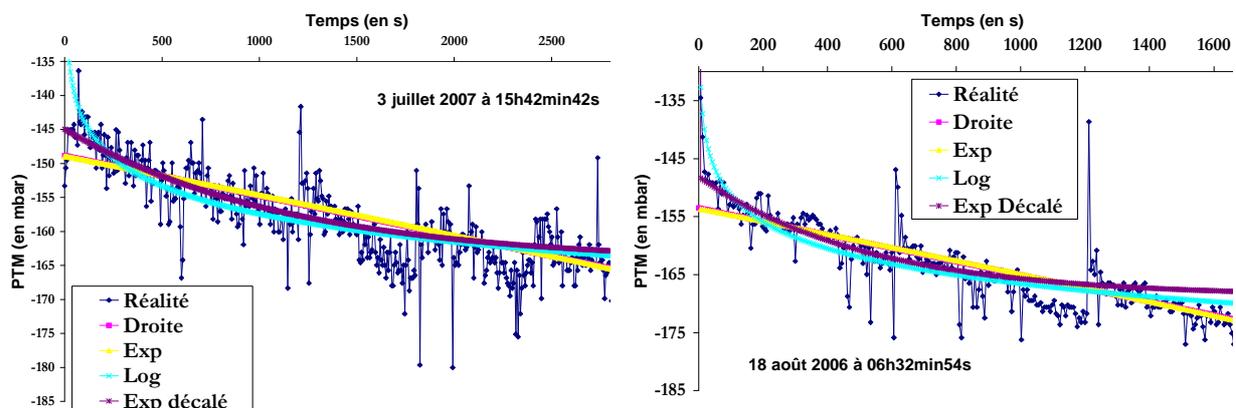
Comparaison des résultats des différents modèles :

Les coefficients de corrélation pour les quatre régressions sont rassemblés dans le Tableau 68 pour les cycles et pour les séries et donnent des résultats semblables pour tous les modèles testés. Il apparaît clairement que les modélisations des séries entières fournissent des coefficients de corrélation bien moins bons que si les cycles sont modélisés un par un. Comme indiqué dans la dernière colonne du Tableau 68, un tri a été effectué sur les coefficients de corrélation afin d'éliminer les droites qui seraient les moins représentatives des cycles ou séries modélisés (notamment lorsque ces cycles ou séries ont un profil des PTM inhabituel).

Tableau 68 : Coefficients de corrélation pour les quatre méthodes de régression testées, pour les cycles et les séries

Modèle	Cycle/Série	Coefficient de corrélation R^2 moyen sur l'ensemble des données	Coefficient de corrélation R^2 moyen pour $ \text{r}_p > 0.4$
Linéaire	Cycle	-0.51	0.68
	Série	-0.40	0.65
Exponentiel	Cycle	0.51	0.68
	Série	0.39	0.65
Logarithme	Cycle	-0.49	0.66
	Série	-0.40	0.63
Exponentiel « décalé »	Cycle	-0.54	0.68
	Série	-0.45	0.67

Les modèles ont également été comparés à partir de deux exemples de cycles (et deux exemples de séries) :

**Figure 96 : Exemples de modélisation de deux cycles par les quatre modèles****Figure 97 : Exemples de modélisation de deux séries par les quatre modèles**

Ensuite, afin d'effectuer un choix entre toutes ces méthodes, les paramètres k de ces modèles ont été mis en relation avec certains paramètres de la filtration, les résultats des coefficients de corrélation de Pearson pour les droites de régression sont rassemblés dans le Tableau 69.

Tableau 69 : Coefficients de corrélation de Pearson r_p pour les droites de régression entre les paramètres k des différents modèles et des paramètres de la filtration

Modèle	Cycle/Série	Temps de relaxation moyen	Temps d'aération journalier	Temps de filtration journalier	PTM moyenne journalière
Droite	Cycle	0.62	-0.77	-0.69	0.24
	Série	0,37	-0,43	-0,52	0,36
Exponentiel	Cycle	0.63	-0.74	-0.68	0.10
	Série	0,38	-0,38	-0,51	0,34
Logarithme	Cycle	-0.59	0.78	0.69	-0.24
	Série	-0,59	0,69	0,76	-0,21
Exponentiel décalée	Cycle	-0,13	-0.08	0,08	0.54
	Série	0,13	-0,28	-0,11	0,22

Les meilleurs résultats sont obtenus pour la modélisation des profils de PTM pour les cycles de filtration par une droite, cette méthode a donc été conservée pour le reste du travail (et c'est aussi la plus simple !).

Moyenne journalière de la perméabilité :

L'étude des données des perméabilités membranaires ont également permis l'établissement de leur moyenne journalière.

Moyenne journalière de la vitesse de colmatage :

La vitesse de colmatage ainsi définie par le coefficient k de l'équation (45) a été moyennée sur chaque journée afin de pouvoir la mettre plus facilement en parallèle avec les autres paramètres du BAM (conditions opératoires et propriétés physico-chimiques des boues).

Autres méthodes testées de caractérisation de la perte des caractéristiques membranaires :

D'autres méthodes ont été testées mais sans succès, elles sont énumérées ici :

- Modélisation par des droites de régression des deux premiers cycles d'une série uniquement (ou des deux derniers) mais les évolutions des moyennes journalières des coefficients k (voir équation (45)) obtenus sont identiques à celles de la moyenne journalière de la vitesse de colmatage définie ci-dessus

- Moyenne journalière sur les médianes des PTM des cycles (valeurs de PTM au milieu des cycles) : pas de différence avec la moyenne de la PTM (faible écart absolu mais surtout mêmes variations)
- Moyenne journalière sur les premières PTM des cycles (ou des dernières) : pas de différence avec la moyenne de la PTM (faible écart absolu mais surtout mêmes variations)

Remarque pour la station de Grasse :

Ces tests ont été effectués avec les données du BAM de Guéthary, ainsi, seuls la méthode linéaire et le calcul de la moyenne journalière de la perméabilité ont été appliqués à la station de Grasse.

Annexe n°5 : Calibrer la production de boues : f_p ou X_I ?

Cette annexe fait suite aux problèmes de sous-estimation de la production de boues par le modèle ASM1 avec le fractionnement utilisant le test de DBO ultime.

Du point de vue du modèle ASM1, la boue dans un BAM est essentiellement constituée des fractions X_I et X_P dans les boues. Le Tableau 70 suivant illustre bien ce propos :

Tableau 70 : Constitution de la boue du bassin d'aération de la station de Guéthary le 31/07/06 à 8h00

Fractions de la boue	Concentrations (gDCO/m ³)	Pourcentage
S_I	16	0.2
S_S	2	0.02
X_I	4443	56.3
X_S	11	0.14
X_{BH}	948	12
X_{BA}	97	1.2
X_P	2379	30.1
Somme	7896	/
X_{ii}	1395 g/m ³	/
X	7690 gMES/m ³	/

Afin de calibrer la simulation de la production de boues par l'ASM1, il est donc possible d'intervenir soit sur X_I soit sur X_P . Ainsi, pour modifier la fraction X_I dans les boues, il faut agir sur la part de cette fraction dans les eaux usées et pour modifier la fraction X_P des boues, il faut agir sur la fraction de la biomasse qui génère de la DCO particulaire inerte au cours du décès, f_p .

La première méthode consiste à diminuer la fraction particulaire non biodégradable X_I dans les eaux résiduaires urbaines afin de réduire la production de boues (qui a été surévaluée par la simulation) et, considérant la séparation entre soluble et particulaire comme définie, la conséquence sera une augmentation de la fraction X_S apportées par les eaux usées.

La deuxième méthode permet de réduire la production de boues en limitant la fraction inerte particulaire provenant du décès des bactéries X_P qui s'effectue en diminuant le paramètre f_p . La fraction biodégradable particulaire X_S provenant du décès des bactéries $(1-f_p)$ augmente d'autant.

Les deux méthodes aboutissent au même résultat, c'est-à-dire à l'augmentation de la production de boues et une diminution de l'apport de fraction particulaire lentement biodégradable X_S par les eaux usées dans le premier cas et par le décès des bactéries dans le deuxième. Pour une augmentation identique de la production de boues, la réduction de la quantité de X_S apportée au système est identique pour les deux méthodes. Elles mènent toutes les deux à une modification de la part de la DCO qui peut être dégradée par le système.

En utilisant la méthode de calage de f_p par bilans de matière de Nowak *et al.* (1999), Jiang *et al.* (2005) ont estimé sa valeur à 0.06 (au lieu de la valeur classique de 0.08) sur un bioréacteur où les membranes se trouvent sur une boucle de recirculation. Ce résultat va dans le sens de la deuxième méthode (et confirme également la part importante de la fraction biodégradable dans les BAM du fait des longs âges de boues). Cependant, les conséquences sont les mêmes sur le modèle et d'un point de vue théorique, il n'y a pas de raison que la fraction inerte de la biomasse soit plus importante dans les bactéries d'un BAM que dans celles d'un procédé conventionnel par boues activées. Par contre, avec les âges de boues très élevés, la part des eaux usées que les bactéries sont capables de dégrader augmente dans un BAM par rapport à un procédé par boues activées.

Le choix pour ce travail s'est donc porté sur la première méthode de modification du fractionnement des eaux usées.

Annexe n°6 : Matrice de Petersen de l'ASM1

j	i	Composant	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	Vitesse du processus
		Processus	S_t	S_s	X_i	X_s	X_{bt}	X_{ba}	X_u	S_o	S_{no}	S_{nh}	S_{nd}	X_{nd}	S_{alk}	
1		Croissance aérobie des hétérotrophes		$-\frac{1}{Y_h}$			1			$-\frac{1-Y_h}{Y_h}$		$-i_{xb}$			$\frac{-i_{nb}}{14}$	$\mu_x \times \left(\frac{S}{K_s + S} \right) \times \left(\frac{S_o}{K_{so} + S_o} \right) \times X_{bh}$
2		Croissance anaérobie des hétérotrophes		$-\frac{1}{Y_a}$			1			$-\frac{1-Y_a}{Y_a}$		$-i_{xb}$			$\frac{1-Y_a}{14 \times 2.86 \times Y_a} - \frac{i_{nb}}{14}$	$\mu_x \times \left(\frac{S}{K_s + S} \right) \times \left(\frac{K_{na}}{K_{na} + S} \right) \times \left(\frac{S_o}{K_{so} + S_o} \right) \times \eta_x \times X_{bh}$
3		Croissance aérobie des autotrophes						1		$-\frac{1}{Y_a}$		$-\frac{1}{Y_a}$				$\mu_x \times \left(\frac{S_{ba}}{K_{sb} + S_{ba}} \right) \times \left(\frac{S_o}{K_{so} + S_o} \right) \times X_{ba}$
4		Decès des hétérotrophes				$1 - f_p$	-1		f_p					$i_{xb} - f_p \times i_{xp}$		$b_{jt} \times X_{bh}$
5		Decès des autotrophes				$1 - f_p$		-1	f_p					$i_{xb} - f_p \times i_{xp}$		$b_{jt} \times X_{ba}$
6		Ammonification										1	-1		$\frac{1}{14}$	$K_a \times S_{nd} \times X_{bh}$
7		Hydrolyse des composants organiques				-1										$K_s \times \frac{X_{nd}}{K_s + X_{nd}} \times \left[\left(\frac{S}{K_{so} + S} \right) + \eta_x \times \left(\frac{K_{na}}{K_{na} + S} \right) \times \left(\frac{S_o}{K_{so} + S_o} \right) \right] \times X_{ba}$
8		Hydrolyse des composants organiques azotés											1	-1		$\rho_x \times \frac{X_{nd}}{X_s}$
		Description	matière soluble non biodégradable	substrat directement consommable	matière particulaire non biodégradable	substrat particulaire lentement biodégradable	biomasse hétérotrophe active	biomasse autotrophe active	matière particulaire issue du décès des bactéries	oxygène	nitrate et nitrite	ammoniaque	azote organique soluble et biodégradable	azote organique particulaire et biodégradable	alcalinité	
		Unité				gCOD/m ³						gN/m ³			mole/m ³	

Annexe n°7 : Evaluation du spectrophotomètre portable Lasa100 de Dr Lange® en comparaison avec les analyses du laboratoire

Le spectrophotomètre Lasa100 de Dr Lange® est facilement transportable et fournit le résultat des analyses rapidement. Il peut mesurer la concentration d'un certain nombre de paramètres, mais dans le cadre de ce travail, il a surtout été utilisé pour la détermination des concentrations en ammoniacque et nitrate. Cet appareil a été utilisé pendant les campagnes d'essai sur le terrain notamment pendant les campagnes de calage du modèle ASM (voir partie II « Matériels et méthodes », III.2.5.) afin de pouvoir gérer les phases d'aération et de non-aération en temps réel.

Ainsi, les analyses ont parfois été effectuées avec le spectrophotomètre de terrain et ensuite au laboratoire, c'est le cas pour 115 analyses de NO_3^- (norme NF EN ISO 11732 (F) pour l'analyse au laboratoire) et 117 pour NH_4^+ (norme NF EN ISO 13395 (F) pour l'analyse au laboratoire). Les comparaisons des résultats sont rassemblées sur la Figure 98 pour l'ammoniacque et sur la Figure 99 pour les nitrates.

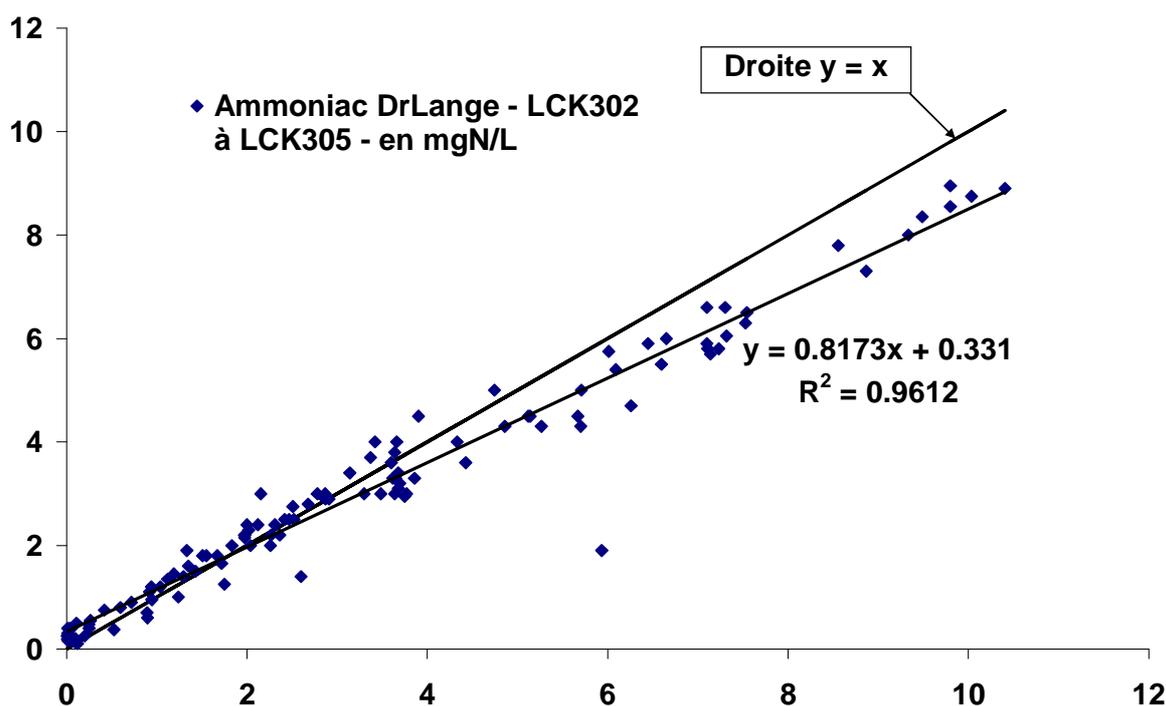


Figure 98 : Comparaison entre les valeurs de concentrations NH_4^+ effectuées avec un spectrophotomètre Dr Lange et le laboratoire

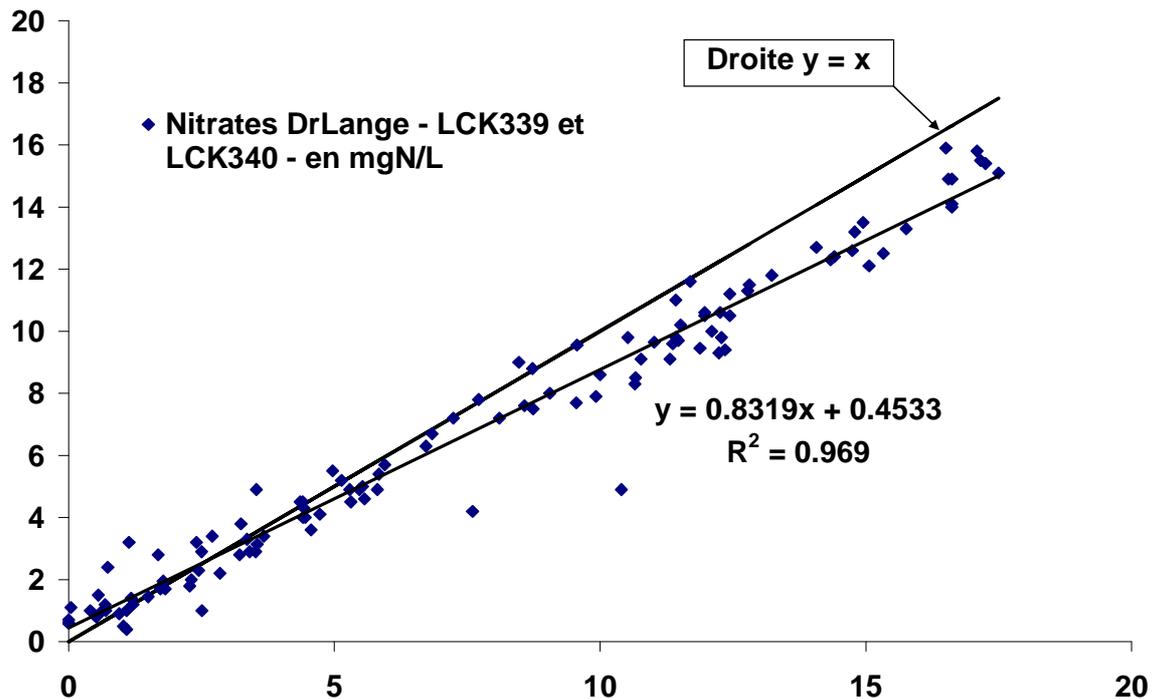


Figure 99 : Comparaison entre les valeurs de concentrations NO_3^- effectuées avec un spectrophotomètre Dr Lange et le laboratoire

Les correspondances sont meilleures pour les faibles valeurs de concentrations mais à partir de 5 mgN/L environ, les différences deviennent plus importantes.

Les coefficients de corrélation des droites de régression entre les analyses du laboratoire et celles du spectrophotomètre de terrain sont proches pour les nitrates et l'ammoniaque (0.83 et 0.82 respectivement). Les facteurs correctifs ont été appliqués lorsque seule l'analyse des échantillons par le spectrophotomètre portable Lasa100 était utilisé, c'est le cas lors des campagnes de calage pour les échantillons de la zone anoxie (station de Guéthary) et des compartiments membranaires (stations de Le Guilvinec et de Grasse).

Annexe n°8 : Assimilation de l'azote dans la zone d'anoxie de la station de Guéthary pendant la campagne de calage du 31/07/2006

Au cours de la modélisation de la campagne de calage du 31 juillet 2006, des modifications de modèles concernant la zone d'anoxie du BAM de Guéthary ont été testées. En effet, cette zone présente des conditions à la limite entre anoxie et anaérobie et l'assimilation d'azote y est apparemment sous-évaluée par le modèle ASM1. Les équations de ce dernier ne permettent pas de correctement prédire l'assimilation de l'ammoniaque dans ces conditions, c'est pourquoi plusieurs méthodes d'amélioration de cette consommation des ions NH_4^+ ont été envisagées.

I - Evaluation de l'assimilation de l'azote réelle :

Deux méthodes ont été utilisées pour évaluer l'assimilation de l'azote (sous forme NH_4^+) par les bactéries dans la zone d'anoxie (principalement hétérotrophes).

1) 5% de la DBO₅ éliminée

En utilisant le ratio $\text{DBO}_5/\text{N}/\text{P} = 100/5/1$, on sait que la quantité d'azote assimilé correspond à environ 5% de la DBO₅ éliminée (assimilée à la DBO₅ entrante du fait de l'excellente capacité épuratoire des BAM). Sachant :

- Que la concentration moyenne en DBO₅ en entrée pendant les 8h de la campagne est de $[\text{DBO}_5] = 387 \text{ mgO}_2/\text{L}$
- Que le volume admis durant ces 8h est de $V_{8h} = 672 \text{ m}^3$

Cette quantité d'azote assimilée a donc été estimée à 13000 gN pendant les 8h de la campagne de calage.

Si on considère que l'assimilation de l'azote est proportionnelle à la quantité de la biomasse, il faut tout d'abord estimer le pourcentage de la biomasse hétérotrophe dans la zone d'anoxie par le calcul. En considérant des concentrations en bactéries hétérotrophes de 800 mgDCO/L dans le bassin d'aération et de 600 mgDCO/L dans la zone d'anoxie, on obtient :

$$\begin{aligned} & \text{\% biomasse hétérotrophe dans Zone d'anoxie :} \\ & \frac{600 \text{ mgDCO/L} \times 400 \text{ m}^3}{600 \text{ mgDCO/L} \times 400 \text{ m}^3 + 800 \text{ mgDCO/L} \times 1100 \text{ m}^3} = 21\% \end{aligned}$$

On en déduit la masse d'azote assimilée pendant les 8h :

$$m_{\text{Nassimilé8h}} = 2730 \text{ gN} = 6.8 \text{ gN/m}^3$$

2) Par bilan

Ensuite, on peut effectuer également un bilan sur l'azote Kjeldahl dans la zone d'anoxie.

Bilan sur TKN :

$$\text{Assimilation} = \text{Entrée} - \text{Sortie} = 7755 \text{ gN} = 19.4 \text{ gN/m}^3$$

Mais c'est une méthode extrêmement sensible car l'entrée diffère peu de la sortie. Il est donc difficile d'exploiter ce résultat. Mais celui-ci est néanmoins du même ordre de grandeur que celui obtenu avec la première méthode, on peut donc conclure que l'assimilation sur les 8h est d'environ 10 gN/m^3 (on ne peut malheureusement pas être beaucoup plus précis).

3) Conclusion, résultats selon la modélisation avec le modèle ASM1

Avec le modèle ASM1 sans modification hormis l'ajout d'une valeur anoxique du rendement hétérotrophe Y_H , on obtient une assimilation d'azote sur les 8h égale à 1.8 gN/m^3 . C'est donc une valeur inférieure à celles estimées par les deux méthodes de calcul.

II – Avantages/inconvénients des différents modèles testés :

L'assimilation de l'azote en conditions d'anoxie est régit par la deuxième équation (r_2) de la matrice de Petersen de l'ASM1 (voir Annexe n°6) :

$$\frac{dS_{NH}}{dt} = -i_{XB} \times r_2 = -i_{XB} \times \mu_H \times \left(\frac{S_S}{K_S + S_S} \right) \times \left(\frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \right) \times \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \times \eta_G \times X_{BH}$$

1) Modifications spécifiques du modèle dans la zone d'anoxie

La première tentative a été d'appliquer un modèle ASM1 classique à la zone d'anoxie mais avec des paramètres différents de celui du bassin d'aération afin de rendre compte de la particularité de cette zone. Mais les paramètres K_{NO} , K_{OH} , K_S , K_{NH} , μ_H doivent être fortement modifiés afin de simuler correctement la concentration en NH_4 dans la zone d'anoxie et de plus, la concentration en biomasse hétérotrophe augmente considérablement.

2) Modifications de l'équation n°2 pour la zone d'anoxie

L'équation n°2 de l'ASM1, utilisée ci-dessus pour décrire la consommation de l'ammoniaque, a été simplifiée pour la zone d'anoxie (ce qui revient un peu à simplifier la première méthode) :

$$r_2 = a \times \mu_H \times \eta_G \times X_{BH}$$

Avec « a », une constante de valeur choisie.

En prenant 0.3 comme valeur pour cette constante, la simulation du profil de la concentration en NH_4^+ dans la zone de tête devient excellente mais la concentration en X_{BH} augmente fortement et devient irréaliste (bien supérieure à la concentration dans le bassin d'aération).

3) Modifications du paramètre i_{XB} et ajout de nitrates dans l'eau d'entrée

Avec les modifications précédentes, il n'est pas possible d'agir sur l'assimilation de l'ammoniaque via l'équation r_2 sans qu'il n'y ait une répercussion sur la concentration en bactéries hétérotrophes (voir matrice de Petersen en Annexe n°6).

Au contraire, si on modifie directement la fraction azotée de la biomasse i_{XB} uniquement pour les équations r_2 et r_4 (par souci d'équilibre au niveau du bilan de l'azote) dans la zone d'anoxie, l'assimilation de NH_4^+ est dopée sans incidence sur la quantité de biomasse hétérotrophe.

Afin d'obtenir des résultats satisfaisants, il faut multiplier par dix le paramètre i_{XB} , c'est pourquoi cette méthode a été couplée avec l'ajout de nitrates dans les eaux d'entrée (afin de rendre les conditions plus anoxiques). Ainsi, pour obtenir de bons résultats, il faut multiplier i_{XB} par cinq et ajouter 15 mgN/L de NO_3^- dans les eaux usées mais de telles modifications présentent un fort risque de fragilisation de l'équilibre du modèle.

Conclusion :

Des méthodes testées, la plus satisfaisante au niveau des résultats bruts est celle combinant la modification de la fraction azotée de la biomasse i_{XB} avec l'ajout de nitrates dans les eaux en entrée du BAM. Cependant, les modifications sont trop importantes pour qu'elle n'ait aucune incidence sur le modèle, de plus, elles n'ont aucun réel sens physique. Pour ses raisons, aucune modification particulière n'a été effectuée sur le modèle ASM de la zone de tête de la station de Guéthary. L'assimilation ne sera donc pas parfaitement simulée mais ce n'est pas une donnée de sortie importante du modèle au contraire des concentrations en formes azotées dans le perméat des membranes, par exemple.

Annexe n°9 : Devenir des matières minérales solides dans le modèle ASM1

Le modèle ASM1 permet la prédiction de la concentration en matières volatiles solides (MVS) mais par contre, il ne possède pas d'équations décrivant le devenir des matières minérales solides (MMS). Le logiciel GPS-X[®] utilise le modèle ASM1 pour calculer les MVS et, pour les MMS, il utilise un bilan massique simple (entrée, accumulation, sortie) sans consommation ou production. Or, Spérandio et Espinosa (2008) ont montré que, dans un réacteur en aérobie totale, jusqu'à 50% des matières minérales pouvaient se solubiliser. Par ailleurs, Ekama et Wentzel (2004) ont proposé un nouveau modèle pour la prédiction des MMS incluant les solides inorganiques dissous qui peuvent être accumulés par les bactéries déphosphatantes. Ces solides inorganiques dissous précipitent au cours de la méthode de détermination des concentrations en MES et MVS (pendant le passage au four à 500°C) ce qui augmente la concentration en MMS mesurée. L'équation ci-dessous résume cette problématique :

$$\text{MMS}_{\text{accumulés}} = \text{MMS}_{\text{ERU}} - \text{MMS}_{\text{extraction de boues}} + \underbrace{\text{MMS}_{\text{bactéries phosphatantes}} - \text{MMS}_{\text{solubilisés}}}_{\text{Non pris en compte par le logiciel de simulation}}$$

Non pris en compte par le logiciel de simulation

La prédiction des MMS ne peut donc être qu'approximative avec de simples bilans sans réactions de solubilisation et d'accumulation de phosphore dans les bactéries.

Annexe n°10 : Résultats des modifications des apports horaires et des paramètres de l'ASM1 sur la prédiction du modèle pour la station de Guéthary

Pendant le travail de calage et de validation du modèle ASM1 pour la station de Guéthary des difficultés ont été rencontrées qui ont affectées les résultats des simulations. De nombreuses modifications des paramètres du modèle ont été testées afin d'améliorer ces résultats. Cette annexe rassemble ces différents essais.

I – Période de calage :

1) Calage de l'aération

Les apports horaires calculés ont été testés en comparant les valeurs simulées des concentrations en oxygène dissous avec les mesures des deux capteurs. Cette comparaison a été effectuée à raison d'une valeur toutes les dix minutes sur les 20 jours de la période de calage. La moyenne des capteurs donnent 0.56 et 0.57 mgO₂/L pour les capteurs 1 et 2 respectivement alors que la valeur moyenne simulée sur la période est de 0.59 mgO₂/L. Par contre, les déviations moyennes entre les valeurs simulées et les mesures des capteurs sont de 0.65 et 0.66 mgO₂/L. Ces valeurs sont assez élevées malgré les bonnes correspondances entre les valeurs moyennes, la raison semble être des déviations importantes sur certaines valeurs seulement qui ont un poids important dans les calculs des moyennes des déviations mais aussi des profils incorrectement simulés au contraire des apports d'oxygène. La simulation donnerait donc de bons résultats en « moyenne » mais serait plus approximative sur les valeurs instantanées.

Afin de réduire ces déviations, les k_{La} ' calculés à partir des apports horaires ont été diminués d'un certain pourcentage. Les résultats pour différents de ces apports horaires modifiés ont été rassemblés dans le Tableau 47.

Le minimum de déviation, en moyenne, est obtenu pour une réduction de 12% des k_{La} '. La déviation moyenne relative (en %) continue de diminuer pour des apports horaires plus faibles, et le minimum de déviation est obtenu pour des apports horaires réduits de 15%.

Tableau 71 : Résultats des comparaisons entre concentrations en oxygène dissous (OD) simulées et mesurées par les capteurs pour différents apports horaires

ΔAH (en %)	Concentration moyenne (en mgO ₂ /L)			Déviation moyenne			
	Capteur 1	Capteur 2	Simulation	Capteur 1		Capteur 2	
				mgO ₂ /L	%	mgO ₂ /L	%
0 (valeurs calculées)			0.59	0.65	340%	0.66	452%
- 5%	0.56	0.57	0.51	0.48	180%	0.51	230%
- 10%			0.31	0.43	116%	0.47	140%
- 12%			0.24	0.43	102%	0.47	118%
- 15%			0.16	0.46	89%	0.49	95%

Cependant, les résultats sont bien moins bons concernant les valeurs moyennes des concentrations en oxygène.

2) Concentrations de sortie en ammoniacque et en nitrate

Le paragraphe précédent montre que le minimum de la moyenne de la déviation entre les concentrations moyennes journalières en oxygène mesurées par les capteurs et celles simulées est obtenu lorsqu'on diminue de 12% les apports horaires calculés par bilans. Par conséquent, une simulation a été conduite sur la période de calage avec les apports horaires diminués de 12% afin de tester la conformité des concentrations en ammoniacque et nitrate en sortie de la station. Les résultats apparaissent sur la Figure 100. Ces derniers sont largement moins satisfaisants qu'avec les apports horaires calculés non modifiés. C'est donc la raison pour laquelle les apports horaires calculés par bilans et non modifiés ont été gardés et validés pour le modèle de la station de Guéthary.

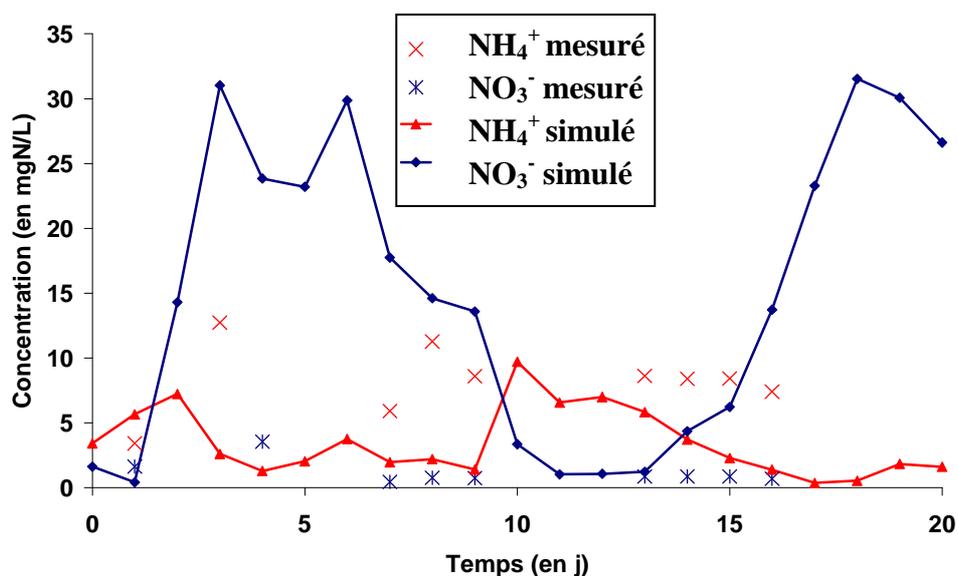


Figure 100 : Concentrations en NH₄⁺ et NO₃⁻ mesurées et simulées dans le perméat de la station de Guéthary avec apports horaires diminués de 12%

Le Tableau 49 résume les comparaisons entre mesures et simulations pour les concentrations de sortie en formes azotées et il apporte la confirmation que les meilleurs résultats sont obtenus lorsque les apports horaires calculés par bilans de polluants ne sont pas modifiés.

Tableau 72 : Comparaison entre concentrations en ammoniacque et nitrate simulées et mesurées pour les apports horaires calculés et pour ceux réduits de 12%, station de Guéthary

ΔAH	Déviations sur le perméat				Déviations sur l'eau traitée			
	NH_4^+		NO_3^-		NH_4^+		NO_3^-	
	mgN/L	%	mgN/L	%	mgN/L	%	mgN/L	%
0%	0.18	24%	1.71	22%	3.54	315%	3.64	41%
-12%	9.46	1460%	5.69	68%	16.7	1792%	6.2	64%

3) Optimisation des constantes de demi-saturation sur les résultats du calage

En utilisant le jeu de paramètres estimé pendant la période de calage, une optimisation des quatre constantes de demi-saturation K_{OH} , K_{NO} , K_{NH} et K_{OA} a été testée.

Les résultats sont rassemblés dans les Tableaux 3 à 6.

Tableau 73 : Déviations absolues et relatives sur les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie pour diverses valeurs de K_{OH}

Paramètres	Essai 0	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5
K_{OH} (mgO ₂ /L)	0.03	0.01	0.02	0.04	0.05	0.3
K_{NO} (mgN/L)	3	3	3	3	3	3
K_{NH} (mgN/L)	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
K_{OA} (mgO ₂ /L)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Résultats						
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NH_4^+	0.18 24%	0.17 21%	0.75 135%	0.71 122%	0.33 42%	0.47 61%
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NO_3^-	1.71 22%	2.43 33%	2.22 29%	1.58 19%	2.10 24%	5.84 69%

➤ D'après le Tableau 73, il semblerait que 0.03 mgO₂/L soit une bonne valeur pour K_{OH} .

Tableau 74 : Déviations absolues et relatives sur les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie pour diverses valeurs de K_{NO}

Paramètres	Essai 0	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
K_{OH} (mgO ₂ /L)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
K_{NO} (mgN/L)	3	0.3	1	2	4	5	6
K_{NH} (mgN/L)	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
K_{OA} (mgO ₂ /L)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Résultats							
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NH_4^+	0.18 24%	0.32 41%	0.71 122%	0.38 36%	0.26 33%	0.24 31%	0.24 30%
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NO_3^-	1.71 22%	2.32 27%	1.67 20%	1.73 21%	1.4 18%	1.33 17%	1.35 17%

- Le Tableau 74 montre que $K_{NO} = 5$ semble être la meilleure valeur pour ce paramètre au vu des résultats sur juillet 2006, mais on s'éloigne encore plus des valeurs « classiques » de 0.1-0.5 mgN/L pour ce paramètre.

Tableau 75 : Déviations absolues et relatives sur les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie pour diverses valeurs de K_{NH}

Paramètres	Essai 0	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
K_{OH} (mgO ₂ /L)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
K_{NO} (mgN/L)	3	3	3	3	3	3	3
K_{NH} (mgN/L)	0.26	0.1	0.17	0.33	0.3	0.4	1
K_{OA} (mgO ₂ /L)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Résultats							
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NH_4^+	0.18 24%	0.34 44%	0.31 40%	0.23 29%	0.25 31%	0.68 123%	0.59 115%
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NO_3^-	1.71 22%	1.72 21%	1.61 20%	1.47 18%	1.45 18%	1.62 21%	2.06 27%

- D'après le Tableau 75, $K_{NH} = 0.3$ mgN/L est-il meilleur que $K_{NH} = 0.26$ mgN/L (les deux sont proches et dans l'ordre de grandeur des résultats par les tests de vitesses de nitrification maximales avec 0.24, 0.24 et 0.3 mgN/L).

Tableau 76 : Déviations relatives et absolues sur les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie pour diverses valeurs de K_{OA}

Paramètres	Essai 0	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
K_{OH} (mgO ₂ /L)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
K_{NO} (mgN/L)	3	3	3	3	3	3	3
K_{NH} (mgN/L)	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
K_{OA} (mgO ₂ /L)	0.3	0.1	0.2	0.4	0.5	0.6	1
Résultats							
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NH_4^+	0.18 24%	0.44 57%	0.34 44%	0.22 27%	0.18 23%	0.17 22%	0.90 178%
Déviations absolues (mgN/L) et relatives (%) NO_3^-	1.71 22%	2.31 26%	1.84 22%	1.39 18%	1.37 18%	1.42 18%	2.96 40%

- Le Tableau 76 montre que $K_{OA} = 0.5$ mgO₂/L est meilleur que $K_{OA} = 0.3$ mgO₂/L pour les données de juillet

Suite à ces tests, deux nouveaux jeux de paramètres ont été testés sur les données de juillet 2006 et pour la campagne de calage dont les résultats sont rassemblés dans le Tableau 77 de la page suivante.

Tableau 77 : Déviations absolues et relatives sur les concentrations en NH_4^+ et NO_3^- en sortie pour diverses valeurs de K_{OH}

		Jeu de paramètres	d'après calage	Modifié n°1	Modifié n°2
		K_{OH}	0.03	0.03	0.03
		K_{NO}	3	5	5
		K_{NH}	0.26	0.3	0.3
		K_{OA}	0.3	0.4	0.3
Période de calage	Déviations absolues et relatives (NH_4^+) Zone anoxie		3.5	3.12	3.05
	(%) NH_4^+ Zone anoxie		23%	21%	21%
	Déviations absolues et relatives (NO_3^-) Zone anoxie		0.13	0.11	0.11
	(%) NO_3^- Zone anoxie		116%	109%	110%
	Déviations absolues et relatives (NH_4^+) Bassin d'aération		0.34	0.68	0.78
	(%) NH_4^+ Bassin d'aération		42%	42%	47%
Données de juillet 2006	Déviations absolues et relatives (NO_3^-) Bassin d'aération		0.56	0.73	0.69
	(%) NO_3^- Bassin d'aération		34%	38%	36%
	Déviations absolues et relatives (NH_4^+) Sortie		0.27	0.19	0.2
	(%) NH_4^+ Sortie		34%	23%	25%
	Déviations absolues et relatives (NO_3^-) Sortie		1.51	1.47	1.41
	(%) NO_3^- Sortie		19%	19%	18%
Données de juillet 2006	Déviations absolues et relatives (oxygène) Capteur 1		0.65	0.65	0.67
	(%) oxygène Capteur 1		340%	470%	477%
Données de juillet 2006	Déviations absolues et relatives (oxygène) Capteur 2		0.66	0.69	0.70
	(%) oxygène Capteur 2		452%	532%	536%

Les deux autres jeux de paramètres ne donnent pas de meilleurs résultats que celui déterminé initialement avec la campagne de calage, de plus les concentrations en oxygène dissous sont moins bien simulées pour la période de calage. C'est la raison pour laquelle ces deux jeux de paramètres « optimisés » n'ont pas été retenus.

II – Période de validation :

1) Validation de l'aération

Comme pour la période de calage, une réduction des coefficients k_{LA} a été testée afin d'obtenir des concentrations simulées en oxygène dissous en meilleure adéquation avec les mesures des capteurs. Le Tableau 78 montre qu'en réduisant l'ensemble des apports horaires de 10%, les écarts entre valeurs simulées et mesurées sont au minimum. Cependant, de meilleurs résultats sont obtenus lorsque seul le coefficient k_{LA} correspondant au fonctionnement de deux surpresseurs pour les fines bulles est diminué de 16% (voir Tableau 78). Les moyennes des mesures de concentration en oxygène dissous des capteurs 1 et 2 sur la période de validation sont de 0.71 et 0.82 mgO_2/L respectivement.

Tableau 78 : Déviations des valeurs simulées de concentration en oxygène dissous (OD) aux mesures des capteurs pour différents apports horaires, période de validation sur la station de Guéthary, août 2006

ΔAH sur tous	ΔAH sur double surpresseur	Moyenne OD	Déviation de l'OD par rapport au capteur 1		Déviation de l'OD par rapport au capteur 2	
			mgO ₂ /L	%	mgO ₂ /L	%
0%	0%	1.54	0.92	355%	0.89	206%
-8%	-8%	0.76	0.61	157%	0.60	145%
-10%	-10%	0.43	0.52	102%	0.55	105%
0%	-10%	1.29	0.68	297%	0.65	152%
0%	-16%	0.60	0.33	196%	0.36	68%

Avec : moyenne OD capteur 1 = 0.71 mgO₂/L et moyenne OD capteur 2 = 0.82 mgO₂/L

La Figure 101 rapporte les concentrations en oxygène dissous pour tous ces cas : les mesures des deux capteurs puis les valeurs de la simulation sans modification des k_{La} , les valeurs de la simulation avec une réduction de 10% de l'ensemble des k_{La} (noté « OD simulé avec AH réduits de 10% ») et les valeurs de la simulation avec une réduction de 16% de l'ensemble du k_{La} correspondant au fonctionnement des deux surpresseurs de l'aération par fines bulles (noté « OD simulé avec AH' réduit de 16% »). Graphiquement, les résultats sont sensiblement identiques pour ces deux dernières courbes.

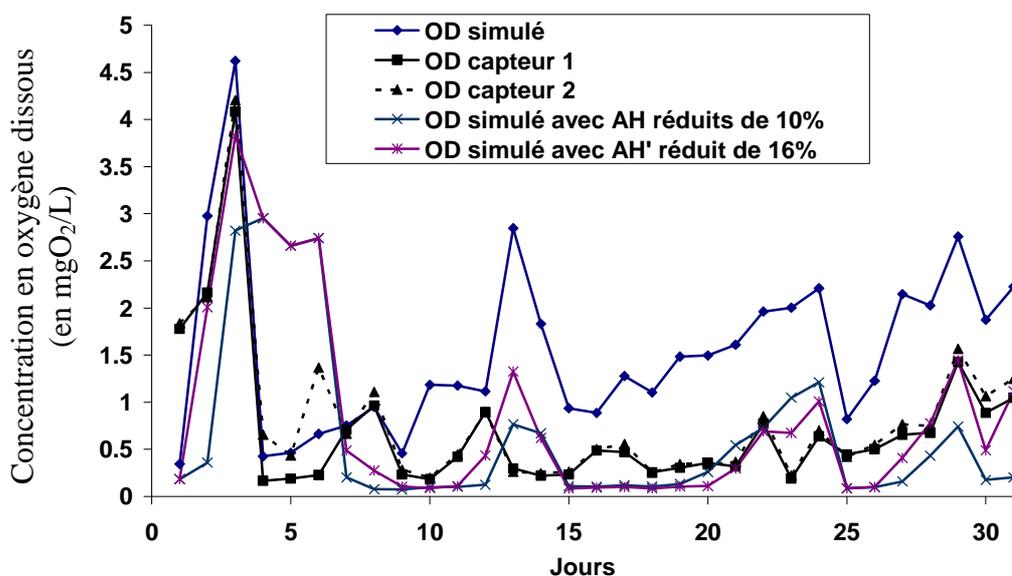


Figure 101 : Profils des concentrations en oxygène dissous pour différents apports horaires sur la station de Guéthary pendant la période de validation, août 2006

Les réductions des apports horaires calculés sont irréalistes d'un point de vue biologique car elles remettraient fortement en cause les bilans effectués par Racault et Gillot (2006) qui ont pourtant été effectués avec des données validées. Les écarts observés entre la simulation et les mesures doivent donc probablement provenir des conditions hydrodynamiques particulières.

2) Validation des concentrations de sorties en ammoniacque et en nitrate simulées

Suite aux remarques effectuées sur le calage de l'aération, de la biomasse autotrophe et des concentrations en forme azotées en sortie, une optimisation du modèle a été étudiée. Plusieurs techniques ont été testées séparément ou en addition l'une de l'autre (diminution des apports horaires, diminution du taux de décès autotrophes b_A , adaptation du taux de croissance μ_A) et les résultats sont présentés par le Tableau 79 et le Tableau 80.

Tableau 79 : Déviations des concentrations en sortie en ammoniacque et nitrate pour différentes modifications apportées au modèle de la station de Guéthary, période de calage, août 2006

b_A à 20°C (j ⁻¹)	ΔAH global	ΔAH sur double surpresseur	Déviations sur le perméat			
			NH ₄ ⁺		NO ₃ ⁻	
			mgN/L	%	mgN/L	%
0.1	0%	0%	0.81	60%	2.84	47%
0.1*	0%	0%	0.65	51%	2.91	38%
0.1*	0%	-5%	0.71	56%	2.50	37%
0.07	0%	0%	0.67	52%	2.88	38%
0.07	0%	-5%	0.72	56%	2.48	37%

* avec modifications du taux de croissance μ_A en continu suite aux résultats des tests de nitrification

Tableau 80 : Déviations des concentrations moyennes en oxygène dissous (OD) pour différentes modifications apportées au modèle de la station de Guéthary, période de calage, août 2006

b_A à 20°C (j ⁻¹)	ΔAH global	ΔAH sur double surpresseur	Moyenne OD	Déviation de l'OD par rapport au capteur 1		Déviation de l'OD par rapport au capteur 2	
				mgO ₂ /L	%	mgO ₂ /L	%
0%	0%	0%	1.54	0.92	355%	0.89	206%
0.1*	0%	0%	1.66	1.03	400%	1.00	248%
0.1*	0%	-5%	1.60	0.97	376%	0.94	226%
0.07	0%	0%	1.67	1.05	405%	1.02	252%
0.07	0%	-5%	1.60	0.98	378%	0.95	228%

* avec modifications du taux de croissance μ_A en continu suite aux résultats des tests de nitrification

Avec : moyenne OD capteur 1 = 0.71 mgO₂/L et moyenne OD capteur 2 = 0.82 mgO₂/L

Les améliorations observées sont minimales car les gains sur les déviations moyennes relatives et absolues sont limités. De plus, les réalités biologiques de ces modifications ne sont pas justifiées : la diminution de l'apport d'oxygène dans le système ne s'accorde pas avec les bilans effectués sur la DCO et l'azote et les modifications de capacités de nitrification ne semblent pas être le résultat d'inhibition de la nitrification.

Long-term monitoring of a full-scale MBR plant in a coastal resort: impact of high seasonal load variations on sludge characteristics and filtration capability

F. Delrue and Y. Racault

“Networks, Wastewater Treatment and Water Quality” Research Unit, CEMAGREF, 50 avenue de Verdun, 33612 Cestas, FRANCE

(E-mail: florian.delrue@cemagref.fr; yvan.racault@cemagref.fr)

Abstract A full scale MBR plant has been monitored for nearly two years with intense analyses campaigns during the summers of 2005 and 2006. This paper presents the results of seasonal variations on the process and filtration performances and on the sludge characteristics (filterability, Soluble Material Products). During both summers 2005 and 2006, the transmembrane pressure (TMP) experienced a slight increase in the range 0.18 - 0.23 bar. The detailed analysis of the filtration performances showed the significant role of the process aeration as it changes the hydrodynamic conditions around the membrane. Despite a low F/M ratio (between 0.015 and 0.050 kgBOD₅.kgMLVSS⁻¹.d⁻¹), the seasonal load clearly impacted on the sludge filterability but without affecting the fouling rate which also didn't seem to be influenced by the SMP concentrations.

Keywords fouling rate, full-scale plant, loading variations, membrane bioreactor, sludge characteristics

INTRODUCTION

Membrane bioreactor technology implementation as a municipal wastewater treatment process has been increasing over the last years but in-depth assessments of the fouling in full-scale plants remain relatively scarce. Many high quality reviews on fouling are available in the literature: e.g. Chang *et al.* (2002) or Pollice *et al.* (2005) but most of the work is done on lab or pilot-scale MBRs. Moreover, the authors of the latter reported difficulties in transferring the results obtained from lab and pilot-scale to larger installations. Also, in an exhaustive review, Le Clech *et al.* (2006) pointed at the needs for information on fouling in unsteady MBR operation to better reflect the running of real MBR plants.

This paper aims to present the results of the detailed monitoring of a full scale MBR plant of 10 000 p.e. under the influence of an important seasonal loading variation. The MBR plant, located in a seaside resort in the South-West of France, was intensely monitored over a period of about two years and especially during the three months tourist period of the 2005 and 2006 summers. The goals of these measurement campaigns were to assess the MBR technology over the long term, and also to collect detailed data for future modelling use.

The present work is focused on the links between the change in load, the filtration characteristics and the sludge properties. The fouling potential of the sludge was determined both by regular batch trials (cross-flow) and by Soluble Material Products (SMP) (i.e. soluble Extracellular Polymeric Substances (sEPS)) analysis (during summer 2006 only). Additionally, the online data of the transmembrane pressure (TMP) were analyzed to evaluate the filtration performance.

Due to the significant increase of the F/M ratio (3 and 2.5 times in 2005 and 2006 respectively), consequences on sludge characteristics and on the filtration conditions were expected to be observed despite the sub-critical conditions required for large-scale MBRs operation.

MATERIALS AND METHODS

The MBR plant (Figure 1) is located in Guéthary (S-W of France) and is based on the Biosep[®] (Veolia Water Systems) technology. The plant is equipped with hollow-fiber modules from Zenon (ZeeWeed 500c, pore size of 0.1µm) submerged in the aeration tank (1040 m³). The membrane

comprised 8 cassettes ZW500c and a half one for a total filtration area of 3740 m². The plant is operated in a pre-denitrification configuration during summer (anoxic zone of 400 m³). In 2006, the process aeration capacity has been modified both by increasing the number of air diffusers and by doubling the process air flow rate from August 9th until September 1st using the reserve air blower.

Table 1 Operating conditions during the 2005 and 2006 summers

Parameter	2005	2006
Filtration flux (L.m ⁻² .h ⁻¹)	30	30
Transmembrane pressure TMP (bar)	0.175 - 0.23	0.18 - 0.23
Operating temperature (°C)	24-28	20-28
Sludge concentration (gMLSS.L ⁻¹)	9-12	8 - 9.5
Solid retention time (d)	50-150	30 - 60
Hydraulic retention time (h)	18 - 75	19 - 48
F/M ratio (kgBOD ₅ .kgMLVSS ⁻¹ .d ⁻¹)	0.015 - 0.05	0.02 - 0.05
Sludge recirculation rate (%)	150 - 650	200 - 300
Membrane air flow rate (Nm ³ .h ⁻¹ per cassette)	15	15
Number of diffusers, Process air	448	688
Specific air flow rate (Nm ³ .diffuser ⁻¹ .h ⁻¹)	3.9	2.6 - 5.1
Membrane backwash frequency (min)	10	10
Membrane backwash duration (s)	45	45

Plant Monitoring

The daily running time of every piece of equipment (and ON/OFF status), flowrates and TMP were collected on the SCADA system, with a frequency of 6s for TMP. Additionally, an on-line submersible UV-VIS spectrometer captor (COD, MLSS) from S::CAN was placed at the inlet of the anoxic tank and a MLSS sensor in the bioreactor. The operating conditions (F/M, SRT, HRT ...) were obtained from these data with additional composite 24h-sample analyses (COD, N, P, BOD, MES) every week during the summer period (Table 1).

Filtration characteristics

The filtration is controlled by the sludge level in the bioreactor tank and is characterized by sequences of cycles of 10 min of filtration at 115m³.h⁻¹ (30L.h⁻¹.m²) followed by 45s of backwash at 172m³.h⁻¹ (45L.h⁻¹.m²) (Figure 2). The variability of the influent flow rate imposes variation in the daily filtration time (from 2 to 21 hours), in the duration of the filtration sequences (from a few minutes to more than 3 hours) and also in the relaxation periods (from a few minutes to more than 21 hours). In comparison with lab-scale MBRs, the operation of real plant is much more unsteady.

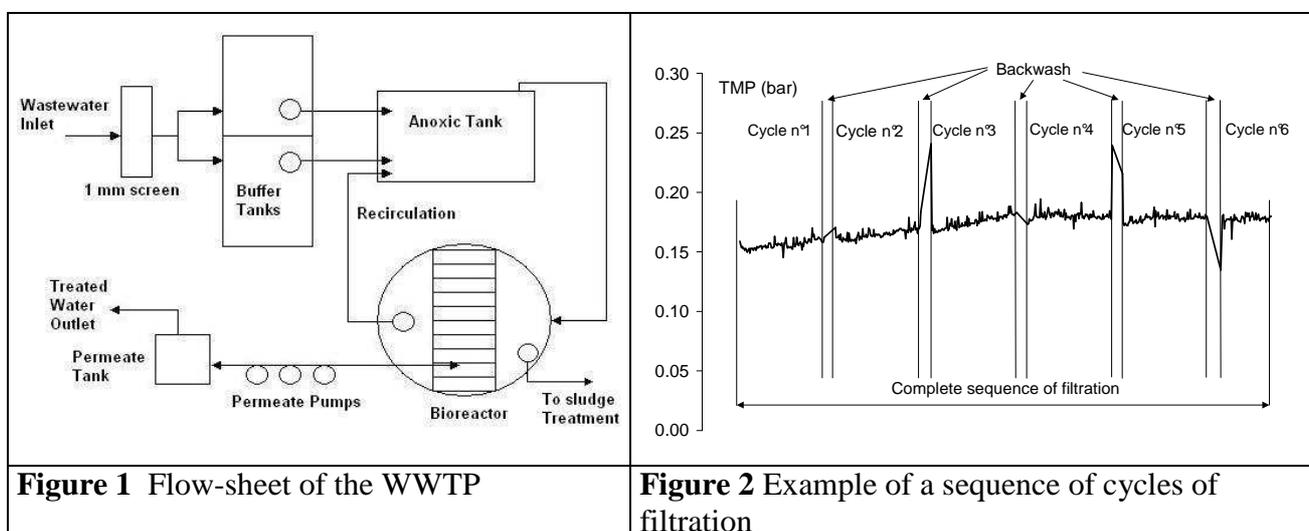


Figure 1 Flow-sheet of the WWTP

Figure 2 Example of a sequence of cycles of filtration

In order to account for the dependence of the permeate viscosity on temperature, a correction was applied on TMPs:

$$TMP_{20} = \frac{TMP_T}{e^{-0.0239(T-20)}}$$

The fouling rates (defined as the variation of the transmembrane pressure during time, $d(TMP)/dt$) were computed for each cycle of filtration. Different methods were tested to model the decrease of the TMP during one cycle: linear, exponential and logarithmic correlations. According to the correlation coefficients, the best fit is obtained with the linear correlation.

The non-relevant values (due to aberrant values of the sensor or unusual cycles) have been removed by sorting the fouling rate obtained with respect to their correlation coefficients. The same method was applied to the sequences of filtration which are composed of varying number of cycles. The results in terms of correlation coefficients and comparisons with the operational conditions were less conclusive than with the analysis of the cycles of filtration which leads us to concentrate on the latter. Then, the mean value of the fouling rates for the cycles of filtration was calculated every day in order to compare it with the other daily data (daily process air inputs or daily filtration times) or with the analysis results (SMP and sludge filterability).

Sludge Characteristics

Fouling behaviour was investigated in batch tests performed at room temperature, using Amicon 8050 dead-end stirred cell (volume of 50 mL) and a Millipore membrane made of PVDF with a $0.1\mu\text{m}$ pore size (effective area of $13,4\text{ cm}^2$). The permeate volume V is weighted every 10 seconds, then the $\alpha.C$ factor can be evaluated using Darcy's law: $\frac{t}{V} = \frac{2\mu\alpha C}{S^2TMP}V + \frac{\mu R_m}{TMP.S}$

The viscosity of the permeate, μ , is assumed to be similar to the viscosity of water ($10^{-3}\text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}$), R_m is the specific resistance of the membrane (m^{-1}), α the specific resistance of the sludge cake ($\text{m}\cdot\text{kg}^{-1}$) and C the concentration in colloids and suspended solids in the cake ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$). Then, the sludge filterability is supposed to be inversely proportional to $\alpha.C/MLSS$, where $MLSS$ is the daily average $MLSS$ concentration in the bioreactor in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

During the 2006 summer monitoring, the Extracellular Polymeric Substances concentration in the supernatant of the sludge (or SMP for Soluble Material Products) has been determined using the method of Lowry *et al.* (1951) for proteins (SMP_p) and the method based on anthrone, originally from Dreywood (1946), for carbohydrates (SMP_c). These measurements were added for the second summer campaign since SMP are often related to the fouling rate (Rosenberger *et al.*, 2006). As glucose and bovine serum albumin (BSA) were used as standard carbohydrate and protein respectively, the concentrations are expressed in $\text{mg}_{\text{Glucose-eq}}/\text{g}_{\text{MLSS}}$ for SMP_c and $\text{mg}_{\text{BSA-eq}}/\text{g}_{\text{MLSS}}$ for SMP_p . Part of the measured protein concentration must be attributed to the humic substances as the Lowry method modified by Frölund *et al.* (1995) wasn't chosen due to repeatability problems.

RESULTS AND DISCUSSION

Process performances

Although the organic loading rate increased by a 2.5-fold scale in less than one month, the effluent COD always remained lower than 30 mg/L (average of 17 mg/L on twelve 24h-samples) and the COD removal stayed around 98%. The TKN removal decreased from 99% to 56% (average of 86%) in August 2005 due to a lack in oxygen transfer rate. New aeration diffusers were then added and the reserve air compressor was connected in August 2006.

The process performances were also very high during summer 2006, with 98% of COD and TKN removals (on eleven 24h-samples). The plant was not designed for biological phosphorus elimination but it achieved a good removal rate (70% on the average).

Sludge Filterability

The 2005 and 2006 batch trials both showed a strong correlation between the sludge filterability and the F/M ratio calculated on a 5-days basis (Figure 3). Actually, in 2005, the Pearson's correlation coefficient, r_p , between the F/M ratio and the $\alpha.C/MLSS$ ratio is equal to 0.72 ($R^2 = 0.52$, p -value = 0.047) when its value is 0.70 ($R^2 = 0.49$, p -value = 0.054) in 2006.

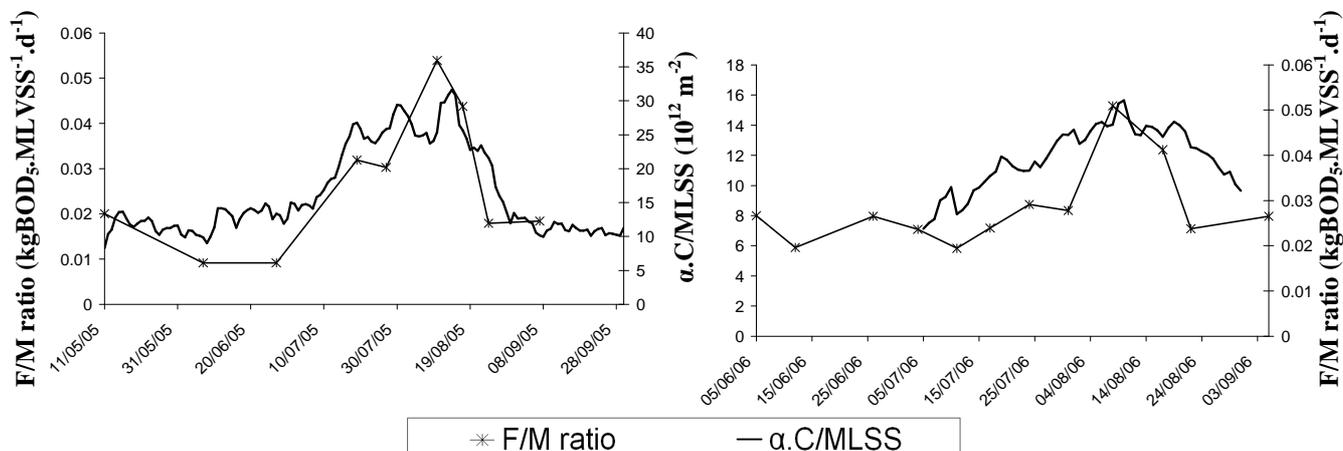


Figure 3 Evolution of the $\alpha.C/MLSS$ and F/M ratio in 2005 (left) and 2006 (right)

Rosenberger *et al.* (2002) showed that the filterability improves when fewer SMP are accumulated (resulting from a decrease of the F/M ratio) and Trussell *et al.* (2006) found an increasing importance of cake resistance at high F/M. In the same way, despite low values of sludge loading, we observed a direct effect on filterability of the variations of the F/M ratio but no links with the SMP could be found (see SMP section). We can now wonder if these changes in filterability impacted on the filtration performances (daily average TMP and fouling rates).

Filtration Performance

Time scale investigation. The TMP behavior can be investigated under 3 different time scales. The 10 min cycles are one of them. At the beginning of a sequence, the cycles show a constant TMP increase (Figure 2, cycles 1, 2 and 3) like the “conditioning fouling” observed by Zhang *et al.* (2006). For the next cycles, a 2-stage behavior is observed (Figure 2, cycles 4 and 5). First, the TMP increases like the first cycles, and then, when a particular value of the TMP is reached, “steady fouling” occurs, like the first of the 2-step mechanisms for MBR operating under constant sub-critical flux proposed by Ognier *et al.* (2001) and Pollice *et al.* (2005). When analyzing the sequences in their totality, they also show a 2-stage behavior (Figure 2). The TMP can also be studied over a larger time-scale, for example a month. In this case, to observe some trends, the TMP values are averaged over one day when filtration is ON.

Daily average TMP. Figure 4 shows a slight increase in the daily average TMP for both summers 2005 and 2006. The average fouling rate (calculated as the average increase of the TMP over the whole periods) in 2006 ($12 \cdot 10^{-6} \text{ bar.h}^{-1}$) is twice the one in 2005 ($6.1 \cdot 10^{-6} \text{ bar.h}^{-1}$). Because the membranes were chemically and manually cleaned in February 2006, they had certainly a better potential for fouling in summer 2006 than during summer 2005 when they had already been running for 9 months without cleaning. Actually, a newly cleaned membrane contains more unblocked pores and surface for the cake to be attached, increasing its potential for fouling. The sludge loading (represented by the F/M ratio on Figure 4) didn't seem to have a major influence on the TMP as its values are very fluctuant during the whole period, independent of the F/M ratio.

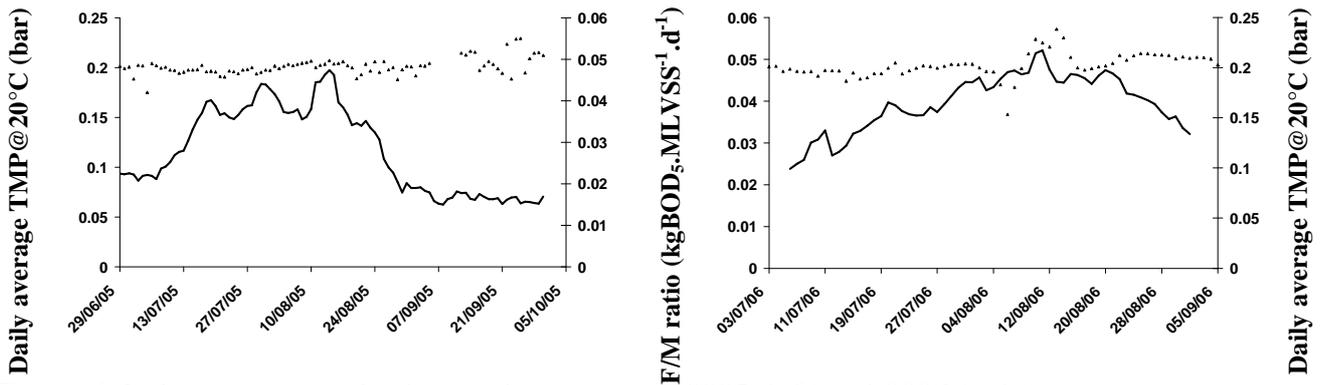


Figure 4 Daily average TMP values and F/M ratio in 2005 (left) and 2006 (right)

Although the TMP could vary greatly from day to day, the average TMP never exceeded 0.24 bars. The main objective with full-scale MBR plants is to prevent them from reaching the critical time (time after which the TMP increases exponentially, Pollice *et al.*, 2005) with frequent backwash and long relaxation times. In these plant operating conditions, the cumulated filtration time can easily exceed 1000 hours before complete cleaning of the cassettes is needed. Comparison with the literature (Le Clech *et al.*, 2006) shows that the critical filtration times reported are significantly lower.

Daily average fouling rates. The daily averages of the fouling rates for each cycle are reported in Figures 5 and 6. During both summers, 2005 and 2006, the F/M ratio doesn't have any noticeable effects on the fouling rates. Although, in pilot-scale MBRs, Kimura *et al.* (2005) found a 1.5 times rise in the rate of increase in filtration resistance for F/M ratio doubling from 0.010 to 0.022 $\text{gBOD}_5/\text{gMLSS}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$, the very low F/M ratio could explain its non-effect on the fouling rates despite peak seasonal loads as other factors influenced the filtration performance more.

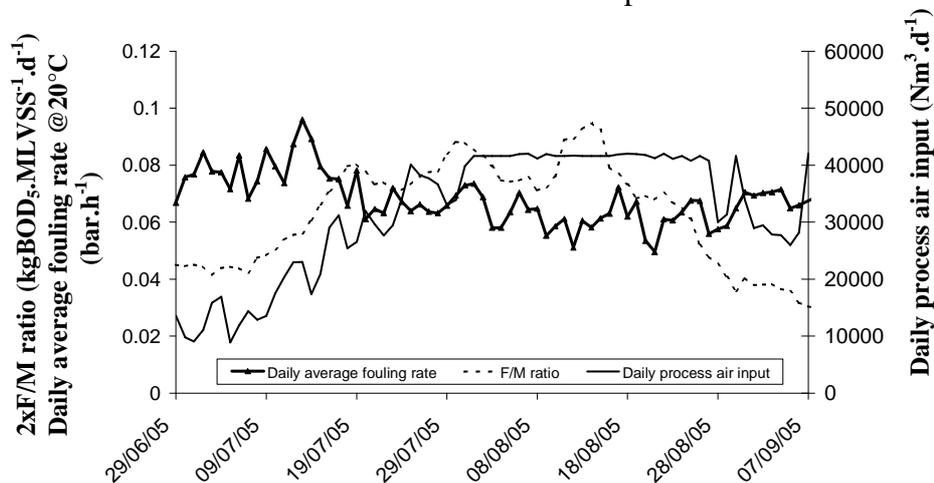


Figure 5 Daily average fouling rates, F/M ratio and daily process air input in 2005

Actually, over all the parameters tested (MLSS, DO, temperature, COD influent load), the daily air input of the process aeration system seemed to be the most appropriate one. Indeed, proportionalities were found to exist between the daily air input and the fouling rate during the 2005 summer and for the highest aeration period of the 2006 summer (the 2nd phase, Table 2). The hydrodynamic conditions have therefore a great influence on the filtration inducing mixing that dislodges off the cake attached to the membrane.

Moreover, $\alpha.C/MLSS$ or F/M have low and negative Pearson's correlation coefficients with a fouling rate which seems to suggest that the process air input is still influencing through these parameters (when F/M and $\alpha.C/MLSS$ increased, the daily air input increased too).

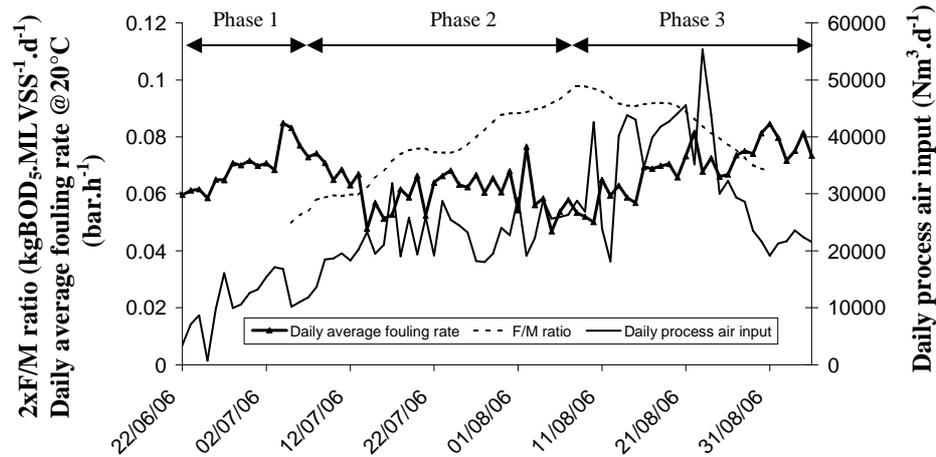


Figure 6 Daily average fouling rates, F/M ratio and daily process air input in 2006

Table 2 Pearson's coefficient and p -values for fouling rate respect to operating conditions

Pearson's coefficients r_p (and p -value) for the daily average fouling rate	2005	2006 Phase 1	2006 Phase 2	2006 Phase 3
Daily air input	-0.57 (3.10^{-7})	-0.22 (0.063)	-0.73 (3.10^{-7})	-0.30 (0.17)
Daily filtration time	-0.31 (0.008)	-0.21 (0.063)	-0.67 (5.10^{-6})	-0.40 (0.057)

Besides, Table 2 shows that the daily filtration time has a beneficial effect on the fouling rate in 2005 and 2006. In other words, the more it filters, the less it fouls. Additionally, the daily average TMP values fit well with the daily cumulative filtration times ($r_p = 0.87$, p -value = 2.10^{-12}) during the whole 2006 summer period.

Efficiency of backwashing and relaxation period. The efficiencies, η_{BW} , were calculated for every backwashing during 2005 and 2006 using the Transmembrane Pressure at the beginning of the n^{th} filtration cycle, $TMP_{\text{initial},n}$:

$$\eta_{BW} = 1 - \frac{TMP_{\text{initial},n} - TMP_{\text{initial},n-1}}{TMP_{\text{initial},n-1}}$$

No specific variations with time could be observed and the average efficiency was found to be equal to 99.7% in 2005 and to 99% in 2006. When applying this equation to the sequences of filtration (series of consecutive cycles), the results gave the efficiencies of the relaxation periods which was even better than for the cycles (average of 99.98% during summer 2006). Membrane relaxation and backwashing efficiencies didn't seem to decrease with time and rather slightly increased. A possible explanation is that backwashing removes almost all of the cake that had been constituted during the filtration but is a little less efficient for removing the deposited particles inside the blocked pores. The transition between the "conditioning fouling" state and the "steady fouling" state could then be characterized by a majority of blocked pores and the beginning of the formation of the cake on the membrane, the critical time is reached when the backwashing and relaxation periods can no longer eliminate all of the cake accumulated on the membrane. During the first stage, the 99% efficiency explains the loss of TMP and when it reaches the second stage and the efficiency 99.7%, the TMP remains relatively stable. Most of the pores are blocked but the cake formed during each cycle is easily removed by the backwashing.

SMP

The preliminary results on SMP are presented here; they showed similar SMP levels in the inlet but relatively lower ones in the sludge than literature data on pilot scale MBR. This is confirmed by the comparison with Massé *et al.* (2006) data on real wastewater in Table 3, taking into account that in our study, SMP_p includes proteins and humic substances. These differences can't be explained by the retention rate of the membrane because it is actually better in the bioreactor of Guéthary.

Table 3 Comparison between Guéthary's plant and Massé *et al.* (2006) results

	Massé <i>et al.</i> results	Guéthary results
SMP_p and SMP_c in the influent ($mg.L^{-1}$)	51/10.4	57.4/10.3
SMP_p and SMP_c in the sludge ($mg.L^{-1}$)	36.9/37.2	19.0/7.6
Membrane retention rate for SMP_p and SMP_c	33%/78%	>96%/85%

Lots of research has been done on fouling and SMP, and much of the literature emphasizes the link between fouling rates and carbohydrates (Drews *et al.* 2006; Lesjean *et al.* 2005) but in our case, no specific behavior could be found either with the fouling rate or with the F/M ratio (Figure 7). SMP_c stays relatively constant during the whole summer ($0.5\text{-}1.1\text{ mg}_{\text{Glucose-eq}}/\text{g}_{\text{MLSS}}$) except for a peak at mid July of $1.96\text{ mg}_{\text{Glucose-eq}}/\text{g}_{\text{MLSS}}$ which might be explained by the rise in the load during the prolonged 14th July weekend (repercussion of the 11th July peak in the influent of $37\text{ mg}_{\text{Glucose-eq}}/\text{L}$, Figure 6). Drews *et al.* (2006) were not able to relate SMP_c concentration with fouling rate in an unsteady MBR because of the changes in SMP_c nature. Actually, it is difficult to differentiate the part of the SMP_c that is brought by the influent (organic pollutants) from the bacterial products, which have probably a different fouling propensity. Evenblij *et al.* (2005) effectively found various influence of SMP_c on fouling depending on their nature.

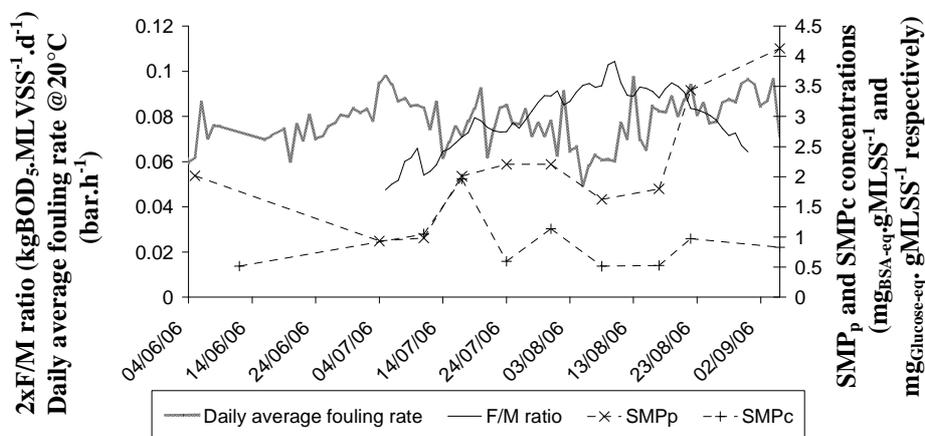


Figure 7 Evolution of the SMP_c and SMP_p concentrations with F/M and daily average fouling rate

SMP_p are more rarely mentioned as a fouling factor in the literature (Le Clech *et al.*, 2006). Nevertheless, the protein concentration presented a general increase during the 2006 summer, and during July and August, the variations of the protein concentration follow quite well those of the fouling rate (Figure 7) as it decreased until the beginning of August and then rose until the end of the study. The relationship is not very clear and might also be the results of the changes in the hydrodynamic conditions. Compared to SMP_c , which is in an equivalent amount in the wastewater and in the bioreactor, the SMP_p are always lower in the bioreactor (1/3 of the influent on average). This ratio increased during the summer showing that the SMP_p accumulated as if it couldn't be degraded or removed by the filtration, potentially increasing its fouling ability.

CONCLUSION

The two years monitoring of a domestic full-scale MBR with membranes submerged in the aeration tank led to multiple results on the impact of the seasonal loading rate variations. Although invariably very good process performances (especially for the C-removal), the sludge properties were affected by the change in the F/M ratio (range of 0.015 - 0.050 kg BOD₅.kg MLVSS⁻¹.d⁻¹), mainly through the increase in filterability. Nevertheless, very few effects were observed on the filtration characteristics (TMP and fouling rate). The process aeration (air flowrate and/or daily aeration duration) seemed to be the most influential factor for these parameters, inducing specific hydrodynamics conditions. In this monitoring, the SMP concentrations were not directly connected either with the F/M ratio or with the filtration characteristics probably due to the specificity of the full-scale conditions (multiplicity of parameters, unsteady wastewater inflow).

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to thank the Guethary municipal authorities, the constructor MSE (VEOLIA) and the operating company Lyonnaise Des Eaux (SUEZ) for their help in this work.

REFERENCES

- Chang, I.-S., Le Clech, P., Jefferson, B. and Judd S. (2002). Membrane Fouling in MBR for wastewater treatment, *J. Environ. Eng.*, **128**(11), 1018-1029.
- Drews, A., Vocks, M., Iversen, V., Lesjean, B. and Kraume, M. (2006). Influence of unsteady membrane bioreactor operation on EPS formation and filtration resistance. *Desalination*, **192**, 1-9
- Dreywood, R. (1946). Qualitative test for carbohydrate material. *Indust. Engng Chem.*, **18**, 499.
- Frölund, B., Griebe, T., Nielsen, P.H. (1995). Enzymatic-activity in the activated sludge floc matrix, *Appl. Microbiol. Biotechnology*, **43**, 755-761.
- Evenblij, H., Verrecht, B., van der Graaf, J.H.J.M., Van der Bruggen, B., (2005). Manipulating filterability of membrane bioreactor activated sludge by pulsed substrate addition, *Desalination*, **178**(1-3), 193-201.
- Kimura, K., Yamato, N., Yamamura, H., Watanabe, Y. (2005). Membrane fouling in pilot-scale membrane bioreactors treating municipal wastewater. *Environ. Sci. Technol.*, **39**, 6293-6299.
- Le-Clech, P., Chen, V., Fane, A.G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *J. Membr. Sci.*, **284**, 17-53.
- Lesjean, B., Rosenberger, S., Laabs, C., Jekel, M., Gnirss, R. and Amy G. (2005). Correlation between membrane fouling and soluble/colloidal organic substances in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, *Wat. Sci. Tech.*, **51**(6-7), 1-8.
- Lowry, O. H., Rosebrough, N. J., Farr A. L. and Randall R. J. (1951). Protein measurement with the Folin phenol reagent. *J. biol. Chem.*, **193**, 265-275.
- Massé, A., Spérandio, M., Cabassud, C. (2006). Comparison of sludge characteristics and performance of a submerged membrane bioreactor and an activated sludge process at high solids retention time. *Water Res.*, **40**(12), 2405-2415.
- Ognier, S., Wisniewski, C., Grasmick, A. (2001). Biofouling in membrane bioreactors: phenomenom analysis and modelling, in: Proceedings of the MBR 3, Cranfield University, UK.
- Pollice, A., Brooks, A., Jefferson, B. and Judd, S. (2005). Sub-critical flux fouling in membrane bioreactors – a review of recent literature, *Desalination*, **174**, 221-230.
- Rosenberger, S., Kraume, M. (2002). Filterability of activated sludge in membrane bioreactors, *Desalination*, **151**, 195-200.
- Rosenberger, S., Laabs, C., Lesjean, B., Gnirss, R., Amy, G., Jekel, M. and Scotter J.-C. (2006). Impact of colloidal and soluble organic material on membrane performance in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, *Water Res.*, **40**(4), 710-720.
- Trussell, R. S., Merlo, R. P., Hermanowicz, S. W., Jenkins, D. (2006). The effect of organic loading on process performance and membrane fouling in a submerged membrane bioreactor treating municipal wastewater, *Water Res.*, **40**(14), 2675-2683.
- Zhang, J., Chua, H.C., Zhou, J., Fane, A.G. (2006). Factors affecting the membrane performance in submerged MBR. *J. Membr. Sci.*, **284**(1-2), 54-66.

Modelling a full scale membrane bioreactor using Activated Sludge Model n°1: challenges and solutions

F. Delrue*, J.M. Choubert**, M. Spérandio***, M. Mietton-Peuchot**** and Y. Racault*****

* Université Bordeaux 2, ISVV, UMR Œnologie, 351, cours de la Libération, F-33405 Talence Cedex, France

Cemagref, UR REBX, 50 avenue de Verdun, F-33612 Cestas Cedex, France
(E-mail: florian.delrue@cemagref.fr)

**Cemagref, UR QELY, 3 bis quai Chauveau – CP220, F-69336 Lyon Cedex 09, France
(E-mail: jean-marc.choubert@cemagref.fr)

***INSA Toulouse, 135 avenue de Rangueil, F-31077 Toulouse Cedex 04, France
(E-mail: mathieu.sperandio@insa-toulouse.fr)

**** Université Bordeaux 2, ISVV, UMR Œnologie, 351, cours de la Libération, F-33405 Talence Cedex, France

(E-mail: martine.mietton-peuchot@u-bordeaux2.fr)

***** Cemagref, UR REBX, 50 avenue de Verdun, F-33612 Cestas Cedex, France
(E-mail: yvan.racault@cemagref.fr)

Abstract A full-scale membrane bioreactor ($1600 \text{ m}^3 \cdot \text{d}^{-1}$) was monitored for modelling purposes during the summer 2006. A calibration of the ASM1 model is presented; the wastewater characterisation, the aeration and the biomass kinetics were principally investigated. Total BOD tests were not able to correctly estimate the biodegradable part of the wastewater, but by adjusting simulation results to the measured sludge production, the wastewater fractionation was identified. MLVSS were accurately predicted but not the MLSS as the consumption and production of mineral suspended solids is not considered by the model. The membranes are immersed in the aeration tank leading to five different combinations of coarse bubbles and fine bubbles systems, running alone or together. The oxygen transfer rates estimated in a previous work gave satisfactory simulated oxygen concentrations considering the very low DO concentrations ($0.6 \text{ mgO}_2 \cdot \text{L}^{-1}$ on average). The biomass kinetics were studied using maximum nitrification rates and an 8-hour calibration campaign of intensive sampling. A new set of parameters for ASM1 was identified and a common anoxic value for the heterotrophic growth yield ($Y_{\text{H, anoxic}}$) was adopted. Despite simultaneous nitrification and denitrification in the aeration tank, the results of the calibrated model showed good agreement with the measured nitrogen outlets.

Keywords ASM1; Full-Scale Plant; Membrane Bioreactor; Model Calibration

INTRODUCTION

Membrane bioreactors (MBRs) are becoming increasingly popular for the treatment of municipal wastewater especially when footprint is limited or when the treatment requirements are high. Actually, the MBR market is growing at an impressive annual rate of 10.9% (Judd, 2008). Nevertheless, work dedicated to full-scale MBR plants remains poor and the results of the pilot studies need to be transferred to larger scale. In this context, a modelling approach can be of great help; indeed, calibration stages on full-scale MBRs are necessary to improve the process understanding and the design of MBRs. ASM models are widely used for simulating the biological processes in wastewater treatment plants (principally ASM1, Henze *et al.*, 1987 and ASM3, Gujer *et al.*, 1999). Research papers on MBR modelling are still rare as Ng and Kim (2007) mentioned in a recent review, but interesting investigations have been done lately. Spérandio and Espinosa (2007) showed that ASM models are appropriate to simulate the biological processes in MBRs. However improvements are needed for high SRT (110 days). Saroj *et al.* (2008) introduced the notion of ‘complete model’ where biological process modelling and fouling prediction are both included. According to the authors, the two promising options are modifications of the ASM3 model (with simultaneous growth and

storage) and the incorporation of an EPS model. In this context, this paper proposes the results of an ASM1 model calibration work of a full-scale membrane bioreactor. ASM1 model was preferred to ASM3 since the conditions were not favourable for storage phenomena. The system was supposed to be anoxic/oxic only (not designed for biological phosphorus removal) and in consequence, ASM2d was not considered. The methodology used for calibrating the parameter values of the model is exposed with particular focuses on wastewater characterisation, aeration capacity evaluation, biomass kinetics calibration and the specific challenges encountered with full-scale plant data.

MATERIAL AND METHODS

MBR case study

The studied MBR plant (Biosep[®], 10 000 p.e, $1600\text{m}^3.\text{d}^{-1}$, Figure 1) is located at Guéthary, a seaside resort in the South-West of France and was monitored for 2 years, especially during the three-month tourist season for the modelling purposes. The membranes are hollow-fiber modules from Zenon (ZeeWeed 500c, $0.1\mu\text{m}$), submerged in the aeration tank (1040m^3). The plant is operated in a pre-denitrification configuration (anoxic zone of 400m^3) with an average recirculation ratio of 3:1 at a sludge age of 30 to 60 days (Mixed Liquor Suspended Solids, MLSS, $8.0 - 9.5\text{g.L}^{-1}$) and with an hydraulic retention time (HRT) between 19 and 48h. During the summer peak, the F/M ratio increased from 0.02 to $0.05\text{kgBOD}_5.\text{kgMLVSS}^{-1}.\text{d}^{-1}$ in less than one month and the operating temperature was in the range of $20\text{-}28^\circ\text{C}$.

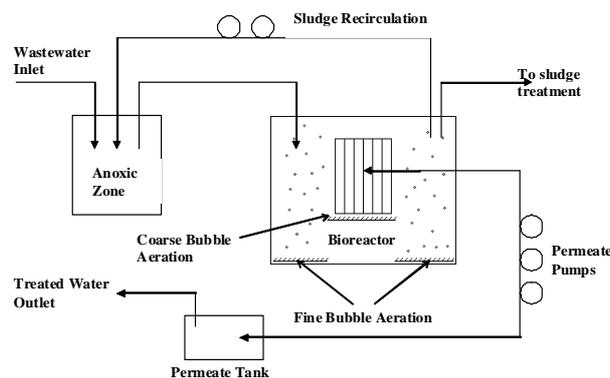


Figure 1 Flowsheet of the Wastewater Treatment Plant

Data collection

The chemical parameters were obtained from European (NF EN) or international (ISO) standardised analysis techniques applied to 24h composite samples: $\text{NH}_4^+\text{-N}$ and $\text{NO}_3^-\text{-N}$ (ISO/TC147/2/NG/n 86, spectrophotometry), COD (NF T 90-101, mineralisation), MLSS and MLVSS (NF EN 872, filtration). The daily running time (and ON/OFF status) of the pumps, the flowrates and the TMP values were collected on the SCADA system. The loading rate was continuously monitored during the tourist season. Two oxygen sensors (LDO from DrLange and ECDO from WTW) were located 2.5m from the rim of the tank at a depth of 2m and 4m respectively. A MLSS sensor from Royce was immersed in the bioreactor.

Calibration methodology

Time partitioning. The data collection included 3 steps (Figure 2): two 1-month long periods (July 2006 for calibration and August 2006 for validation) and an 8-hour intensive campaign (31st of July).

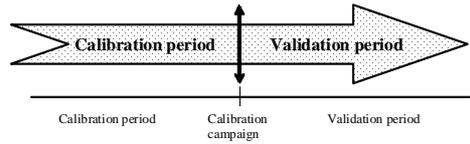


Figure 2 Data utilisation for model calibration

The calibration period and campaign are used to estimate the set of parameters that will correctly simulate the system. Then the data of the validation period allows the verification of the model robustness on different operating conditions.

Calibration procedure. The calibration methodology contains 5 principal steps (Figure 3): 1) The parameters initialisation and the sensitivity analysis, 2) The wastewater fractionation, 3) The autotrophic biomass kinetics determination, 4) The oxygen calibration and 5) The half saturation coefficients determination. Verification of the simulation results with real data was performed at each step. Nevertheless, compromises had to be done in order to better model the system (with criteria of less than 25% and 50% mean deviation on the nitrate and ammonium outlets respectively). In that part, the simple analysis of the principal parameters sensibility (step 1) was of great help in the choice of the best parameter value. The validation step investigates the validity domain of the calibrated model. Actually, the estimated set of parameter values (as well as the wastewater fractionation and the aeration calibration) is tested on data coming from another period (and ideally with different operating conditions). Therefore, the validation procedure is an important part of the modelling work which will not be exposed here as this paper focuses on the calibration steps. GPS-X[®] 5.0.1.1 software from Hydromantis was used for this modelling work. The membrane itself was represented by a “point clarifier” with 100% solids separation. Modelling of the fouling phenomenon was not carried out. However, the filtration performance showed good stability throughout the survey, with a very low increase of transmembrane pressure (Delrue and Racault, 2007).

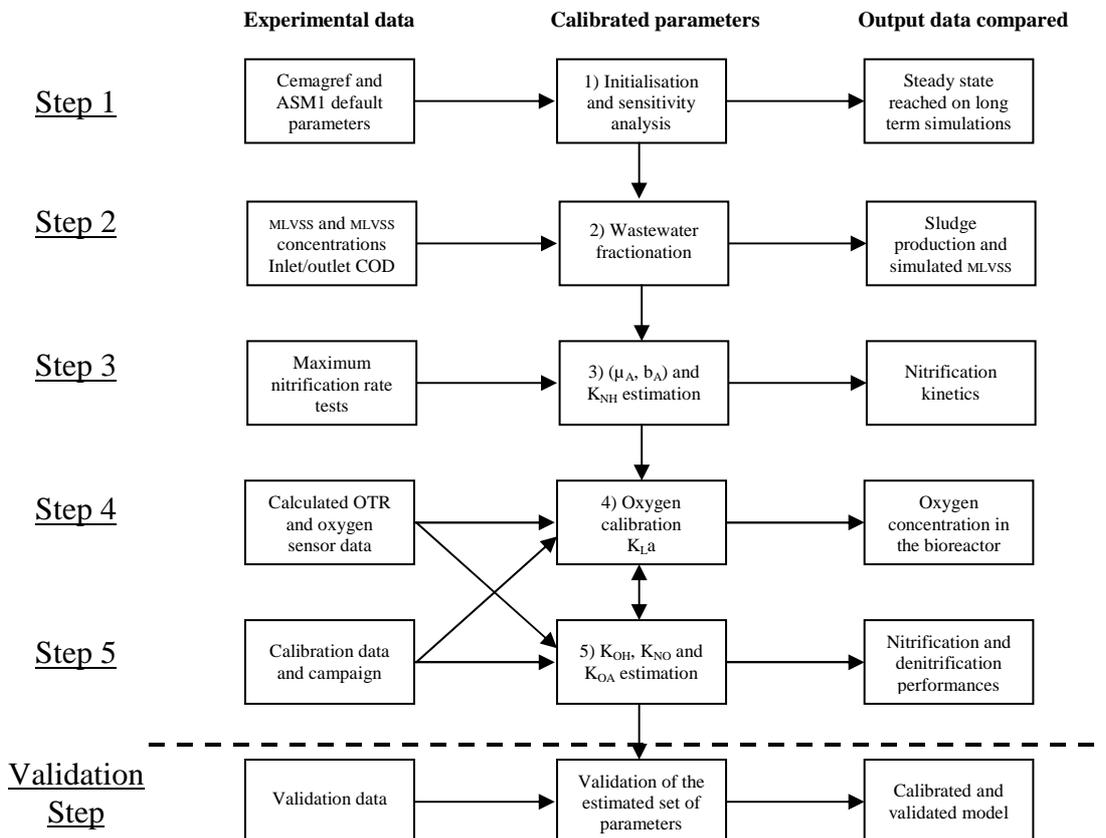


Figure 3 Diagram for calibration methodology**Protocols for the calibration methodology**

The following protocols have been carried out to provide the input data for the calibration.

COD-Fractionation techniques for step 2. Three influent fractionation methods were tested for the partition of the COD into soluble and particulate classes: filtration on a glass filter (0.7, NF EN 872), filtration on a 0.1 μ m membrane and coagulation-flocculation followed by a filtration on a 0.1 μ m membrane (Mamais *et al.*, 1993).

Autotrophic parameters (growth rate, half saturation coefficients) for step 3. Maximum nitrification rate tests adapted from Choubert *et al.* (2008) were conducted in a 14L-pilot fed with sludge extracted from the aeration tank, enriched in ammonium (initial concentration of about 30mg_N/L) and with dissolved oxygen (DO) kept between 4 and 6 mgO₂.L⁻¹. K_{NH} values were estimated by adjusting the predicted oxygen uptake rates with those measured by a respirometric technique (Pambrun *et al.*, 2006). Simulations with ASM1 under similar conditions provided multiple (μ_A , X_{BA}) couples in accordance with the experimental maximum nitrification rates. Then, the corresponding (μ_A , b_A) couples were estimated using both the steady state simulations and the simulations based on the calibration data (July 2006).

Aeration calibration for step 4. The simultaneous presence of membrane scouring coarse bubbles (introduced at mid-depth, 2.4m) and biological processes fine bubbles (introduced at the bottom of the aeration tank, 4.8m depth) provides five possible aeration combinations. Incomplete mixing was assumed when fine bubbles are OFF in spite of bottom mixers. Daily nitrogen balances showed that under the latter aeration configuration, the lower fraction of the MBR tank is anoxic and performs on average 70% of the total denitrification of the plant. Due to these specific hydrodynamic conditions, the DO at one location was not always representative of the whole tank when the process aeration was turned off. Moreover, the low DO concentrations observed (0.6mgO₂.L⁻¹ on average when the process fine bubbles aeration was ON) made impossible a simple calibration of the K_La based on the measured DO concentrations. Nevertheless, the total oxygen input was properly simulated using oxygen transfer rates (OTR) calculated for the five different aeration configurations. These OTR were deducted from plant-wide COD and N balances (Racault and Gillot, 2007). During the simulations, the model uses the appropriate OTR depending on the aeration configuration. Then, the calibration consisted in comparing the simulated oxygen concentrations and each of the 10-minute measurements of the two DO sensors when the fine bubbles aeration was ON (to guarantee a perfect mixing).

Step 5: Calibration Campaign. For calibration purposes, a sampling campaign was conducted during 8 hours with intermittent aeration in order to separate the nitrification and denitrification reactions in the anoxic zone and in the aeration tank. This “intensive sampling campaign” was based on the cumulated experience on calibrating ASM1 at Cemagref for intermittent aeration systems (Marquot, 2006). The purposes of this calibration campaign were principally to estimate the half saturation coefficients K_{OH}, K_{NO} and K_{OA} (Figure 3).

RESULTS AND DISCUSSION**Wastewater fractionation results**

Soluble/Particulate separation. Table 1 shows the COD-fractions of the three wastewater fractionation techniques used. A soluble fraction in the range of 21.1 to 39.7% of the COD was obtained. Nevertheless, this difference has limited consequences in MBR modelling due to the long sludge age. Actually, the hydrolysis is not limiting in such systems and the

particulate biodegradable substrate (X_S) is totally converted in soluble biodegradable substrate (S_S). As a consequence, the results obtained with glass fiber filter were chosen for the soluble/particulate separation. The same filters are used to separate the supernatant from the suspended solids in the estimation of the MLSS and the Mixed Liquor Volatile Suspended Solids (MLVSS) concentrations. Hence, this choice made the harmonisation easier.

Table 1 Wastewater soluble/particulate COD-fractionation

Fractionation techniques	Soluble fraction	Number of samples
Filtration on a glass filter	39.7%	6
Filtration on a 0.1 μ m membrane	30.6%	10
Coagulation-Flocculation and filtration on a 0.1 μ m membrane	21.1%	7

Biodegradable/unbiodegradable separation. The separation between biodegradable and unbiodegradable fractions is crucial in MBR modelling as Spérandio and Espinosa (2007) have already shown. The total BOD tests (Roeleveld and Van Loosdrecht, 2002) gave a biodegradable fraction of 0.69 (on 06/09/06, 0.58 on 26/11/07). This fraction had to be increased up to 0.8 in simulations with ASM1 in order to fit the measured sludge production (in MLVSS). Two wastewater fractionations were then distinguished depending on the technique used (Table 2) but the total BOD tests provided a fractionation that overestimated the MLVSS concentrations and gave an excess sludge production of 14% (average of 195kg_{VSS}.d⁻¹ for July 2006 instead of 172kg_{VSS}.d⁻¹). Therefore, the 2nd COD-fractionation was preferred as it correctly simulates the sludge production.

Table 2 Wastewater fractionation results

% COD in influent	X_S	X_i	S_S	S_i
1) According to the total BOD tests	31.4	28.9	37.6	2.1
2) Fitting with the sludge production	45.2	15.1	37.6	2.1

Sludge production, MLSS and MLVSS concentration

The simulated MLVSS and MLSS were compared to the data of the suspended solids sensor, MLVSS are well simulated by the model during the calibration period (Figure 5, left) but MLSS are underestimated. Indeed, the GPS-X 5.0 software does not include the fate of the mineral suspended solids (MMS) inside the bioreactor (production or solubilisation) as the software only proceeds to a simple inlet-outlet-accumulation mass balance. In a totally aerobic bioreactor, Spérandio and Espinosa (2007) showed that up to 50% of the influent MMS were solubilised. Besides, Ekama and Wentzel (2004) proposed a new model for MMS prediction including the inorganic dissolved solids (IDS) that the Phosphate Accumulating Organisms (PAO) store and that precipitate during the MLVSS-MLSS test procedure increasing the MMS measure. Both solubilisation of MMS and storage of IDS could possibly occur in the studied MBR since the long HRT and low nitrate concentrations in the pre-denitrification zone can favour biological dephosphatation (see next section).

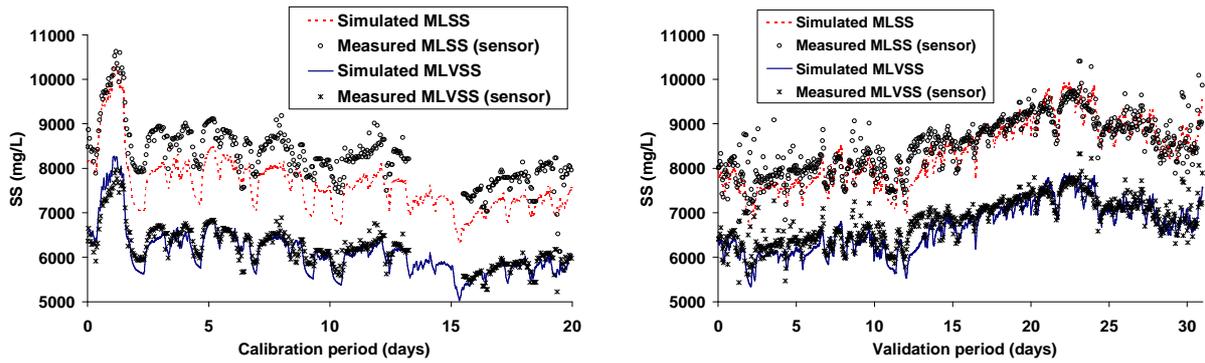


Figure 5 Measured and simulated MLSS and MLVSS concentration in the aeration tank for the calibration period (July 2006, left) and the validation period (August 2006, right)

For the calibration period, the underestimated MLSS suggest that the accumulation of IDS by the PAO exceeded the solubilisation of MMS. Then, both simulated MLVSS and MLSS matched the measured values (Figure 5, right). This phenomenon could be a consequence of the increase in air supply during August with the connection of an additional blower for the fine bubbles system leading to longer oxyc conditions, and so more solubilisation of MMS by aerobic processes considering the results of Spérandio and Espinosa (2007).

Anoxic zone challenges (pre-denitrification tank)

A new challenge was given by the anoxic zone (pre-denitrification tank) which was nitrate-limited due to long residence times (average HRT 2.4 h) and to the specific hydrodynamic conditions in the aeration tank (where 70% of the denitrification is performed). Under such borderline anoxic/anaerobic conditions, the predicted heterotrophic growth mass in ASM1 is underestimated (equation 2 in the model). The ammonium assimilation is strongly reduced leading to an overestimation of its predicted concentration. Therefore it was not possible to have a complete conformity between the simulated and experimental nitrogen concentrations (Figure 6) without modifications of the ASM1 model in the anoxic zone (increase of i_{xb} , nitrates enhanced wastewater). These changes were not included since they had poor biological significations and the improvements were limited compared to the non-modified ASM1 model (only 5%).

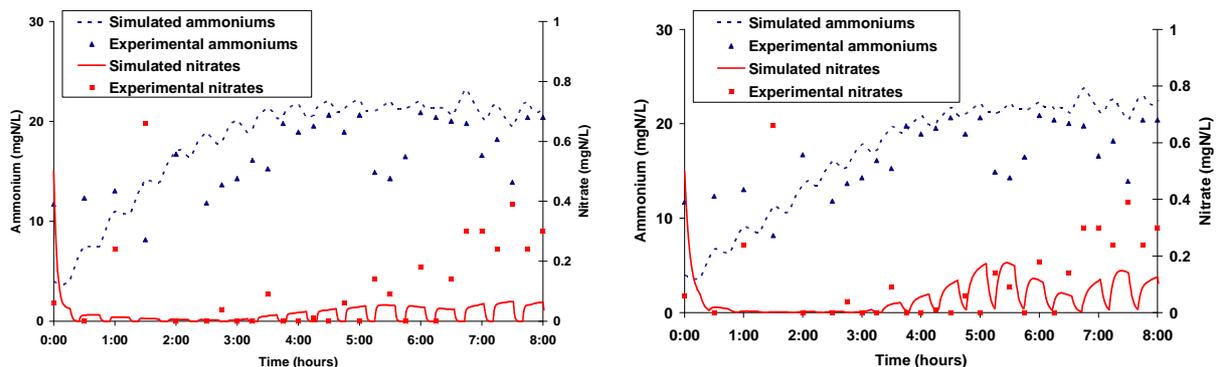


Figure 6 Simulated and experimental NH_4^+ and NO_3^- during the calibration campaign in the anoxic zone before the parameter values calibration (left) and after (right)

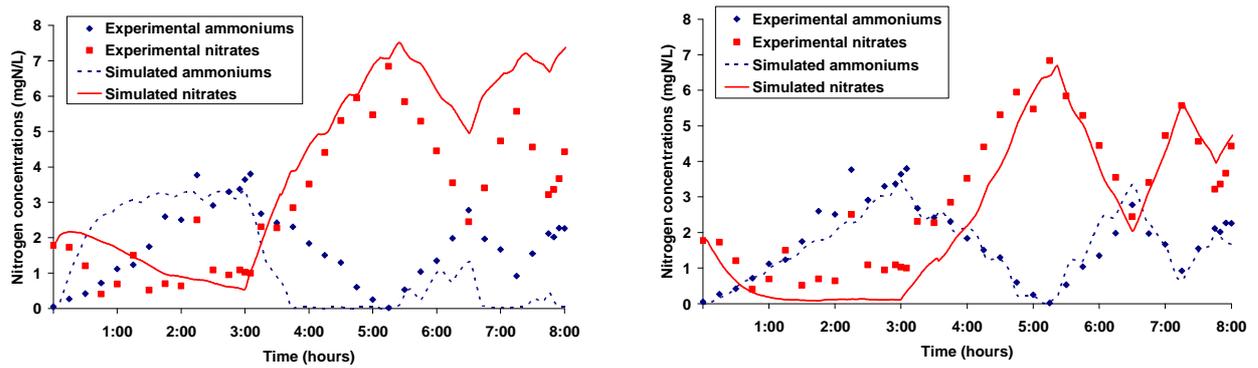


Figure 7 Simulated and experimental NH_4^+ and NO_3^- during the calibration campaign in the aeration tank before the parameter values calibration (left) and after (right)

Biomass kinetics

Maximal nitrification rates were estimated three times during the calibration campaign (on the 17th, 24th and 31st July 2006 at 27°C) providing the following results: 16.6, 17.8 and 16.4 $\text{mg}_\text{N} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ respectively. The maximum nitrification rates are proportional to $\mu_A \cdot X_{b_A}$, then multiple (μ_A , X_{b_A}) couples adequately fitted the experimental data. A corresponding (μ_A , b_A) couple (Table 3) was chosen with an unmodified maximum growth rate μ_A and a higher autotrophic decay rate b_A (0.1d^{-1}) approaching the value found in previous works (0.17d^{-1} in Marquot, 2006). The half saturation coefficients K_{OH} , K_{NO} , and K_{OA} are presented in Table 3; they were adjusted so that the NH_4^+ -N and NO_3^- -N concentrations were adequately simulated during the calibration campaign (Figure 6 and 7). Additionally, the simulated denitrification rate in the aeration tank was too low (Figure 7, left) until an anoxic value for the heterotrophic yield was adopted ($Y_{\text{H, anoxic}} = 0.54$, Choubert *et al.*, 2007) (Figure 7, right). Also, the heterotrophic activity had to be enhanced with the decrease of the temperature dependency factor (Θ_{b_H}) for the heterotrophic decay rate b_H . The low oxygen concentrations in the aeration tank led to simultaneous nitrification/denitrification and significant modifications of the ASM1 parameter values as Table 3 shows :

Table 3 Set of calibrated parameters

Parameters	μ_A d^{-1}	b_A d^{-1}	Θ_{μ_A} -	Θ_{b_A} -	μ_H d^{-1}	b_H d^{-1}	Θ_{μ_H} -	Θ_{b_H} -
Default	0.8	0.04	1.103	1.072	6.0	0.62	1.072	1.120
Corrected	0.8	0.1	1.059*	1.029*	6	0.62	1.072	1.039
Parameters	K_S $\text{gCOD} \cdot \text{m}^{-3}$	K_{OH} $\text{gO}_2 \cdot \text{m}^{-3}$	K_{NO} $\text{gNO}_3^- \cdot \text{N} \cdot \text{m}^{-3}$	K_{NH} $\text{gNH}_4^+ \cdot \text{N} \cdot \text{m}^{-3}$	K_{OA} $\text{gO}_2 \cdot \text{m}^{-3}$	$Y_{\text{H, anoxic}}$ $\text{gX}_{\text{BH}} \cdot \text{gCOD}^{-1}$	$Y_{\text{H, aerobic}}$ $\text{gX}_{\text{BH}} \cdot \text{gCOD}^{-1}$	
Default	20	0.20	0.5	1.0	0.40	0.67	0.67	
Corrected	20	0.03	3.0	0.25	0.30	0.54	0.67	

*Parameter values estimated in a previous modelling work (Marquot, 2006)

The K_{OH} value determined in this calibration work is much lower than the value proposed for conventional activated sludge (CAS) (Henze *et al.*, 1986). However, Manser *et al.* (2005) observed a comparable value. They explained it by a poor diffusion resistance in the MBR due to its smaller flocs (caused by the membrane separation). Still, the activated sludge of the MBR system at Guéthary showed typical floc sizes usually encountered for CAS (from 20 to 700 μm with a median value around 150 to 250 μm). Nevertheless, Marquot (2006) also found a low value for K_{OH} (0.05) in his calibration of a full-scale CAS plant. Two possibilities were proposed: either a selection of biomass with high affinity of the substrate or no dead zones in the bioreactor. Both hypotheses are available on the MBR plant at Guéthary, as the F/M ratio is low and the mixing is good when the process aeration is ON.

Sensitivity analysis: $\text{NH}_4^+\text{-N}$ and $\text{NO}_3^-\text{-N}$ outlet concentrations and dissolved oxygen

The permeate was monitored to evaluate the ammonium and nitrate outlet concentrations. Eight daily flow proportional samples were taken from the MBR outlet during the calibration period. They were used to evaluate the ability of the calibrated parameters to estimate the nitrogen concentrations in the treated water. Then, based on this first set of parameters, a simple sensitivity analysis was performed to test the impact of K_{OH} , K_{NO} , K_{NH} and K_{OA} values. These four parameters were adjusted for a second set of parameters ($K_{\text{OH}} = 0.03$, $K_{\text{NO}} = 5$, $K_{\text{NH}} = 0.3$ and $K_{\text{OA}} = 0.4$) which better simulated the observed concentrations at the outlets. Table 4 shows that the improvements were not significant ($0.19\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$ deviation for $\text{NH}_4^+\text{-N}$ instead of $0.27\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$ and same deviation for $\text{NO}_3^-\text{-N}$). Moreover, the simulated oxygen concentrations were more diverging from the sensor data for the second set of parameters (deviations from the two sensors of 0.69 and $0.99\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$ instead of 0.57 and $0.98\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$). Also, modifying the oxygen transfer rates (OTR) was analysed in order to better simulate the oxygen concentration in the aeration tank. It was found that ΔOTR of 16% and 12% gave better estimation in terms of mean and absolute deviations with the 2 and 4m depth sensors data respectively. However, these low decrease of the oxygen transferred to the sludge made the model significantly less performing for the NH_4^+ and NO_3^- outlet concentrations (Table 4).

Table 4 Deviations for simulation results with outlets concentrations and oxygen sensors for 3 different OTR ratios and 2 sets of parameters (8 samples)

Set of parameters	Previously estimated			Modified by the sensitivity analysis			Mean experimental value	
	ΔOTR	-16%	-12%	0%	-16%	-12%		0%
Mean simulated DO		0.19	0.34	0.98	0.20	0.33	0.99	/
Deviation with 2m depth sensor	$\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$	0.30	0.20	0.57	0.29	0.30	0.69	LDO sensor 0.56
Deviation with 4m depth sensor		0.19	0.34	0.98	0.20	0.33	0.99	ECDO sensor 0.57
Mean simulated NH_4^+ outlet	$\text{mgN}.\text{L}^{-1}$	12.7	5.0	0.48	10.3	6.7	0.59	NH_4^+ outlet 0.75
Deviation with exp. values		12.0	4.3	0.27	10.0	6.0	0.19	
Mean simulated NO_3^- outlet		1.8	3.1	8.1	2.1	4.2	9.3	NO_3^- outlet 8.4
Deviation with exp. values		6.6	5.3	1.5	6.3	4.2	1.5	

The OTR have the strongest impact among the model parameters, especially on the nitrogen removal. The best compromise corresponded to the unreduced previously calculated OTR and the firstly estimated set of parameters. The latter gave satisfactory results when comparing the simulation outputs to the experimental data considering the very low DO concentrations in the aeration tank ($0.6\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$ on average when process aeration is ON).

CONCLUSION

Despite some difficulties, the ASM1 is suitable for modelling MBR plants, provided special precautions are taken for both influent characterization and the calibration on aeration (OTR). A step-by-step calibration protocol was proposed and applied to a full-scale MBR plant. The complexity of the aeration system of the monitored plant (5 configurations) made the calibration difficult. The low DO concentrations led to sensible and simultaneous nitrification/denitrification. Therefore, some compromises had to be done in order to correctly simulate the system. The optimum solution was to run the simulations with the oxygen transfer rates calculated by COD and N mass balances instead of a simple calibration of the $K_{\text{L}a}$. In such conditions, the kinetics parameters and half saturation coefficients had to be modified. Concerning the wastewater fractionation, particular care must be taken on the

biodegradable fraction determination with usual techniques. Actually, its value was underestimated by the ultimate BOD test considering the long sludge ages. However, the separation between soluble and particulate is of lower influence. Additionally, the comparison between simulation results and the sensor data showed that MMS are not inert in the MBR. In conclusion, the calibration procedure gave a new set of ASM1 parameters (validated values) for a MBR system under simultaneous nitrification/denitrification conditions.

REFERENCES

- Choubert, J.M., Stricker, A.E., Marquot, A., Gillot, S., Racault, Y. and Héduit, A. (2007). Improved prediction of nitrogen removal using updated ASM1 default parameters verified at 13 full-scale plants. WEFTEC 2007, California, US, 13-15 Oct. 07, 1487-1497.
- Choubert, J.M., Marquot, A., Stricker, A.E., Gillot, S., Racault, Y. and Héduit, A. (2007). Maximum growth and decay rates of autotrophic biomass to simulate nitrogen removal at 10°C with municipal activated sludge plants. *Water SA*, **34**(1), 71-76.
- Delrue, F. and Racault, Y. (2007). Long-term monitoring of a full-scale MBR plant in a coastal resort: impact of high seasonal load variations on sludge characteristics and filtration capability. IWA 4th International Membrane Technologies Conference, Harrogate, UK, 15 - 17 May 2007.
- Ekama, G.A. and Wentzel, M.C. (2004). A predictive model for the reactor inorganic suspended solids concentration in activated sludge systems. *Water Research*, **38**, 4093-4106.
- Gujer, W., Henze, M., Mino, T. and Van Loosdrecht, M. (1999). Activated sludge model n°3. *Water Science and Technology*, **39**(1), 183-193.
- Henze, M., Grady, C.P.L., Gujer, W., Marais, G.R. and Matsuo, T. (1987). Activated sludge model n°1. IWAPRC, Scientific and technical report n°1.
- Judd, S. (2008). The status of membrane bioreactor technology. *Trends in Biotechnology*, **26**(2), 109-116.
- Manser, R., Gujer, W. and Hansruedi, S. (2005). Consequences of mass transfer effects on the kinetics of nitrifiers. *Water Research*, **39**(19), 4633-4642.
- Mamais, D., Jenkins, D., Pitt, P. (1993). A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. *Water Research*, **27**(1), 195-197.
- Marquot, A. (2006). Modelling nitrogen removal by activated sludge on full-scale plants: Calibration and evaluation of ASM1. PhD thesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour.
- Ng, A.N.L. and Kim, A.S. (2007). A mini-review of modelling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters. *Desalination*, **212**(1-3), 261-281.
- Pambrun, V., Paul, E. and Spérandio, M. (2006). Modelling the partial nitrification in sequencing batch reactor for biomass adapted to high ammonia concentrations, *Biotechnology Bioengineering*, **95**(1), 120-131.
- Racault, Y. and Gillot, S. (2007). Use of mass balances for the determination of oxygen contribution of the different air sources in a full scale membrane bioreactor. WEFTEC 2007, California, US, 13-15 Oct. 07, 3393-3406.
- Roeleveld, P.J. and Van Loosdrecht, M.C.M. (2002). Experience with guidelines for wastewater characterisation in The Netherlands. *Water Science and Technology*, **45**(6), 77-87.
- Saroj, D.P., Guglielmi, G., Chiarani, D. and Andreottola, G. (2008). Modeling and simulation of membrane bioreactors by incorporating simultaneous storage growth concept: an especial attention to fouling while modelling the biological process. *Desalination*, **221**(1-3), 475-482.
- Spérandio, M. and Espinosa, M.C. (2007). Modelling aerobic submerged membrane bioreactor with ASM models on a large range of sludge retention time. IWA 4th International Membrane Technologies Conference, Harrogate, UK, 15 - 17 May 2007.

Annexe n°13 : Bilans énergétiques sur les trois stations

1) Bilan énergétique sur la station de Guéthary

Les ratios d'énergie spécifique sont sensiblement supérieurs sur cette station à ceux obtenus habituellement sur des boues activées conventionnelles (Tableau 1). On obtient des valeurs un peu plus faibles en 2006, notamment du fait de l'amélioration des performances d'aération suite à l'ajout des diffuseurs et d'un cumul de charges à traiter plus faible. On pourra retenir pour une charge organique à traiter correspondant en moyenne à 70% de la charge nominale et avec un temps sec, un ratio de 1,8 KWh/m³ traité et de 2,35 KWh/KgDCOb_{éliminé}.

Tableau 1 : Ratios énergétiques spécifiques

	KWh/m ³ traité	KWh/KgDCOb _{éliminé}
Eté 2005 (1/7 – 31/8/5)	1,83	2,44
Eté 2006 (12/07 – 31/08/2006)	1,74	2,29

Répartition des consommations par postes

La totalité de l'aération (air process et air membrane) représente suivant les mois de l'été 2005 et 2006, entre 59 et 65% de la consommation totale de la station (Figure 1, Figure 2). Les prétraitements (tamis + compacteur à déchets) représentent autour de 11 % de la consommation totale, les pompes et agitateurs du bassin tampon autour de 8,5 % et les pompes de circulation et l'agitateur de la zone d'anoxie autour de 12 %. Les pompes perméat et les agitateurs du bassin d'aération représentent 10 à 12,5 % de l'énergie totale.

L'énergie représentée par les pompes perméat est en moyenne de 6,5 % de l'énergie totale.

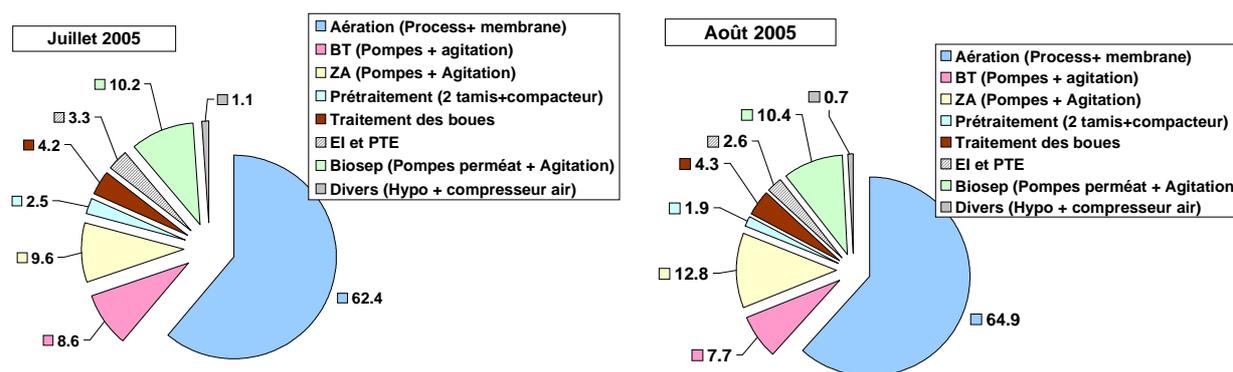


Figure 1 : Répartition en pourcentage de la consommation d'énergie au cours de l'été 2005

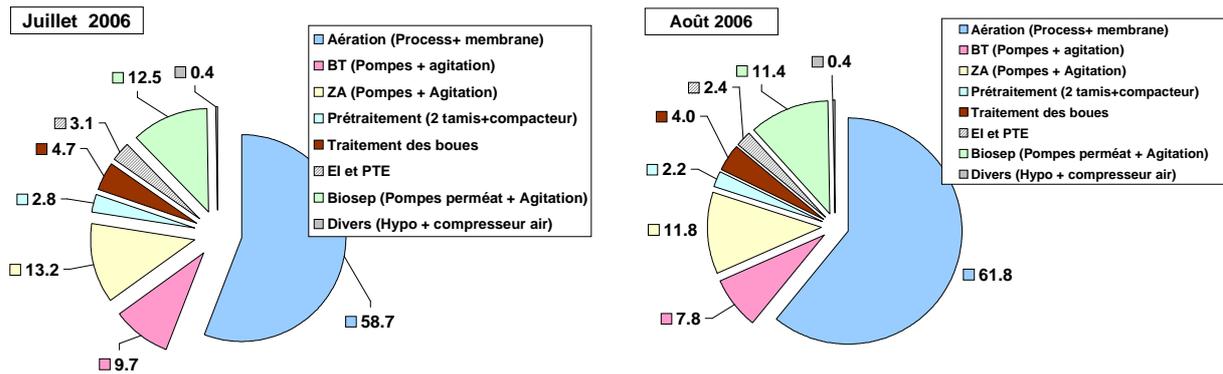


Figure 2 : Répartition en pourcentage de la consommation d'énergie au cours de l'été 2006

A l'exception du mois d'août 2005 où il y a eu un fonctionnement permanent de l'air process, l'air membrane représente entre 24 et 30% de la consommation totale.

2) Bilan énergétique sur la station de Le Guilvinec

Les ratios spécifiques sur cette station (Tableau 2) sont nettement supérieurs à ceux obtenus sur des stations à boues activées classiques mais s'expliquent par le faible taux de raccordement. Ces ratios varient avec la charge à traiter (minimum lors de la période estivale plus chargée, Figure 3) et devraient donc diminuer avec l'augmentation de la charge polluante.

Tableau 2 : Ratios énergétiques spécifiques de la station de Guilvinec, printemps 2006

	KWh/m ³ eau traitée	KWh/kg DCO _{éliminée}
Printemps 2006 (10/3 – 30/5/6)	3,2	4,5

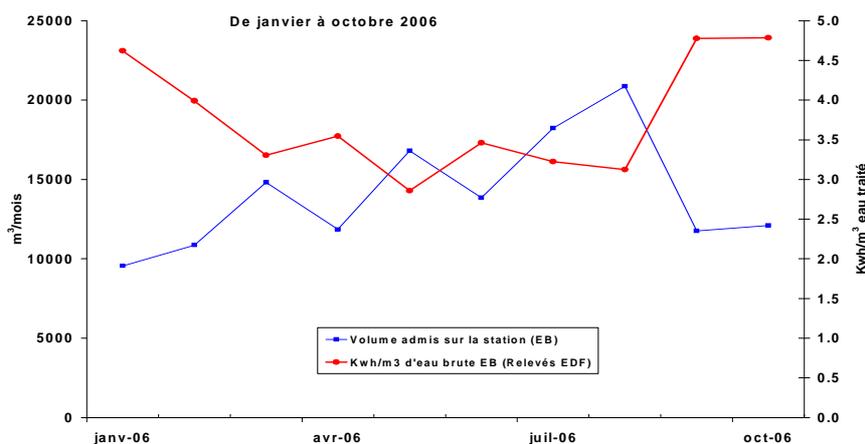


Figure 3 : Evolution de ratio Kwh/m³ d'eau brute de janvier à octobre 2006, sur la station de Guilvinec.

En examinant la répartition des consommations énergétiques, nous observons (Figure 4) que:

- Le poste désodorisation et le traitement des graisses représentent chacun près de 15 % des consommations. La part relative de ces postes serait largement diminuée avec une charge reçue plus importante.
- Le quart des consommations revient au bassin d'aération (air process + agitation)
- Le poste principal est l'aération membranes (cellules membranaires) avec 20,3% des consommations. Les pompes de filtration représentant 4 %, la filtration membranaire représente près de 25% des consommations. On notera toutefois que l'aération des membranes est aussi largement utilisée pour l'apport d'oxygène.

L'aération des membranes et des boues activées représente 33 % de la consommation totale, ce qui est faible, mais tendra fortement à augmenter en se rapprochant de la valeur nominale de charge organique.

De janvier à octobre 2006

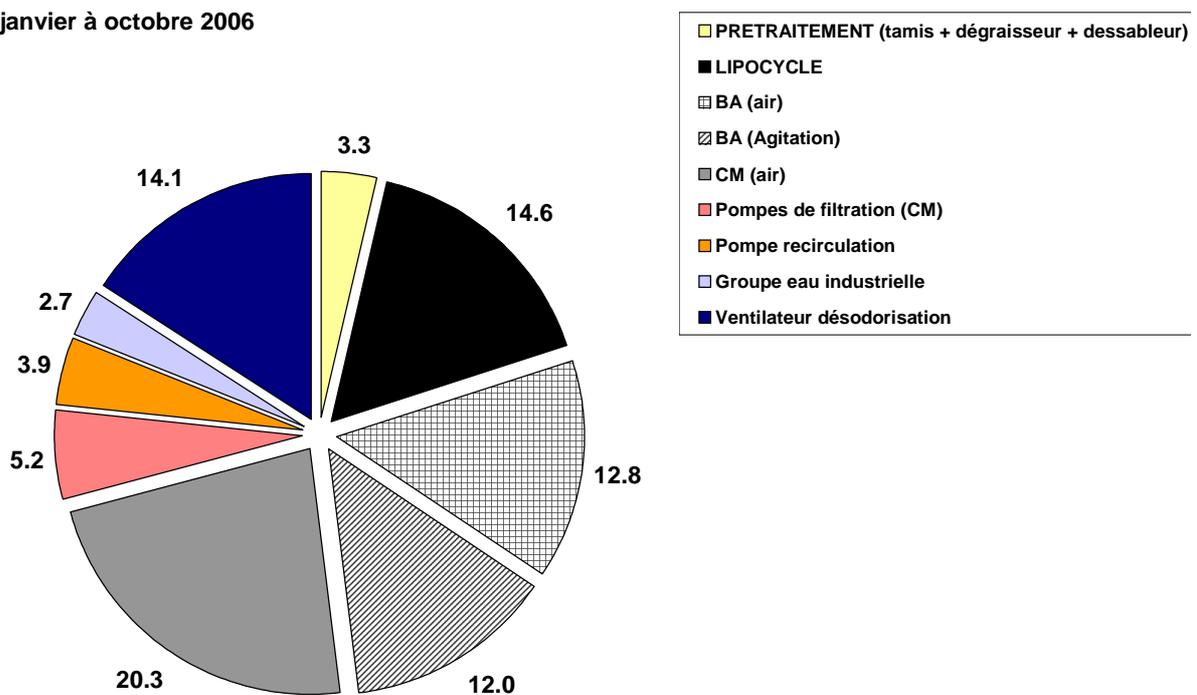


Figure 4 : Répartition en pourcentage de la consommation d'énergie, de janvier à octobre 2006, station de Guilvinec

La répartition des consommations nécessaires à l'aération évolue en fonction du temps (Figure 5), et confirme une augmentation de ce poste lors de l'accroissement de la charge polluante. Au cours du suivi fin du printemps 2006 réalisé par le Cemagref, l'aération du bassin d'aération et l'aération des compartiments membranaires représentaient respectivement 5,8 % 21,8 % des consommations énergétiques.

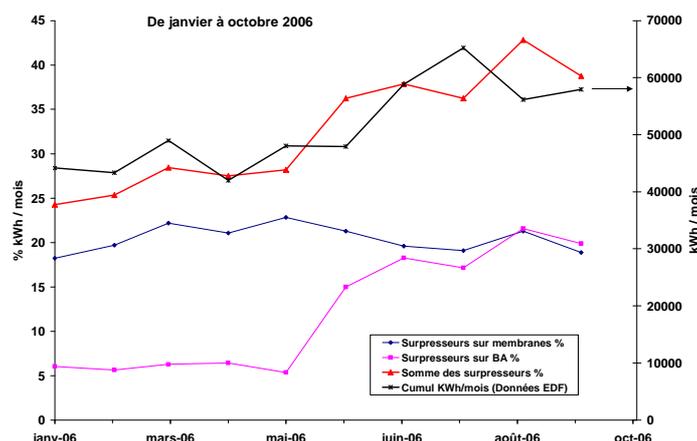


Figure 5 : Evolution de la répartition de l'énergie consommée en pourcentage, nécessaire à l'aération des membranes et des boues activées au cours des mois de janvier à octobre 2006 sur la station de Guilvinec

3) Bilan énergétique sur la station de Grasse

- Ratios énergie par volume et charge traitée

Les ratios d'énergie spécifique sont supérieurs à ceux obtenus sur des stations à boues activées conventionnelles (cf Tableau 3). Il faut cependant noter que la station est actuellement sous chargée, 40 % du nominal en débit et 41 % en DCO, et que la gestion de l'aération n'est pas optimale bien que ce poste soit le plus important en matière de consommation d'énergie.

Tableau 3 : Ratios énergétiques spécifiques

	KWh/m ³ traité	KWh/KgDCO _{éliminé}
Un bassin d'aération (du 30/05 au 02/07/07)	2,12	2,92
Deux bassins d'aération (du 07/07 au 19/09/07)	2,57	3,15
Période complète du 30/05/07 au 19/09/07	2,37	3,10
Du 03/07/2006 au 19/09/2007	2,30	

- Repartition de la consommation énergétique par poste (Figure 6)

L'aération air process et air membrane représente la part prépondérante de la consommation en énergie des bioréacteurs à membranes, ici près de 57 % du total. Il faut noter la part importante de la désodorisation, qui représente 10 % de la consommation actuelle. Mais ce poste fixe verra sa part diminuer avec l'augmentation à venir des flux entrée station.

Il faut noter également la part importante des consommations hors process, avec près de 10% du total pour le 220 Volt (éclairage, climatisation, ...).

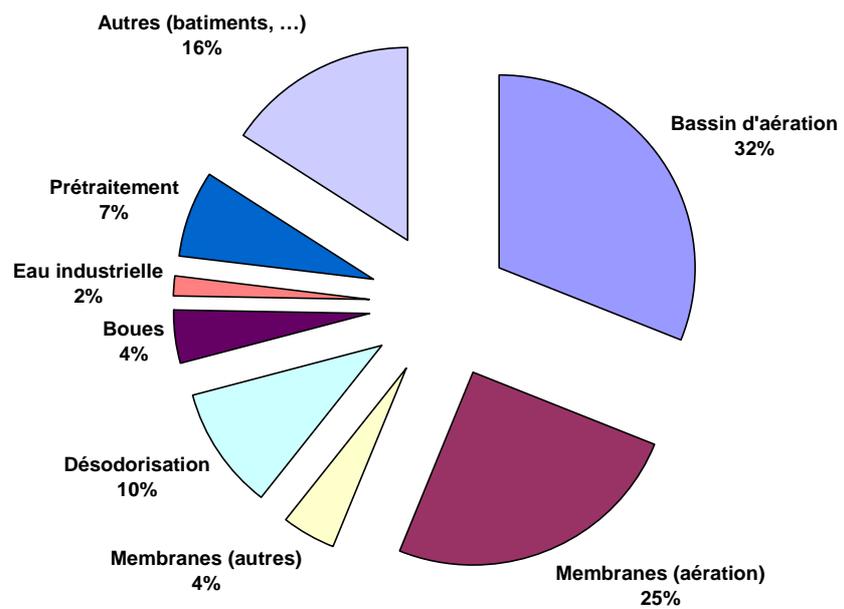


Figure 6 : Répartition des consommations d'énergie

Annexe n°14 : Test de filtrabilité en cellule agitée

Le test de filtrabilité est effectué dans une cellule de type Sartorius mais qui est agitée alors qu'habituellement ce teste est effectué dans une cellule non agitée. Cependant, l'agitation dans la cellule de Sartorius est faible (50 RPM) car elle a pour but l'homogénéisation de la boue qui est filtrée sans remise en suspension du gâteau accumulé sur la membrane.

Ainsi, lorsqu'on trace t/V en fonction de V on obtient bien une droite (Figure 1). On peut également remarquer que l'écart entre les deux essais est faible (5% environ).

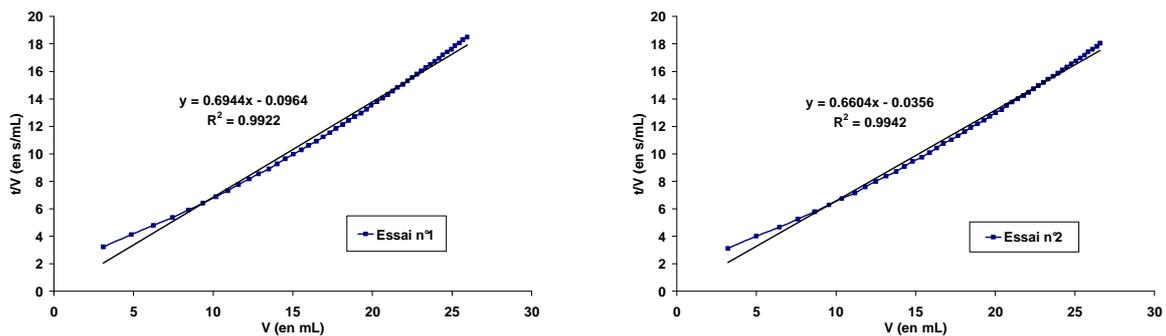


Figure 1 : t/V en fonction de V , exemple du 17/08/2006, 2 essais, Station de Guéthary

Après une première phase de formation du dépôt, la filtration devient analogue à une filtration sur gâteau. La masse de dépôt est alors proportionnelle au volume du filtrat et on peut appliquer, par analogie, la loi de Darcy et déterminer une résistance spécifique à la filtration appelée α_a afin de la distinguer de la résistance spécifique à la filtration α obtenue lorsque la cellule n'est pas agitée.