

# **THÈSE**

# En vue de l'obtention du DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

#### Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

#### Discipline ou spécialité :

Génie des Procédés et de l'Environnement

#### Présentée et soutenue par :

Etienne BRAAK

le: jeudi + novembre 2012

#### Titre:

Aération pour le décolmatage dans les bioréacteurs à membranes immergées pour le traitement des eaux usées : impact sur le milieu biologique et la filtration

#### **Ecole doctorale:**

Mécanique, Energétique, Génie civil et Procédés (MEGeP)

#### Unité de recherche:

Laboratoire de Génie Chimique, Toulouse

#### Directeur(s) de Thèse:

Mme Claire ALBASI, Directrice de Recherche, CNRS Mme Marion ALLIET, Maître de Conférences, INPT-ENSIACET

#### Rapporteurs:

Mr Philippe MOULIN, Professeur, Université d'Aix-Marseille Mr Marc HÉRAN, Maître de Conférences, Université Montpellier II

#### Membre(s) du jury:

Mr Alain LINÉ, Professeur VV&G` [hWde[fée, INSA Toulouse Mme Dominique ANNE-ARCHARD, ? SîfdWWUa` XedW UV&; @B Fag 'ageW Mr Yvan RACAULT, Directeur de Recherche, 57? 39D78 Mr Ulises JAUREGUI, Professeur VV&G` [hWde]fée, INSTEC La Havane

#### REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mes directrices de thèse qui ont encadré et partagé ce travail de recherche, Claire Albasi et Marion Alliet. Merci pour votre confiance, votre disponibilité, et toutes les connaissances que vous m'avez données, tant sur les plans technique et scientifique qu'humain, qui ont fait de ces trois années une expérience très enrichissante.

Un grand merci à Sylvie Schetrite pour toute son aide. Que ce soit sur la gestion du pilote, les analyses de boues, ton expérience en traitement des eaux... Merci pour tout le savoir que tu m'as apporté, mais aussi tous les moments et les idées partagés.

Je souhaite remercier tous les membres du jury pour l'attention qu'ils ont bien voulu porter à mon travail. Je souhaite exprimer ma gratitude à Philippe Moulin et Marc Héran pour avoir accepté d'être rapporteur de cette thèse. Je remercie Alain Liné pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury, ainsi que Dominique Anne-Archard, Yvan Racault, Ulises Jauregui et Olivier Lorain pour l'intérêt porté sur mes travaux et pour la qualité de leurs remarques.

Ces recherches ont fait appel à des domaines techniques variés et nécessité le soutien de nombreuses personnes. Merci à Jean-Louis Nadalin pour tout le travail réalisé sur le pilote et la maquette froide. Merci à Thomas Denis pour l'aide sur l'utilisation de la caméra rapide et la prise d'images. Merci à Marie-Line Pern et à Christine Rey-Rouch pour vos formations et conseils sur l'utilisation du matériel du laboratoire.

Une partie que je considère très importante dans ma thèse a concerné l'enseignement. Je souhaite remercier tous les enseignants avec qui j'ai pu partager cette expérience et qui m'ont aidé dans ce travail. Merci particulièrement à Carole Coufort, Sébastien Teychene et Micheline Abbas. Marion, merci de m'avoir encouragé dans cette voie.

Ces travaux de thèse n'auraient pas été possibles sans l'aide des stagiaires et étudiants qui y ont participé. Je remercie grandement Hugo, Teodora, Jesus, Malte et Pedro. Nous nous sommes croisés moins longtemps mais merci tout autant à Alexis, Christophe, Florian, Cédric et Claire

Je souhaite remercier également mes collègues doctorants et post-doctorants. Merci Jordan, co-bureau depuis le départ, pour avoir partagé l'ensemble de la thèse et notamment les problèmes qui font le charme des BAM: panne de Kangoo, suivi des pilotes pendant les vacances de Noël, chute et récupération d'objets divers dans les bassins d'eaux usées... Julien et Raphaël, je me souviendrai des discussions souvent très créatives que nous avons lancées, qu'elles soient scientifiques ou pas, constructives ou pas, mais toujours remotivantes. Merci Jan pour avoir partagé le lancement et la gestion des pilotes à Brax, sans oublié tes conseils de coureur. Merci aussi aux collègues de l'Alambic.

Enfin un grand merci à ma famille. Hélène, Laurent, Isabelle et Vincent, merci à vous.

# **Sommaire**

| Sommair   | e  | 1   |
|-----------|--|-----|
| Liste des | figures  | 7   |
| Liste des | tableaux   | 15  |
| Nomencla  | nture  | 19  |
| Introduct | ion  | 23  |
| Partie 1  | : Bibliographie  | 29  |
| 1. Pro    | ésentation générale du procédé                             | 34  |
| 2. Fil    | tration dans les BAMI                                      |     |
| 2.1.      | 6  |     |
| 2.2.      | Densité de fibres  |     |
| 2.3.      | Séquençage de la filtration, rétrolavage et relaxation     |     |
| 2.4.      | Bilan sur l'influence des paramètres de filtration         |     |
|           | eration dans les BAMI – Echelle macroscopique              |     |
| 3.1.      | Paramètres caractéristiques et énergie                     |     |
| 3.2.      | Efficacité de l'injection d'air : influence du débit d'air |     |
| 3.3.      | Bullage  |     |
| 3.4.      | Homogénéité de l'aération et design                        |     |
| 3.5.      | Séquençage de l'aération                                   |     |
| 3.6.      | Conclusion sur l'effet global de l'aération                |     |
|           | eration dans les BAMI – Échelle locale                     |     |
| 4.1.      | Influence du mouvement des fibres sur le décolmatage       |     |
| 4.2.      | Influence des turbulences sur la limitation du colmatage   |     |
| 4.3.      | Influence des contraintes de cisaillement                  |     |
| 4.4.      | Bilan sur les effets de l'aération à l'échelle locale      |     |
| 5. Co     | onclusion  | 72  |
| Partie 2  | : Matériel et méthodes                                     | 77  |
| 1. BA     | AMI pilote   | 79  |
| 1.1.      | Description du pilote                                      |     |
| 1.2.      | Module membranaire   | 81  |
| 1.3.      | Pression TransMembranaire (PTM)                            | 83  |
| 2. Ca     | ractérisation des boues                                    | 84  |
| 2.1.      | Considérations générales                                   | 84  |
| 2.2.      | Matières En Suspension (MES)                               |     |
| 2.3.      | Matières Volatiles en Suspension (MVS)                     |     |
| 2.4.      | Demande Chimique en Oxygène (DCO)                          |     |
| 2.5.      | Résistance spécifique                                      |     |
| 2.6.      | Substances Polymériques Extracellulaires (SPE)             |     |
| 2.7.      | Rhéologie  | 90  |
| 2.8.      | Tailles et formes de flocs                                 |     |
| •         | /drodynamique  |     |
| 3.1.      | Caractérisation de l'écoulement gaz/liquide                |     |
| 3 2       | Simulation numérique                                       | 100 |

| Partie 3 | Etude pilote   | 109         |
|----------|--|-------------|
| 1. D     | Déroulement des expériences  | 112         |
| 1.1.     | Choix des paramètres opératoires   | 112         |
| 1.2.     |  |             |
| 2. S     | uivi du pilote   | 116         |
| 2.1.     | Campagne 1   | 117         |
| 2.2.     | Campagne 2   | 118         |
| 3. D     | Dérives de PTM   | 120         |
| 3.1.     | Campagne 1   | 120         |
| 3.2.     | Campagne 2   | 122         |
| 3.3.     | Bilan sur les dérives de PTM   | 123         |
| 4. C     | Concentrations en SPE  | 124         |
| 4.1.     | Campagne 1   | 124         |
| 4.2.     | Campagne 2   | 127         |
| 4.3.     |  |             |
| 5. C     | caractéristiques physico-chimiques : tailles de flocs, résistance spécifique | e et DCO du |
|          | geant  |             |
| 5.1.     | Campagne 1   | 130         |
| 5.2.     | Campagne 2   | 131         |
| 5.3.     | Bilan sur les caractéristiques physico-chimiques                             | 132         |
| 6. C     | Conclusions  | 133         |
|          |  |             |
| Partie 4 | Etude hydrodynamique   | 137         |
| 1. C     | Saractérisation expérimentale  | 140         |
| 1.1.     | Caractérisation expérimentale en eau   | 140         |
| 1.2.     | Caractérisation expérimentale en boues                                       | 145         |
| 1.3.     |  |             |
| 1.4.     | Récapitulatif sur l'hydrodynamique   | 149         |
| 2. S     | imulations numériques  | 150         |
| 2.1.     | Simulations air/eau  | 150         |
| 2.2.     | Simulations air/boues  | 160         |
| 2.3.     | Récapitulatif sur les simulations numériques                                 | 170         |
| 3. T     | ests de déstructuration contrôlée des boues                                  | 171         |
| 3.1.     | Bibliographie technique  | 171         |
| 3.2.     | Déstructuration contrôlée  | 174         |
| 4. C     | Conclusion sur l'étude hydrodynamique  | 176         |
|          |  |             |
| Conclusi | ions   | 179         |
|          |  |             |
| Référenc | ces bibliographiques   | 187         |
|          |  |             |
|          |  |             |
|          | e 1 Suivi du pilote  |             |
|          | aux d'abattement de la DCO   |             |
|          | atio protéines/polysaccharides des flocs                                     |             |
|          | Concentrations en SPE dans le perméat  |             |
|          | Iorpho-granulomètrie   |             |
|          | empérature : variations long terme   |             |
| 5.1.     |  |             |
| 5.2.     | Campagne 2   | 211         |

| 5.3.   | Bilan sur la température                                  | 212 |
|--------|---|-----|
| 6. Te  | empérature : variations court terme                       | 213 |
| 7. RI  | néologie  | 215 |
| Annexe | e 2 Analyses en Composantes Principales                   | 219 |
|        | incipe de l'analyse                                       |     |
|        | éparation des donnés                                      |     |
|        | ésultats des ACP  |     |
|        | e 3 Détermination expérimentale de vitesses de bulles     |     |
| Annexe | e 4 Simulations numériques                                | 231 |
| 1. Es  | stimation des vitesses de bulles                          | 231 |
| 2. In  | fluence du maillage sur les simulations                   | 232 |
| 3. D   | escription du modèle RNG-k-eps sous Fluent                | 234 |
|        | omparaison des modèles de turbulences                     |     |
| 5. M   | odèles rhéologiques disponibles sous Fluent               | 235 |
| 5.1.   | Loi puissance   | 235 |
| 5.2.   | Modèle de Carreau   | 236 |
| 5.3.   | Modèle de Cross   | 236 |
| 5.4.   | Modèle de Herschel-Bulkley pour les plastiques de Bingham |     |

# Liste des figures

| Figure 1-1: Nombre de publications traitant du sujet "bioreactor membrane fouling" depuis                             |         |
|---|---------|
|   | 31      |
| Figure 1-2 : Evolution des coûts opératoires et de maintenance (Kraume et Drews, 2010)                                | 32      |
| Figure 1-3 : Paramètres considérés dans les différentes parties de la bibliographie                                   | 33      |
| Figure 1-4: BAME (Grasmick et al., 2007)  | 34      |
| Figure 1-5 : BA (Boeglin, 1998)   | 34      |
| Figure 1-6 : Schéma représentatif d'un BAMI (Grasmick et al., 2007)   | 34      |
| Figure 1-7 : Les domaines de séparation membranaire (ADEME, 2006)   | 36      |
| Figure 1-8 : Evolution du marché européen de 1990 à 2008 (Kraume et Drews, 2010)                                      | 37      |
| Figure 1-9 : Variations de PTM pour différents flux de filtration (Guglielmi et al., 2007)                            | 39      |
| Figure 1-10 : Corrélation entre "sustainability time" et flux de filtration (Guglielmi et al.,                        |         |
|   | 39      |
| Figure 1-11: Hétérogénéité de flux le long d'une fibre en fonction du temps, avec J flux loca                         | al.     |
| J <sub>av</sub> flux moyen et J <sub>cr</sub> flux critique (Yu et al., 2003)   |         |
| Figure 1-12: Variation de PTM en fonction des écarts de flux individuels (Yeo et al., 2006)                           |         |
| Figure 1-13: Prise en masse de biomasse au sein d'un faisceau de fibres (Lebegue <i>et al.</i> ,                      |         |
| · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·   | 41      |
| Figure 1-14 : Profils de pression côtés perméat et rétentat en fonction de la densité de fibres                       |         |
|   | 42      |
| Figure 1-15: Influence de la densité de fibre sur les performances de filtration (Günther <i>et al.</i>               |         |
| 2010)   |         |
| Figure 1-16 : Exemple de tesselation de Voronoi (Wu et Chen, 2000)  |         |
| Figure 1-17: Influence du bullage sur la filtration (Chang et Fane, 2001)   |         |
| Figure 1-18: Variation du flux critique avec la vitesse superficielle de gaz (Howell <i>et al.</i> ,                  | • ′     |
| 2004)   | 50      |
| Figure 1-19 : Taux de colmatage en fonction de la concentration en MES et du flux de                                  |         |
| filtration pour des intensités d'aérations de 0,07 (a), 0,10 (b) et 0,13 (c) m.s <sup>-1</sup> (Germain <i>et al.</i> |         |
|   | ,<br>50 |
| Figure 1-20 : Effet de la fréquence de bullage sur les variations de vitesse (Yeo <i>et al.</i> , 2006)               |         |
| Figure 1-21 : Influence de la fréquence de bullage sur les contraintes de cisaillement                                |         |
| moyennes à la surface de la membrane (Yeo <i>et al.</i> , 2007)   | 55      |
| Figure 1-22 : Influence de la fréquence de bullage sur le taux d'augmentation de la PTM (Y                            |         |
| et al., 2007)   |         |
| Figure 1-23 : Problème d'homogénéité de l'aération dans un BAMI au niveau des cassettes                               |         |
| fibres creuses (Nguyen Cong Duc et al., 2008)   |         |
| Figure 1-24 : Profil de flux de perméat and un système aéré de manière homogène                                       | 20      |
| (Wicaksana et al., 2009)  | 57      |
| Figure 1-25 : Profil de flux de perméat dans un système aéré de manière non-homogène                                  | 51      |
| (Wicaksana et al., 2009)  | 57      |
| Figure 1-26 : Variations des écarts types de flux de filtration des modules pour différentes                          | 51      |
| configurations d'aération   | 58      |
| Figure 1-27 : Variations de PTM dans le cas d'une défaillance de l'aération   |         |
| Figure 1-28: Variations des flux locaux avec défaillance de l'aération  |         |
| Figure 1-29: Algorithme de contrôle de l'aération (Ferrero <i>et al.</i> , 2011)                                      |         |
| Figure 1-30 : De gauche à droite : apparition de palier de cisaillement (Yeo <i>et al.</i> , 2007), de                |         |
| vitesse tangentielle (Sofia <i>et al.</i> , 2004) et de turbulence (Ueda <i>et al.</i> , 1997) avec                   |         |
| l'augmentation du débit d'air   | 61      |
| Figure 1-31 : Influence du diamètre des fibres sur leur amplitude de déplacement et sur les                           | UΙ      |
|   | 63      |

| Figure 1-32 : Comparaison des variations de PTM avec déplacement mécanique et aération              |              |
|---|--------------|
| (Wicaksana et al., 2006)  | 63           |
| Figure 1-33 : Effet de la vitesse moyenne de liquide sur les variations de PTM (Yeo et al.,         |              |
| 2006)   | 64           |
| Figure 1-34 : Effet des variations de vitesse de liquide sur les variations de PTM (Yeo et a        |              |
| 2006)   | 64           |
| Figure 1-35 : Cisaillement à la paroi lors du passage d'une poche de gaz montant dans un            |              |
| fluide au repos dans une conduite verticale, mesurée par la méthode électrochimique (Cha            | ın <i>et</i> |
| al., 2006)  |              |
| Figure 1-36: Variations de PTM en fonction du cisaillement moyen (Yeo et al., 2007)                 | 66           |
| Figure 1-37: Variations de PTM en fonction des variations de cisaillement (Yeo et al., 20           | 07)          |
|   | 66           |
| Figure 1-38 : Contrainte de cisaillement sur une fibre creuse simulée pour des écoulement           | S            |
| mono et diphasique (Bérubé et al., 2006)  | 66           |
| Figure 1-39 : Influence des différentes fractions des boues actives sur le colmatage en             |              |
| fonction du débit d'air (Fan and Zhou, 2007)  | 68           |
| Figure 1-40 : Colmatage total et de la fraction soluble dans des BAM à faible et fort               |              |
| cisaillement (Menniti et al., 2009)   | 71           |
| Figure 1-41 : Récapitulatif des paramètres influençant le colmatage dans les BAM et étud            |              |
| choisie (inspiré de Drews, 2010)  |              |
| Figure 1-42 : Schéma récapitulatif de l'étude menée dans cette thèse.                               |              |
| Figure 2-1: Installation pilote   |              |
| Figure 2-2 : Schéma de l'installation pilote  |              |
| Figure 2-3: Module de filtration semi externe Polymem   |              |
| Figure 2-4: Coupe transversale du module de fibres creuses  |              |
|   |              |
| Figure 2-5: Fonctionnement sur une heure  |              |
| Figure 2-6: PTM corrigée et lissée  |              |
| Figure 2-7 : Mesure de résistance spécifique  |              |
| Figure 2-8 : Quantité de protéines extraite en fonction du temps (Frolund <i>et al.</i> , 1996)     |              |
| Figure 2-9 : Quantité de polysaccharides extraite en fonction du temps (Frolund <i>et al.</i> , 199 |              |
|   | 87           |
| Figure 2-10 : Protocole d'extraction des SPE liées et séparation des SPE solubles                   |              |
| Figure 2-11 : Formation du complexe mauve suite à la réaction de l'acide bicinchoninique            |              |
| de l'ion cuivrique généré après la réaction du biuret   |              |
| Figure 2-12 : Représentation d'un rhéomètre en configuration plan/plan                              |              |
| Figure 2-13 : Différents comportements rhéologiques de fluide                                       |              |
| Figure 2-14 : Exemple de rhéogramme   |              |
| Figure 2-15 : Répétabilité obtenue sur les rhéogrammes  | 92           |
| Figure 2-16 : Ecart entre rhéogrammes   | 93           |
| Figure 2-17: Mesure de granulométrie  | 94           |
| Figure 2-18: Fonctionnement du morpho-granulomètre  | 94           |
| Figure 2-19: Images de flocs obtenues au Morphologi G3  |              |
| Figure 2-20: Dispositif d'acquisition d'images  |              |
| Figure 2-21: Images obtenues dans les différentes configurations                                    |              |
| Figure 2-22: Bounding box et mire pour le traitement des images                                     |              |
| Figure 2-23 : Géométrie du module utilisée pour la CFD.   |              |
| Figure 2-24: Maillage de l'espace annulaire pour la CFD   |              |
| Figure 2-25: Initialisation de la bulle (ici calotte) dans la conduite annulaire par un patch       |              |
| la CFD  | _            |
| 1W ∨1 ₽   |              |

| Figure 2-26: Configuration de poche en conduite cylindrique et annulaire (Das et al., 199                            |              |
|--|--------------|
| Figure 2-27 : Profils de présentation des résultats, coupe transversale de la géométrie au                           | . 105        |
|  | . 106        |
| Figure 3-1 : Organisation de l'étude pilote ; lien entre colmatage et paramètre opératoires les propriétés des boues | via<br>. 111 |
| Figure 3-2 : Abaque reliant TSH et rapport MES/substrat dégradé pour différentes charge                              |              |
| massiques (Grasmick et al., 2007)  |              |
| Figure 3-3: Evolution des concentrations en MES lors du lancement du pilote (campagne                                |              |
| 1 igure 5-5 : Evolution des concentrations en WES fors du fancement du priote (campagne                              |              |
| Figure 3-4 : Variations de DCO en entrée et sortie (campagne 1)  |              |
| Figure 3-5: Variations de concentrations en MES (campagne 1)   |              |
| Figure 3-6: Variations de MES et de DCO d'entrée (campagne 2)  |              |
| Figure 3-7: MVS et MES dans l'eau d'entrée (campagne 2)  |              |
| Figure 3-8: Evolution de la PTM en fonction du temps et dérives de PTM (campagne 1).                                 |              |
| Figure 3-9: Dérives de PTM (campagne 2)  | 120          |
| Figure 3-10 : Comparaison de dérives de PTM pour deux débits d'air différents avec des                               | . 122        |
| modules à même perméabilité initiale (campagne 2)  | 122          |
| Figure 3-11 : Variations de SPE liées (campagne 1)   |              |
| Figure 3-12 : concentration en SPE solubles (campagne 1)   |              |
| Figure 3-13: Variations de SPE dans les eaux usées (campagne 1)  |              |
| Figure 3-14: Variations des concentrations en SPE liées (campagne 1)   |              |
| Figure 3-15: Variations des concentrations en SPE nees (campagne 2)  |              |
|  |              |
| Figure 3-16: Variations de SPE dans les eaux usées (campagne2)   |              |
| Figure 3-17: Variation de la taille de flocs (campagne 1)  |              |
| Figure 3-18 : Variation de résistance spécifique et de DCO du surnageant (campagne 1)                                |              |
| Figure 3-19: Variation de la taille de flocs (campagne 2)  |              |
| Figure 3-20 : Variation de résistance spécifique et de DCO du surnageant (campagne 2)                                |              |
| Figure 3-21: Effet potentiel de l'aération sur la filtration via l'hydrodynamique et la biolo                        | _            |
| pour une hypothèse de mécanisme purement hydrodynamique.   |              |
| Figure 3-22 : Effet potentiel de l'aération sur la filtration via l'hydrodynamique et la biolo                       |              |
| pour une hypothèse de mécanisme de déstructuration du milieu biologique  |              |
| Figure 4-1: Etude de l'influence de l'hydrodynamique sur les propriétés des boues                                    |              |
| Figure 4-2 : Vitesses de première bulle pour les différents débits d'air, comparaison avec                           |              |
| corrélation proposée   | . 142        |
| Figure 4-3 : Distribution de vitesses de bulles en eau pour les 3 débits d'air utilisés sur le                       | 1.42         |
| pilote   |              |
|  |              |
| Figure 4-5 : Vitesse de bulle en fonction de la taille en eau pour les 3 débits d'air utilisés :                     |              |
| le pilote  |              |
| Figure 4-6 : Distribution de vitesses en boues pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote                        |              |
|  |              |
| Figure 4-7 : Distribution de tailles de bulles en boues pour les 3 débits d'air utilisés sur le                      |              |
| piloteFigure 4-8 : Vitesse de bulle en fonction de la taille en boues pour les 3 débits d'air utilisé                |              |
|  |              |
| sur le pilote  | . 14/        |
|  | 1 4 0        |
| différents espacements de membranes planes et tailles de bulles (Drews <i>et al.</i> (2010)                          |              |
| Figure 4-10 : Distribution de vitesse de bulles, comparaison eau/boues   | . 148<br>149 |
| PROPERTY AND A CONTROL OF TABLES OF DIDIES CONTROL PROPERTY.   | 144          |

| Figure 4-12 : Vitesse de bulle en fonction de la taille, comparaison eau/boues  | 149            |
|---|----------------|
| Figure 4-13 : Vitesses sur le profil middle 0 de en fonction de la hauteur pour différents te   |                |
| dans le cas d'une bulle seule de 2 cm en eau  | 151            |
| Figure 4-14 : Vitesses sur le profil middle 180 de en fonction de la hauteur pour différents  | S              |
| temps dans le cas d'une bulle seule de 2 cm en eau  | 151            |
| Figure 4-15: Exemples de recirculation au sein d'une bulle (Ansari et Nimvari, 2011)  | 152            |
| Figure 4-16 : Configuration d'écoulement côté bulle (à gauche) et côté recirculation (à   |                |
| droite): airlift  | 152            |
| Figure 4-17 : Vitesses sur le profil middle 0 de en fonction de la hauteur pour différents te   |                |
| dans le cas d'une bulle de 3 cm initialisée dans le sillage d'une bulle de 2 cm en eau  | 153            |
| Figure 4-18 : Vitesses sur le profil middle 180 de en fonction de la hauteur pour différents  |                |
| temps dans le cas d'une bulle de 3 cm initialisée dans le sillage d'une bulle de 2 cm en ea   |                |
| Figure 4-19 : Simulation de deux bulles d'air   |                |
| Figure 4-20 : Contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse   |                |
| de la taille de bulle en eau  |                |
| Figure 4-21 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 0, membrane 0 et carter 0  | -              |
| une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée   |                |
| Figure 4-22 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 90, membrane 90 et carter  |                |
| pour une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée  |                |
| Figure 4-23 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 180, membrane 180 et car   |                |
| 180 pour une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée  |                |
| Figure 4-24 : Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules initialisé   |                |
| sur le profil middle 0 en fonction du temps   | 158            |
| Figure 4-25 : Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules 4 et 5   | 1.50           |
| initialement situées sur le profile middle0 à mi-hauteur du module, en fonction du temps.   |                |
| Figure 4-26: Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules initialen   |                |
| situées sur les profils middle0, membrane0, carter 0, middle90 et middle 180 à mi-hauteur   |                |
| module, en fonction du temps  |                |
| Figure 4-27 : Rhéogramme réalisé sur les boues du BAMI pilote (17 novembre)   |                |
| Figure 4-28 : Comparaison des différents modèles avec les résultats expérimentaux   |                |
| Figure 4-29: Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obten  |                |
| pour les boues de Nailloux et en eau lors de la simulation de l'ascension d'une bulle de 2  |                |
| en fluide stagnant  | 163            |
| Figure 4-30 : Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obten<br>pour les boues de Nailloux et celles du pilote lors de la simulation de l'ascension d'une bu |                |
| •   |                |
| de 2 cm en fluide stagnant  |                |
|   |                |
| Figure 4-32 : Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obten   | 103            |
| pour les boues de Nailloux et celles du pilote lors de la simulation de l'ascension d'une bu  |                |
| de 2 cm en fluide stagnantde 2 cm en fluide stagnant  |                |
| Figure 4-33 : Contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse   | ,. 100<br>a at |
| de la taille de bulle en boues  |                |
| Figure 4-34 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 0, membrane 0 et carter 0  |                |
| une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée   |                |
| Figure 4-35: Contraintes de cisaillement sur les profils middle 90, membrane 90 et carter   |                |
| pour une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée  |                |
| Figure 4-36: Contraintes de cisaillement sur les profils middle 180, membrane 180 et car  |                |
| 180 pour une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée  |                |
| Figure 4-37: Contraintes percues par les particules pour une bulle de 2 cm en boues   |                |

| du biofilm dans un réacteur à lit fluidisé triphasique (Lertpocasombut, 1991 ; tiré de  | proteine<br>Liu et          |
|---|-----------------------------|
| Tay (2002))   |                             |
| Figure 4-39 : Influence de la vitesse superficielle de gaz sur le ratio polysaccharides (•) de granules aérobies (Tay <i>et al.</i> , 2001)                               | /protéines                  |
| Figure 4-40: Taille moyenne de flocs en fonction du temps de cisaillement (Yuan e   | t Farnood,                  |
| 2010)   | 172                         |
| Figure 4-41 : Evolution du ratio de cassage des flocs en fonction des contraintes de cisaillement pour des boues tamisées, du latex et de l'amidon (Yuan et Farnood, 201) | 10) 172                     |
| Figure 4-42 : Influence de l'agitation sur la taille des agrégats biologiques (Wan et a   |                             |
|   | 173                         |
| Figure 4-43 : Evolution des concentrations en SPE solubles et taille des flocs en fon contraintes de cisaillement   | ection des<br>174           |
| Figure 4-44: Evolution des concentrations en SPE solubles en fonction des contrain  |                             |
| cisaillement  | 1                           |
| Figure 0-1 : Variations de DCO dans le perméat et abattement de DCO   |                             |
| Figure 0-2 : DCO du perméat et abattement (campagne 2)  |                             |
| Figure 0-3 : Evolution du ratio protéine/sucre des SPE liées (campagne 1)   |                             |
| Figure 0-4 : Evolution du ratio protéine/sucre des SPE liées (campagne 2)   |                             |
| Figure 0-5 : Variations de SPE dans le perméat (campagne 1)   |                             |
| Figure 0-6 : Variations de SPE dans le perméat (campagne 2)   |                             |
| Figure 0-7 : Comparaison des tailles de flocs observées au granulomètre et au morph   |                             |
| granulomètre (campagne 2)   | 208                         |
| Figure 0-8 : Evolution des paramètres morphologiques, circularité ( → → ), élonga   | ation ( - 🛕 -               |
| ), convexité(—■—) et solidité ( - X—) en fonction du temps  |                             |
| Figure 0-9 : Représentation en nuage de la convexité en fonction du périmètre pour  |                             |
| l'ensemble des particules a- Séquence 5- temps = 15/11, b- Séquence 2- temps = 22   |                             |
|   | 2/11, c-                    |
|   |                             |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12, d- Séque  |                             |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12, d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12  | ence 2,209                  |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12, d- Séque  | ence 2,<br>209<br>res de a- |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12, d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12  | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,<br>                 |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |
| Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12 , d- Séque après le changement d'eau, temps =06/12   | ence 2,                     |

| Figure 0-26 : Comparaison de valeurs de PTM non lissée et lissée                              | 221  |
|---|------|
| Figure 0-27 : Variations de PTM horaires calculées à partir de données non lissées et lissées |      |
|   | 221  |
| Figure 0-28 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données ne prenant pas    | s en |
| compte la modification des boues (campagne 2 avant 28 novembre)                               | 222  |
| Figure 0-29 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données en prenant en     |      |
| compte la modification des boues (ensemble de la campagne 2)                                  | 223  |
| Figure 0-30 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données des paliers de    |      |
| PTM des premiers modules (5 1 et 6-1 1) de chaque séquence (campagne 2)                       | 225  |
| Figure 0-31 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données des deux          |      |
| campagnes   | 226  |
| Figure 0-32 : Problèmes de suivi de bulles par images : coalescence                           | 229  |
| Figure 0-33 : Problème de suivi de bulles par images : sillage de la bulle                    | 229  |
| Figure 0-34 : Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,5                     | 231  |
| Figure 0-35 : Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,7                     | 231  |
| Figure 0-36: Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,9                      | 232  |
| Figure 0-37 : Bulle cassée pour maillage lâche  | 233  |
| Figure 0-38 : Bulle entière pour maillage intermédiaire                                       | 233  |
| Figure 0-39 : Cassage de bulle pour un maillage pas assez raffiné lors de la simulation de    |      |
| l'ascension d'une poche de gaz entre des membranes planes (Essemiani et al., 2001))           | 233  |
| Figure 0-40: Estimation des vitesses d'ascension en utilisant des iso-clips pour les maillag  |      |
| intermédiaire et raffiné  | 234  |
| Figure 0-41 : Variations de viscosité en fonction du cisaillement selon la loi de Carreau     | 236  |
| Figure 0-42 : Variations de contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement   |      |
|   | 238  |

## Liste des tableaux

| Tableau 1-1 : Concentrations moyennes d'une ERU brute normalement concentrée en           | entrée                |
|---|-----------------------|
| de station (Rapport FNDAE 28, p 8)  |                       |
| Tableau 1-2 : Comparaison de deux études sur les effets du séquençage                     | 44                    |
| Tableau 1-3 : Influence du séquençage sur les performances de filtration                  | 45                    |
| Tableau 1-4 : Effet de l'injection d'air et des conditions opératoires sur les performan- | ces de                |
| filtration  | 52                    |
| Tableau 1-5 : Analyse quantitative des SPE, pourcentage de protéines ou de polysaccl      | harides               |
| dans les SPE solubles ramenés au SPE totales (Park et al., 2005)                          | 70                    |
| Tableau 2-1 : Caractéristiques des modules membranaires                                   | 82                    |
| Tableau 2-2 : Protocole de mesure de la DCO   | 85                    |
| Tableau 2-3 : Protocole de dosage des protéines   | 89                    |
| Tableau 2-4 : Protocole de dosage des polysaccharides                                     |                       |
| Tableau 2-5 : Taux de rétention de gaz en eau et en boues pour les différents débits d'   |                       |
| Tableau 2-6 : Caractéristiques des modules  | 96                    |
| Tableau 2-7 : Exemple de réglage de la caméra et de l'éclairage (configuration rétro é    | clairage)             |
|   |                       |
| Tableau 2-8: Maillages testés   |                       |
| Tableau 2-9 : Configuration des simulations sous Fluent                                   |                       |
| Tableau 3-1 : Gammes de paramètres opératoires utilisées dans les BAMI à l'échelle        |                       |
| industrielle (Pollet, 2009, adapté du rapport de projet européen EUROMBRA D1)             | 112                   |
| Tableau 3-2 : Gammes de paramètres opératoires utilisées dans les BAMI à l'échelle        |                       |
| (Pollet, 2009)  | _                     |
| Tableau 3-3 : Paramètres opératoires des séquences testées (campagne 1)                   | 115                   |
| Tableau 3-4 : Paramètres opératoires des séquences testées (campagne 2)                   |                       |
| Tableau 3-5 : Valeurs moyenne de MES, de DCO dans les ERU et dans le perméat (ca          |                       |
| 1)  | 118                   |
| Tableau 3-6 : Valeurs moyenne de MES, de DCO dans les ERU et dans le perméat (ca          | ampagne               |
| 2)  |                       |
| Tableau 3-7 : Perméabilité des modules utilisés (campagne 1)                              |                       |
| Tableau 3-8 : Perméabilités des modules utilisés campagne 2                               |                       |
| Tableau 3-9 : SPE dans les eaux usées (campagne 1)  |                       |
| Tableau 3-10 : SPE dans les eaux usées (campagne 2)                                       |                       |
| Tableau 4-1 : Vitesses de bulles en eau en fonction du débit d'air                        |                       |
| Tableau 4-2 : Tailles moyennes et écarts types de bulles en fonction du débit d'air en    |                       |
| Tableau 4-3 : Vitesses de bulles en fonction du débit d'air en boues                      |                       |
| Tableau 4-4 : Tailles moyennes et écarts types de bulles en fonction du débit d'air en    |                       |
|   |                       |
| Tableau 4-5 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 1 cm accélérant d   | derrière              |
| une bulle de 2 cm en eau  |                       |
| Tableau 4-6 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 3 cm accélérant d   |                       |
| une bulle de 2 cm en eau  |                       |
| Tableau 4-7 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 5 cm accélérant d   |                       |
| une bulle de 2 cm en eau  |                       |
| Tableau 4-8 : Comparaison des différents modèles testés                                   | 161                   |
| Tableau 4-8 : Comparaison des différents modèles testés                                   | 167                   |
| Tableau 4-10 : Paramètres pour le modèle de Carreau, boues concentrées, MES=12,3          | σ I <sup>-1</sup> 162 |
| Tableau 4-11: Paramètres pour le modèle de Carreau, boues peu concentrées, Naillou        |                       |
| MES=5,00 g.L <sup>-1</sup>  |                       |
| Tableau 4-12 : Comparaison des vitesses et des contraintes de cisaillement obtenues p     | 102<br>Mur            |
| l'equ et les houes de Nailloux pour une hulle de 2 cm en fluide stagnant                  |                       |

| Tableau 4-13: Comparaison des vitesses et contraintes de cisaillement obtenues pour c    | leux     |
|--|----------|
| boues différentes pour une bulle de 2 cm en fluide stagnant                              | 165      |
| Tableau 4-14 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 1 cm accélérant d | derrière |
| une bulle de 2 cm en boues   | 166      |
| Tableau 4-15 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 3 cm accélérant d | derrière |
| une bulle de 2 cm en boues   | 167      |
| Tableau 4-16 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 5 cm accélérant d | derrière |
| une bulle de 2 cm en boues   | 167      |
| Tableau 0-1 : Caractérisation de la température (campagne 1)                             | 211      |
| Tableau 0-2 : Caractérisation de la température (campagne 2)                             | 212      |
| Tableau 0-3 : Corrélation des variations de PTM horaires avec les autres variables       | 224      |
| Tableau 0-4 : Vitesse d'ascension d'une bulle de 2 cm en fonction du modèle de turbul    | ence     |
| choisi   | 235      |

## **Nomenclature**

#### Lettres latines

A Section d'écoulement (m<sup>2</sup>)

AB Age de boues (j)

ASM Activated Sludge Model

ATC Anémométrie à Température Constante

b Ratio de cassage de flocs

BA Procédé à Boues Activées Conventionnel

BAM Bioréacteur A Membranes

BAME Bioréacteur A Membranes Externes BAMI Bioréacteur A Membranes Immergées

BAMIE Bioréacteur A Membranes Immergées Externalisées

BCA Acide bicinchoninique BSA Albumine Sérum Bovin

Coefficent de calcul de vitesse en écoulement diphasique

Co Nombre de Courant

COD Carbone Organique Dissous CFD Computational Fluid Dynamics D Diamètre de conduite (m)

D<sub>ext</sub> Diamètre externe en conduite annulaire (m)

D<sub>h</sub> Diamètre hydraulique (m)

Diamètre interne en conduite annulaire (m)
DBO Demande Biologique en Oxygène (mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup>)
DCO Demande Chimique en Oxygène (mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup>)

ERU Eau Résiduaire Urbaine

FB Fines Bulles
FC Fibres Creuses
GB Grosses Bulles

g Accélération gravitationnelle (m.s<sup>-2</sup>) G Gradient de cisaillement moyen (s<sup>-1</sup>)

J Flux de filtration (L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>)

J<sub>b</sub> Flux de rétrolavage (L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>)

k Indice de consistance (Pa.s)

L<sub>p</sub> Perméabilité (L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.bar<sup>-1</sup>)

LED Light Emitting Diode

LGC Laboratoire de Génie Chimique MES Matière En Suspension (g.L<sup>-1</sup>)

MVS Matière Volatile en Suspension (g.L<sup>-1</sup>)

Nombres de flocs de taille supérieure au mode initial avant cisaillement Nt Nombre de flocs de taille supérieure au mode initial après cisaillement

P Périmètre mouillé (m)
Pl Membrane Plane

PMS Produits Microbiens Solubles PTM Pression TransMembranaire

 $Q_g$  Débit d'air  $(m^3.h^{-1})$   $Q_p$  Flux de perméat  $(m^3.h^{-1})$ 

Q<sub>purge</sub> Débit de purge des boues (mL.j<sup>-1</sup>)

r Coordonnée radiale (m) rpm rotation per minute

Résistance de la membrane (m<sup>-1</sup>)

Aération pour le décolmatage dans les bioréacteurs à membranes immergées pour le traitement des eaux usées : impact sur le milieu biologique et la filtration

Re Nombre de Reynolds

REC Résine Echangeuse de Cations RNG Re-Normalisation Group  $S_m$  Surface membranaire  $(m^2)$  $S_r$  Section du module  $(m^2)$ 

SAD<sub>m</sub> Demande Spécifique en Aération en m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> d'air par m<sup>2</sup> de surface membranaire SAD<sub>p</sub> Demande Spécifique en Aération en m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> d'air par m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> de perméat produit

SPE Substances Polymériques Extracellulaires

STEP Station d'Epuration t Temps (s, min ou h)

T Température de l'air ou au sein du procédé (°C)

TSH Temps de Séjour Hydraulique (h)

U Vitesse de bulle (m.s<sup>-1</sup>)

 $U_{\infty}$  Vitesse terminale de bulle en fluide stagnant (m.s<sup>-1</sup>)

U<sub>g</sub> Vitesse superficielle de gaz (m.s<sup>-1</sup>)
U<sub>1</sub> Vitesse superficielle de liquide (m.s<sup>-1</sup>)

U<sub>m</sub> Vitesse de mélange (m.s<sup>-1</sup>)

Volume filtré lors des tests de résistance spécifique (m<sup>3</sup>)

VOF Volume OF Fluid

VIP Vélocimétrie par Images de Particules

z Coordonnée axiale (m)

#### Lettres grecques

| α               | Résistance spécifique (m.kg <sup>-1</sup> )                                   |
|-----------------|---|
| $lpha_{ m g}$   | Fraction volumique de gaz   |
| $\alpha_{ m l}$ | Fraction volumique de liquide   |
| $\alpha_{i}$    | Fraction volumique du fluide i  |
| Ϋ́              | Gradient de cisaillement (s <sup>-1</sup> )                                   |
| $\Delta P$      | Différence de pression imposée lors des tests de résistance spécifique (Pa)   |
| η               | Viscosité dynamique (Pa.s)  |
| ρ               | Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )   |
| $ ho_{ m g}$    | Masse volumique du gaz (kg.m <sup>-3</sup> )                                  |
| $\rho_{l}$      | Masse volumique du liquide (kg.m <sup>-3</sup> )                              |
| μ               | Viscosité dynamique (Pa.s)  |
| υ               | Viscosité cinématique (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )                      |
| 3               | Taux de dissipation de l'énergie cinétique turbulente                         |
| τ               | Contrainte de cisaillement (Pa)   |
| $\tau_0$        | Contrainte de cisaillement seuil (Pa)   |
| Φ               | Densité de fibres   |
| Ω               | Surface de membrane pour les tests de résistance spécifique (m <sup>2</sup> ) |

## Introduction

L'augmentation du niveau de vie de l'ensemble de la population mondiale s'accompagne d'une plus grande consommation d'eau par habitant, que cela concerne l'usage domestique, ou plus indirectement les besoins engendrés par les activités agricoles ou industrielles. La problématique de l'eau présente également un aspect qualitatif. Le développement des activités de production entraîne une difficulté croissante à traiter les eaux et à gérer l'impact des rejets sur l'environnement. Les polychlorobiphényles (PCB) par exemple, bien qu'interdits depuis 1987 en France, ont fait parler d'eux ces dernières années notamment avec la médiatisation des problèmes de pollution dans le Rhône. Plus récemment de nouveaux composés ont fait l'objet d'une attention croissante avec la prise en compte des polluants émergents comprenant entre autres les perturbateurs endocriniens ou les pesticides. Cette prise de conscience se traduit par des actions prises au niveau législatif : le 31 janvier 2012 la Commission Européenne a publié une proposition de directive sur les substances prioritaires dans le domaine de l'eau pour compléter la directive cadre sur l'eau (2000/60/CE). Cette proposition a pour objectif principal d'ajouter quinze substances chimiques (parmi lesquelles des produits chimiques industriels, des médicaments et des résidus de pesticides) à la liste des trente-trois polluants qui sont surveillés et contrôlés dans les eaux de surface de l'Union Européenne.

Dans ce contexte de réglementations de plus en plus contraignantes et de besoins croissants en eau il est nécessaire de développer des technologies plus performantes en termes de qualité de traitement comme de coûts si nous souhaitons conserver le même mode de vie.

Le Bioréacteur A Membranes (BAM) est une des solutions qui se développent pour répondre à ces attentes. C'est un procédé de traitement des eaux usées couplant traitement biologique et séparation membranaire. L'utilisation de membranes permet de fournir une qualité d'eau mieux maîtrisée mais aussi très élevée, sous réserve du choix de seuil de coupure. Le procédé est donc intéressant pour la réutilisation des eaux avec des applications ne nécessitant pas l'utilisation d'eau potable comme l'irrigation ou le recyclage dans certaines industries, ce qui rend le fonctionnement en circuit quasi-fermé possible. De plus la compacité du BAM et sa faible emprise au sol le rendent particulièrement adapté aux zones à forte pression foncière. Ces avantages confèrent au procédé un potentiel de développement conséquent dans les régions connaissant un stress hydrique important (Australie, Espagne, Italie, Israël, Californie, Floride...) mais également dans les zones géographiques où la densité d'urbanisation est élevée (Chine, Japon, Singapour...).

Le procédé est encore peu utilisé, notamment à cause de son coût élevé. Les eaux usées de 2 millions d'Européens (soit 0,5 % de la population) sont traitées par les BAM mais la tendance est à la hausse avec une croissance annuelle du marché mondial de plus de 10 %. Récemment la Commission Européenne a décidé de promouvoir le développement de cette technologie en finançant quatre projets (AMEDEUS, EUROMBRA, MBR-TRAIN et PURATREAT) entièrement dédiés à la recherche, au développement, à la capacité de construction et au transfert de technologie concernant ce procédé prometteur. Environ 50 entreprises et institutions européennes et internationales ont activement été impliquées dans ces quatre projets. Elles ont joint leurs efforts et coordonné leurs actions grâce à la création du cluster « MBR-Network ». Le budget total de ces quatre projets est de 15 M euros dont 9 M euros financés par la Commission Européenne. Ils représentent la plus grande initiative coordonnée de recherche sur les BAM depuis le développement du procédé dans le début des années 90.

En 2009 la configuration immergée inventée par le professeur Yamamoto fêtait ses 20 ans d'anniversaire. Plus de 20 ans d'utilisation peuvent sembler longs en termes d'amélioration. Cependant, le procédé est encore loin d'être maîtrisé. Les connaissances sur les membranes ont grandement évolué, ce qui a permis de développer des matériaux très performants, adaptables dans une large gamme d'utilisation, et à bas prix, rendant le BAM compétitif en termes de coûts d'investissement. Toutefois son fonctionnement reste complexe. Il nécessite une maintenance conséquente et des coûts opératoires élevés, dûs notamment à un problème majeur : le colmatage membranaire. C'est un phénomène très complexe résultant de nombreuses interactions physico-chimiques et biologiques entre les boues d'épuration et le matériau membranaire. La principale solution pour le limiter est l'injection d'air à proximité des membranes. C'est le poste de dépense énergétique le plus important du procédé. L'aération pour le décolmatage des membranes peut représenter jusqu'à 50 % de la consommation énergétique totale.

Ce coût opératoire élevé est un verrou pour le plus grand développement des BAM. Pour diminuer ces dépenses il est primordial de comprendre comment l'aération impacte sur le colmatage. Elle permet de créer des conditions hydrodynamiques favorables au décolmatage, notamment en induisant des turbulences, du cisaillement à la paroi membranaire et le mouvement de fibres creuses lorsque ce sont les membranes utilisées. Toutefois de nombreux travaux concernant l'étude de l'hydrodynamique ont été réalisés avec des suspensions synthétiques qui n'ont pas permis de prendre en compte l'effet de l'aération sur le milieu biologique. De récents travaux menés sur des boues réelles ont montré une possible déstructuration des agrégats microbiens causée par le cisaillement imposé aux boues.

Le travail présenté dans cette thèse concerne ce dernier point. Il a pour but de quantifier l'impact de l'aération sur les performances de filtration dans les gammes de paramètres opératoires utilisées sur stations réelles avec un intérêt particulier pour l'influence de l'hydrodynamique sur les caractéristiques du milieu biologique.

Le premier chapitre récapitule, au travers d'une synthèse bibliographique, les résultats des travaux scientifiques sur le colmatage dans les BAM, l'influence des paramètres de filtration et d'aération sur les performances du procédé ainsi que les mécanismes induits à l'échelle locale par l'injection d'air susceptibles d'avoir un rôle sur le colmatage.

Le second chapitre décrit les moyens utilisés pour réaliser les travaux de recherche : installation pilote, membranes, techniques de caractérisation des boues, acquisition et traitement des images, simulations numériques...

Le troisième chapitre présente l'étude réalisée sur l'installation pilote qui a fonctionné avec des eaux usées réelles. Deux campagnes ont été menées avec des réglages de paramètres opératoires différents. Pour chacune d'entre elles les résultats de filtration (variations de Pression TransMembranaire) ainsi que les variations de propriétés des boues (avec un focus sur les tailles de flocs et les substances polymériques extracellulaires) ainsi que de l'eau d'entrée sont détaillés.

Le quatrième chapitre concerne la caractérisation de l'écoulement gaz/liquide dans les modules membranaires utilisés. Les vitesses de bulles ont été déterminées grâce à des images acquises avec une caméra rapide. Elles ont servi de base à la réalisation de simulations numériques dans le but de déterminer le cisaillement dans les boues. Ces résultats sont finalement comparés à ceux obtenus expérimentalement avec des manipulations de

déstructuration contrôlée des boues via l'outil rhéologique qui ont permis de déterminer l'impact du cisaillement sur les propriétés des boues activées.

Enfin les conclusions et les perspectives à cette étude sont exposées.

Partie 1 : Bibliographie

Le Bioréacteur A Membranes (BAM) est un procédé de traitement des eaux usées qui combine traitement biologique et séparation physique par filtration membranaire en une seule étape. Il a de nombreux avantages par rapport au procédé à Boues Activées conventionnel (BA) : robustesse, capacité d'adaptation à de fortes variabilités des eaux d'entrée, qualité de perméat mieux contrôlée, gestion indépendante des temps de rétention solide et liquide, fonctionnement à plus haute concentration en Matière En Suspension (MES) (Judd, 2008)... Le procédé a généré un réel intérêt scientifique et plus de 800 articles scientifiques traitant des BAM pour le traitement des eaux usées ont été publiés entre 1997 et 2007 (Van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008). Le BAM est un procédé plus complexe que le BA : il nécessite la maintenance des membranes et un plus grand investissement matériel tout en ayant de plus forts coûts opératoires. Cette technologie connaît cependant un développement important depuis quelques années notamment grâce à la bonne qualité de l'eau produite. Frost et Sullivan (2008) prédisent une augmentation du marché mondial de 296 millions de dollars en 2008 à 488 millions en 2013 avec un taux de croissance annuel de 10,5% alors qu'en 1990 ce marché ne représentait qu'un million de dollars.

Le colmatage membranaire reste toutefois un des principaux facteurs limitant l'utilisation des BAM. C'est un point clef pour le développement du procédé et le nombre de publications liées à ce sujet ne cesse d'augmenter depuis les dernières années (Figure 1-1)

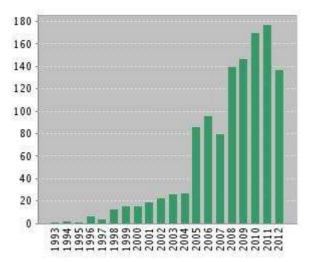


Figure 1-1: Nombre de publications traitant du sujet "bioreactor membrane fouling" depuis 1993 (ISI Web of Knowledge, septembre 2012)

L'autre point clef est le matériau membranaire. La grande variété de matériaux membranaires et l'utilisation répandue des BAM induisent un grand nombre d'interactions avec les polluants et les composés des boues créant un besoin de recherche sur les matériaux membranaire « anti-colmatage ». Toutefois le coût des modules membranaires et donc les coûts d'investissement matériel ont largement diminué ces dernières années avec des prix inférieurs à 50 \$.m<sup>-2</sup> (Judd, 2006 dans Kraume et Drews, 2010). L'énergie nécessaire au fonctionnement du procédé, notamment en ce qui concerne le décolmatage des membranes, a donc pris une place prépondérante dans les coûts totaux de fonctionnement (Figure 1-2). Les coûts de traitements ont baissé de 89 à 7,5 c.m<sup>-3</sup> entre 1992 et 2005. Dans le même temps la proportion impliquée par le changement de membranes dans ces coûts est passée d'environ à 80 à 15 % alors que celle liée aux dépenses énergétique a augmenté de 10 à 40 %.

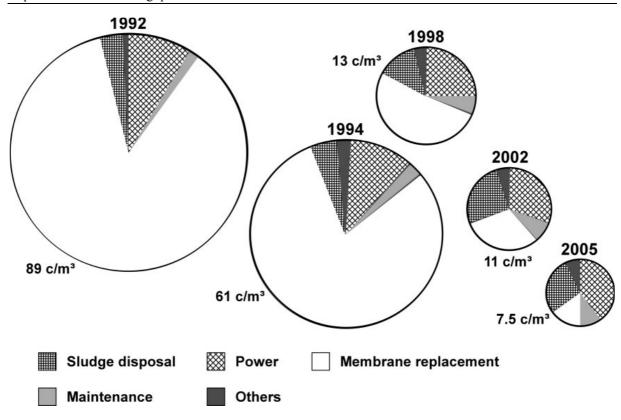


Figure 1-2: Evolution des coûts opératoires et de maintenance (Kraume et Drews, 2010)

La gestion des conditions hydrodynamiques dans les BAM est une solution pour limiter le colmatage. Une technique qui a fait ses preuves est l'injection d'air dans les modules membranaires. Toutefois cette aération peut représenter une part importante des dépenses énergétiques nécessaires au bon fonctionnement du procédé, particulièrement dans les Bioréacteurs A Membranes Immergées (BAMI) (Gil et al., 2010, Fenu et al., 2010a). L'utilisation de l'injection d'air pour l'amélioration des procédés membranaires a fait l'objet d'une review en 2003 (Cui et al., 2003). Depuis cette publication des progrès ont été fait dans la compréhension des phénomènes induits par l'aération. Par exemple, la caractérisation locale des écoulements diphasiques dans les BAM est désormais plus précise grâce à l'utilisation de techniques comme la Vélocimétrie par Images de Particules (VIP) ou la Mécanique des Fluides Numériques (nous utiliserons par la suite l'abréviation CFD pour Computational Fluid Dynamics en anglais). Des exemples concernant cette dernière technique illustreront les différentes parties de ce chapitre « bibliographie », son utilisation pouvant se faire tant à l'échelle du réacteur en ce qui concerne le design qu'à l'échelle locale avec l'évaluation de contraintes de cisaillement par exemple.

Les effets des matériaux et des caractéristiques des membranes sur le colmatage ainsi que ceux des différentes propriétés des boues ont récemment été « reviewés » (Le-Clech *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2009; Drews, 2010) et ne seront donc pas abordés dans cette bibliographie. Celle-ci s'inscrit dans la suite de la publication de Cui *et al.* (2003), traitant de l'amélioration des performances des procédés membranaires grâce à l'injection d'air, avec un focus sur les BAM et certaines spécificités propres aux fibres creuses (mouvement, densité et arrangement de fibres) qui est le type de membrane que nous avons utilisée. Cette bibliographie a pour objectif principal de situer les recherches effectuées au cours de cette thèse dans un contexte général. Elle regroupe les études menées de la naissance du procédé aux dernières avancées qui ont été réalisées. Certains travaux ayant un intérêt plus technique

seront eux cités directement dans les chapitres concernant les résultats dans le but d'expliquer les méthodes utilisées (modèle CFD par exemple) et comparer les résultats obtenus avec ceux de la littérature sur des points précis (différence de vitesse de bulle eau/boues par exemple). Les généralités sur le procédé ainsi que les travaux traitant de l'homogénéité et de l'impact des paramètres de filtration sur le colmatage sont présentés dans un premier temps. L'effet global de l'aération sur les performances du procédé est ensuite décrit. Enfin la dernière partie

phénomènes qu'elle induit sur le colmatage. La Figure 1-3 récapitule les paramètres considérés dans la bibliographie. Ceux qui sont en bleu seront considérés dans la partie 2 «Filtration dans les BAMI », en vert dans la partie 3 « Aération dans les BAMI – Echelle macroscopique » et en rouge dans la partie 4 « Aération

dans les BAMI - Echelle locale ».

de la bibliographie concerne les effets de l'aération à l'échelle locale et de l'influence des

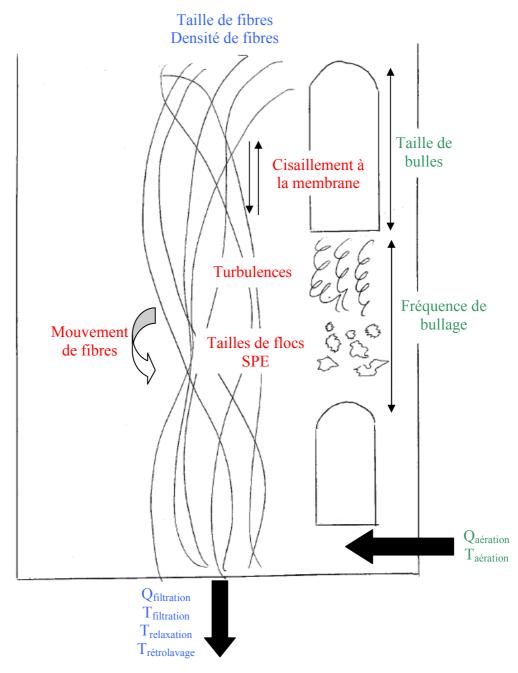
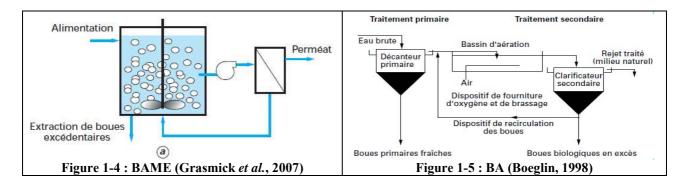


Figure 1-3 : Paramètres considérés dans les différentes parties de la bibliographie

#### 1. Présentation générale du procédé

Le BAM a été développé simultanément par Dorr Oliver (USA) et Rhône Poulenc (France) à la fin des années 1960. Le bassin de décantation réalisant la séparation physique de la biomasse dans les BA est remplacé par un module membranaire. La première configuration de BAM utilisée était à boucle externe (Bioréacteur A Membranes Externes ou BAME) et est présentée sur la Figure 1-4 en comparaison d'un BA en Figure 1-5. Le procédé BAM est à comparer avec l'ensemble bassin d'aération/clarificateur secondaire du BA.



Les boues activées circulent à grande vitesse dans le module membranaire qui se trouve à l'extérieur du bioréacteur. Pour réaliser la filtration tangentielle de la suspension bactérienne, de fortes pressions (1 à 4 bars) et des vitesses importantes (de 0,5 à 4 m.s<sup>-1</sup>) lui sont imposées. Bien que les BAME permettent d'obtenir des flux de filtrats élevés (de 50 à 120 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>), les fortes dépenses énergétiques occasionnées, le coût des membranes et leur rapide perte de perméabilité ont modéré le développement de ce procédé. En 1989 une nouvelle configuration est proposée : les membranes sont alors situées à l'intérieur du bioréacteur (Yamamoto *et al.*, 1989) et nous parlerons de Bioréacteur A Membranes Immergées (BAMI). La configuration est présentée sur la Figure 5.

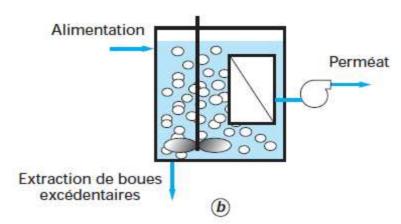


Figure 1-6: Schéma représentatif d'un BAMI (Grasmick et al., 2007)

L'énergie nécessaire au fonctionnement d'un BAMI est moindre. Au lieu de mettre la suspension sous pression, les boues sont aspirées et le travail se fait en dépression. Les Pressions TransMembranaires (PTM) imposées ne dépassent généralement pas 0,5 bar. La filtration se fait de manière frontale dans un BAMI et le principal poste de dépense est l'aération nécessaire au décolmatage des membranes, qui peut atteindre 50 % des coûts opérationnels. Les flux de perméat dans les BAMI sont plus faibles que dans les BAME, variant entre 15 et 50 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>. Les BAMI restent cependant très avantageux au niveau des

besoins en énergie. Une variante de cette configuration est en train de devenir dominante : le BAMI Externalisé (BAMIE) ou BAM semi-externe. Le terme de BAM en filtration semi-frontale est également employé. Le principe est similaire à celui d'un BAMI sauf que le module membranaire n'est pas dans le réacteur mais dans un carter extérieur dans lequel circule la suspension bactérienne. Le module membranaire est ainsi isolé ce qui facilite la maintenance. Les vitesses de circulation restent très faibles pour ne pas déstructurer les boues, avec un ordre de grandeur des ratios débit de filtration/débit de circulation de 1/4 (Lorain *et al.*, 2010). Les travaux présentés dans cette thèse ont été réalisé dans cette configuration de BAM.

Il est important de rappeler la distinction entre les types d'effluents à traiter, qui est généralement faîte entre effluents urbains et effluents industriels (Elskens, 2010) :

- Les Eaux Résiduaires Urbaines (ERU) proviennent principalement des différents usages domestiques de l'eau. Elles sont essentiellement porteuses de pollution organique. Elles se répartissent en (i) « eaux ménagères » (salles de bains et cuisines), qui sont généralement chargées de détergents, de graisses, de solvants, de débris organiques, etc. et (ii) « eaux vannes » comprenant les rejets des toilettes. Ces dernières sont chargées de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux.
- Les Eaux Résiduaires Industrielles (ERI) sont très différentes des eaux usées domestiques, leurs caractéristiques variant d'une industrie à l'autre. En plus des matières organiques, elles peuvent contenir des substances dangereuses telles que micropolluants organiques et minéraux. Dès lors, une politique d'assainissement des ERI est importante car les effluents chargés en pollution ne sont pas toujours compatibles avec le système d'épuration public destiné à l'assainissement des effluents urbains. Enfin, la présence d'éléments indésirables peut dégrader la qualité des boues d'épuration et interdire leur valorisation en agriculture.

Alors que les rejets domestiques présentent des caractéristiques relativement peu variables (exemple de caractéristiques d'une ERU normalement concentrée donné dans le Tableau 1-1), l'extrême diversité des rejets industriels nécessite une investigation propre à chaque type d'industrie et souvent le recours à des procédés d'épuration spécifiques. Il est donc fondamental pour le traitement des ERI d'être parfaitement informé sur les procédés de fabrication et l'organisation des circuits (Delporte, 2007).

Tableau 1-1 : Concentrations moyennes d'une ERU brute normalement concentrée en entrée de station

| (Rapport FNDAE 28, p 8) |                                     |         |  |  |  |  |
|-------------------------|-------------------------------------|---------|--|--|--|--|
| Paramètres              | Concentration (mg.L <sup>-1</sup> ) |         |  |  |  |  |
| Matières organiques     | DCO                                 | 700-800 |  |  |  |  |
|                         | DBO5                                | 300-350 |  |  |  |  |
|                         | MES                                 | 250-300 |  |  |  |  |
|                         | Lipides                             | 80-100  |  |  |  |  |
| Matières minérales      | MM                                  | 30      |  |  |  |  |

DCO: Demande Chimique en Oxygène, DBO5: Demande Biologique en Oxygène (mesurée au bout de 5 jours), MM: Matières Minérales

Ainsi les différents types de BAM seront utilisés en fonction des effluents à traiter. Si la configuration externe induit des coûts de fonctionnement élevés, peu compatibles avec le traitement de flux d'eaux importants et peu concentrés comme le sont les ERU, elle peut être tout à fait adaptée au traitement d'effluents industriels concentrés car elle autorise, dans certains cas, des compacités importantes (Grasmick *et al.*, 2007). Notre étude concerne le traitement d'ERU. Les BAMI étant largement utilisés pour le traitement des effluents domestiques, c'est la configuration BAMIE qui a été retenue.

Judd (2008) recense les principaux avantages des BAM par rapport aux BA : les membranes ont des tailles de pores comprises entre 0,1 et 0,01 µm, ce qui permet de retenir la totalité de

la Matière En Suspension (MES) ainsi que certaines bactéries et virus présents dans les boues. La Figure 1-7 présente la rétention de divers types de particules en fonction des seuils de coupure des membranes. La qualité de l'eau à la sortie d'un BAM est donc mieux contrôlée qu'après un décanteur.

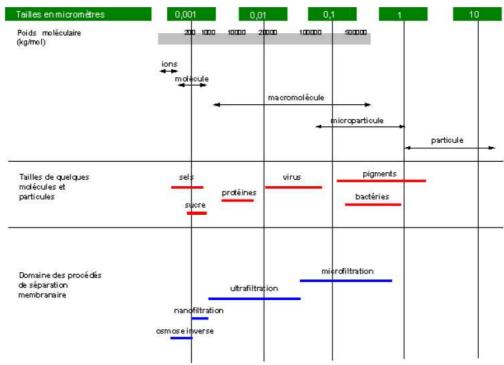


Figure 1-7: Les domaines de séparation membranaire (ADEME, 2006)

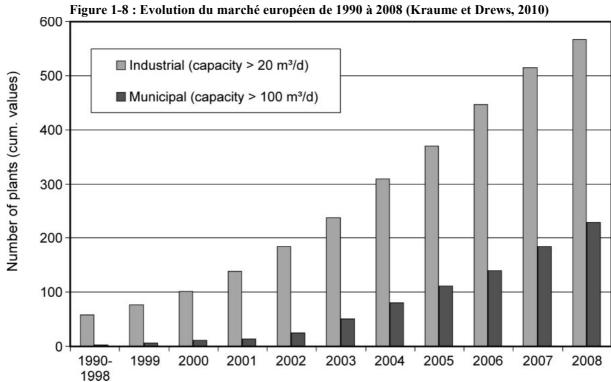
L'indépendance des temps de rétention solide et hydraulique est également un avantage important des BAM. Dans un BA, la séparation solide se fait par sédimentation. Elle dépend donc de la croissance des flocs jusqu'à une taille suffisante (environ 50 µm) pour pouvoir décanter. Un temps de rétention hydraulique suffisamment long est donc nécessaire au bon fonctionnement du procédé. Dans un BAM les particules retenues sont celles dont la taille et la nature correspondent à la sélectivité induite par le choix des membranes.

Des concentrations en MES supérieures à 10g.L<sup>-1</sup> sont fréquemment trouvées pour des BAM, se situant approximativement dans une gamme de 8-18g.L<sup>-1</sup> (Drews, 2010). Dans les BA elles n'excèdent pas les 3 g.L<sup>-1</sup>. Les BAM permettent donc soit de travailler à charge massique plus faible si le volume du bioréacteur est le même, soit de gagner en compacité si l'on travaille à même charge massique que dans un BA. La rétention totale de solides en suspension (MES) permet aussi d'atteindre de grands âges de boues (AB). Les organismes à faible croissance (nitrifiants) ont ainsi la possibilité de se développer et la pollution azotée est mieux traitée. Enfin les BAM ont une moins grande empreinte au sol : étant donné que le bassin de décantation est remplacé par un module membranaire il n'y a plus besoin que du bioréacteur ce qui implique une surface au sol moindre.

Lesjean et Huisjes (2008) ont étudié l'évolution du marché européen jusqu'en 2005. Il apparaît clairement que depuis 2002 c'est un secteur en fort développement en Europe, avec plus de 20 nouvelles installations municipales chaque année et plus de 50 pour le traitement d'eaux industrielles. Cependant les installations industrielles sont de plus petites tailles avec des capacités moyennes de 180 m³.j⁻¹ contre 2500 m³.j⁻¹ pour les installations municipales. Ainsi en 2005 bien que le secteur municipal concernait un nombre plus faible d'installations, il représentait environ cinq fois la surface membranaire utilisée dans le secteur industriel. En

calculant les parts de marché par rapport aux surfaces membranaires installées, il ressort que le secteur municipal représente 75 % du marché sur la période 2003-2005 malgré le plus petit nombre d'installations.

Une étude ultérieure complète cette analyse avec des données pour les années suivantes (Figure 1-8) et donne un taux de croissance pour le secteur municipal de 30 nouvelles installations par an entre 2004 et 2005 et de 45 entre 2006 et 2008 (Kraume et Drews, 2010). Cette croissance est due aux avancées techniques qui ont permis de rendre le procédé viable pour des stations municipales de grandes tailles, notamment avec l'introduction et la commercialisation de la configuration immergée.



Xiang *et al.* (2010) ont réalisé un travail similaire sur le marché chinois qui est important dans le domaine. C'est également le secteur municipal qui représente la plus grande part de marché avec 57 %, celle du secteur industriel atteignant 41%. Les stations utilisant des BAM arrivent à de fortes capacités : la station sur la rivière Kunyu à Beijing traite 100 000 m³ d'eau quotidiennement. Cette technologie connaît un essor considérable en Chine puisque le taux de croissance annuel du marché des BAM est de quasiment 100 %, soit 10 fois plus que pour le

marché mondial.

Les BAM ont tout de même certains inconvénients et il ne faut pas généraliser l'idée selon laquelle ils vont rapidement être amenés à supplanter les BA. Un travail récent résume bien la position globale du procédé sur le marché du traitement des eaux (Lesjean *et al.*, 2011). Des recherches ont montré que grâce à sa compacité, les coûts d'investissement des BAM sont comparables à ceux des BA (Côté *et al.*, 2005 dans Lesjean *et al.*, 2011). Toutefois malgré une augmentation annuelle du marché mondial des BAM de 10 % dans les 10 dernières années, les BAM traitent les eaux usées de seulement 2 millions de personnes en Europe, soit 0,5 % de la population (Huisjes *et al.*, 2009 dans Lesjean *et al.*, 2011). Malgré les améliorations des dernières années de nombreux facteurs limitent l'expansion du procédé :

- Les coûts opératoires plus élevés liés aux besoins énergétiques (environ 0,2 kWh/m³ de plus que les BA). Étant données les prévisions qui donnent les coûts énergétiques à

la hausse ainsi que la tendance globale de réduction de gaz à effet de serre, ce facteur énergétique va devenir un désavantage conséquent pour le BAM comparé à d'autres options techniques à moins d'une percée technologique significative.

- Le risque opératoire des BAM est élevé. Des dommages irréversibles peuvent être causés au procédé du fait du caractère non prévisible du colmatage avec une éventuelle prise en masse des modules membranaires. Cela entraîne un besoin important de maintenance et de personnel qualifié pour le nettoyage et le remplacement des membranes.
- La qualité de l'eau produite est généralement bien supérieure aux standards requis en ce qui concerne les eaux usées traitées. Cela peut tout de même devenir un avantage étant donné le stress hydrique qui favorise les traitements de haute qualité pour la réutilisation d'eau. C'est le cas dans des régions confrontées à un manque d'eau comme l'Australie, l'Espagne, la Californie et certains pays du Golfe. Le BAM doit cependant faire face à d'autres traitements tertiaires (filtration membranaire, filtration sur sable ou micro-tamis) qui sont souvent plus compétitifs sur des stations de taille importante (Lesjean *et al.*, 2004 dans Lesjean *et al.*, 2011).

Les défis pour le BAM sont donc de réduire les coûts énergétiques et de limiter les risques opératoires liés à l'utilisation du procédé. Malgré l'augmentation annuelle du marché au niveau mondial, le BAM ne remplacera probablement pas de manière systématique les BA ni à court ni à moyen terme. Cependant des applications plus spécifiques, comme le besoin en réutilisation d'eau, l'adaptation à des charges fluctuantes, ou encore le besoin de faible emprise au sol dans les zones à forte pression foncière, représentent des opportunités de développement. La capacité à optimiser les paramètres opératoires du procédé et à faciliter sa gestion sera déterminante dans la compétition avec les autres options technologiques.

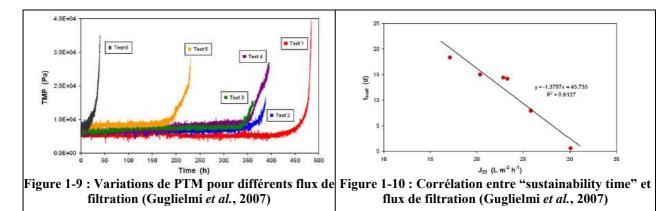
#### 2. Filtration dans les BAMI

Le flux de filtration a été souvent reporté comme le paramètre principal contrôlant les performances de filtration (Germain *et al.*, 2005 ; Gui *et al.*, 2002 ; Metzger *et al.*, 2007). La meilleure façon de gérer l'hydrodynamique pour limiter le colmatage est loin d'être triviale et plusieurs concepts ont été crées et développés pour cela. Ils ont déjà été « reviewés » (Pollice *et al.*, 2005 ; Bacchin *et al.*, 2006). Un des plus importants est le flux critique (Field *et al.*, 1995) en-dessous duquel aucune diminution du flux de filtration n'apparaît avec le temps (si l'on travaille à pression constante). En pratique, cette diminution existe toujours, des pertes de perméabilités pouvant apparaître à flux de filtration nul avec le développement de biofilm à la surface de la membrane (Zhang *et al.*, 2006), mais elle reste extrêmement faible en-dessous du flux critique.

Les mécanismes de colmatage lors de l'opération à flux constant sont habituellement décrits en trois étapes (Le-Clech *et al.*, 2006 ; Zhang *et al.*, 2006) qui sont représentées sur la Figure 1-9:

- Une rapide et courte augmentation de la PTM : « conditioning fouling ». De fortes interactions, parmi lesquelles l'adsorption, entre la surface de la membrane et les colloïdes, incluant les Substances Polymériques Extracellulaires (SPE), sont à l'origine du colmatage initial et du blocage de pores. Les SPE seront décrites plus en détail dans la partie concernant l'effet de l'hydrodynamique sur le milieu biologique (Partie 1 4.3.3).
- Une longue période durant laquelle la PTM augmente lentement : colmatage doux et stable. Les particules se déposent à la surface de la membrane et forment un gâteau de filtration. La durée de cette seconde étape, également appelée "sustainability time", dépend du flux de filtration (Guglielmi *et al.*, 2007) (Figure 1-10).

- Une très forte augmentation de PTM : saut de PTM. Pendant l'étape décrite précédemment la perméabilité n'est pas beaucoup influencée mais le colmatage ne se fait pas de manière uniforme. Certaines zones sont soumises à un fort colmatage à cause des hétérogénéités de flux sur les surfaces membranaires. C'est un phénomène qui s'auto-accélère ce qui entraîne un colmatage exponentiel. Le saut de PTM pourrait également être causé par des changements rapides dans le biofilm développé sur la membrane (Hwang *et al.*, 2008).



Ces mécanismes mettent en évidence l'importance qu'à l'homogénéité de la filtration vis-à-vis du colmatage. C'est un problème qui peut être lié à des considérations de design (densité de fibres notamment) et ces deux aspects seront abordés dans cette partie. Les solutions de séquençage de la filtration pour limiter le colmatage seront également présentées.

#### 2.1. Homogénéité de filtration

Un inconvénient important lié à l'utilisation de fibres creuses est la perte de charge causée par la succion de perméat à l'intérieur de celles-ci. La PTM est plus importante à la sortie d'une fibre (là où le perméat est aspiré). Il s'ensuit un flux local plus important dans cette zone qui peut devenir supérieur au flux critique et va donc conduire à un colmatage plus rapide (Chang et al., 2002). Pour maintenir un flux constant une augmentation de la PTM est nécessaire mais le colmatage va alors se répartir le long de la fibre (Yoon et al., 2004). Ce mécanisme est décrit sur la Figure 1-11 (Yu et al., 2003).

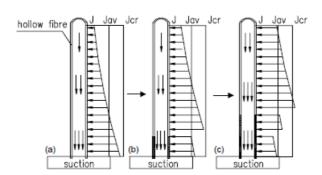


Figure 1-11: Hétérogénéité de flux le long d'une fibre en fonction du temps, avec J flux local,  $J_{av}$  flux moyen et  $J_{cr}$  flux critique (Yu et al., 2003)

Il est donc essentiel de limiter les pertes de charges axiales le long des fibres pour éviter une répartition inégale de la filtration et un colmatage plus rapide. Les pertes de charges seront d'autant plus élevées que le diamètre des fibres sera petit et leur longueur importante. Nous aurions donc tendance à favoriser des fibres courtes à gros diamètre. Toutefois comme nous le

verrons dans la Partie 1 4.1 cela peut avoir un effet négatif sur le mouvement des fibres et donc sur le décolmatage. De même l'utilisation de fibres à gros diamètre réduira la compacité du procédé et en général un compromis sera à trouver pour optimiser les performances de l'installation.

L'hétérogénéité de flux influence également la filtration à l'échelle du module/faisceau. La contribution individuelle de chaque fibre aux performances de filtration a été estimée expérimentalement dans un module développé pour cette application particulière (Yeo *et al.*, 2006). Le module est un carré avec 3 fibres de 1 mm de diamètre externe sur chaque côté et une en son centre, chaque fibre étant espacée de 0,5 mm (plus proche distance entre les surfaces) ce qui correspond à une densité de fibre dans le faisceau d'approximativement 35 %. Dans cette configuration il a été montré qu'un écart type (exprimé sur des valeurs normées par rapport au flux moyen, la description du calcul est présentée dans Yeo et Fane, 2005) entre flux individuels supérieur à 0,2 entraînait une augmentation de la PTM conséquente.

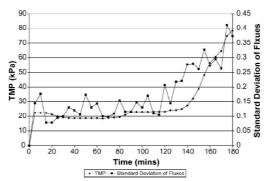


Figure 1-12: Variation de PTM en fonction des écarts de flux individuels (Yeo et al., 2006)

Pour expliquer les hétérogénéités de flux et les mauvaises performances de la fibre centrale deux mécanismes ont été proposés : "la résistance du faisceau", qui est liée à la résistance mécanique des fibres sans filtration, et "la compétition pour le perméat", qui résulte de l'effet négatif de la filtration par les fibres voisines qui vient s'opposer à celle de la fibre centrale. Les auteurs ont montré que "la compétition pour le perméat" a un effet prédominant sur "la résistance du faisceau" envers les performances de filtration. Ils suggèrent donc que l'utilisation de nombreuses sous-unités espacées pourrait améliorer le fonctionnement du procédé. Encore une fois cela sera à équilibrer avec la perte de compacité qui devra rester raisonnable.

Dans un travail plus récent, un système a été développé pour contrôler cette mauvaise répartition des flux à l'échelle d'un module (Wicaksana et al., 2009). Le dispositif de filtration était composé de cinq faisceaux représentant les différentes régions du module, chacun comprenant dix fibres creuses. Des sondes d'Anémométrie à Température Constante (ATC) ont été utilisées pour estimer la vitesse du perméat à la sortie de chaque faisceau. Le but du dispositif était de tester l'efficacité de l'aération. Le dispositif a permis de montrer que les performances globales du système (augmentation de PTM) étaient moins bonnes pour une aération non homogène qui induisait une mauvaise répartition des flux de filtration. Les résultats obtenus sont détaillés de manière précise dans la Partie 1 3.4. Ce travail montre d'une part l'importance de l'homogénéité des conditions hydrodynamiques, influencée par les interactions entre aération, colmatage et filtration, d'autre part il met en valeur l'intérêt de développer des systèmes de contrôle locaux du type de celui décrit ici (capteurs ATC) pour détecter le colmatage local, le blocage et également les pannes de système d'aération.

#### 2.2. Densité de fibres

La densité de fibres correspond sur une section de module à la proportion de la surface occupée par les fibres par rapport à celle du module. Elle varie donc entre 0 et 1 (ou 0-100 %). Un autre paramètre évoqué concernant le design est la compacité (ou surface spécifique) qui donne la surface filtrante par volume de module (m<sup>2</sup><sub>fibres</sub>.m<sup>-3</sup><sub>module</sub>).

Le fait que les hétérogénéités de flux au sein des faisceaux de fibres influencent les performances de filtration implique que la densité de fibres joue un rôle important vis-à-vis du fonctionnement du procédé. Une densité de fibres trop grande (57 fibres.cm<sup>-2</sup> avec un diamètre externe de 0,72 mm soit une densité de fibres d'environ 24 %) peut causer un colmatage rapide (Choksuchart Sridang *et al.*, 2005). Diviser la densité de fibres par 10 a permis d'atteindre des taux de colmatage plus viables. Le procédé est toutefois moins compact, la surface membranaire par unité de volume du réacteur étant plus petite et sortant des gammes industrielles. Les données constructeurs fournissent un ordre de grandeur sur le matériel utilisé sur station, avec des compacités de 270-500 et 199 m<sup>2</sup> fibres.m<sup>-3</sup> module ce qui correspond à des densités de fibres de 48-54 et 38 % pour des modules Polymem et Zenon respectivement.

Dans un dispositif de filtration de fibres creuses immergées, la diminution de la densité de fibre de 44 à 28 % a permis une nette amélioration (Yeo et Fane, 2005). Ces meilleurs résultats ont été expliqués par la façon dont le gâteau de filtration se développe sur une fibre. A plus haute densité de fibres, il va y avoir plus de zones stagnantes dans lesquelles le cisaillement à la surface des fibres va être plus faible et le colmatage se fera rapidement. Certaines fibres peuvent se coller ensemble si leurs gâteaux s'épaississent trop et fusionnent. Ces fibres vont ensuite se colmater plus rapidement que les autres, avec une prise en masse du gâteau de filtration (« clogging ») comme on peut le voir sur la Figure 12. Ce phénomène a été observé tôt dans l'étude de la filtration de boues activées (Kiat *et al.*, 1992).



Figure 1-13: Prise en masse de biomasse au sein d'un faisceau de fibres (Lebegue et al., 2008)

Le développement des outils numériques et de la CFD a permis d'aller plus loin dans la compréhension de ce problème. La CFD fournit des valeurs caractérisant les écoulements qui seraient très difficiles à mesurer expérimentalement, avec un temps et un coût réduits (par exemple pour un écoulement de liquide à travers les pores d'une membrane). Elle a été souvent utilisée pour modéliser les procédés membranaires et a fait l'objet d'une review (Ghidossi *et al.*, 2006). Récemment un modèle a été développé sous COMSOL multiphysics

pour étudier l'influence de la densité de fibres sur la filtration par une modélisation du faisceau basée sur le modèle à surface libre de Happel (Günther *et al.*, 2010). Les profils de pressions obtenus pour les côtés perméat et rétentat sont présentés sur la Figure 1-14. La condition aux limites imposée était une pression de 0,8 bar du côté rétentat au niveau de l'extraction de perméat et une pression nulle en bout de fibre côté perméat. Le flux de filtration a ensuite été calculé et comparé avec des résultats expérimentaux (Figure 1-15).

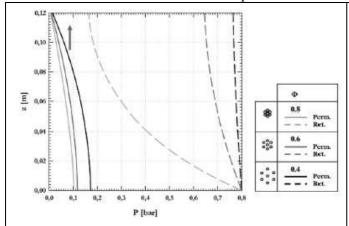


Figure 1-14 : Profils de pression côtés perméat et rétentat en fonction de la densité de fibres (Günther *et al.*, 2010)

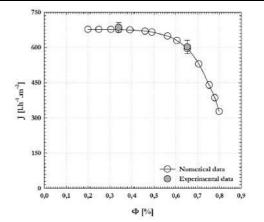


Figure 1-15: Influence de la densité de fibre sur les performances de filtration (Günther *et al.*, 2010)

L'augmentation de la densité de fibres a entraîné une distribution hétérogène de PTM, et donc de flux de filtration, le long des fibres, ce qui a causé une forte diminution du flux de filtration par surface membranaire. Un équilibre doit être trouvé entre une plus grande surface de filtration (et la plus grande production de perméat qui en découle) et la perte de performance par élément de surface. Dans ce cas-là une densité de fibres comprise entre 0,5 et 0,6 (au niveau du coude sur la Figure 1-15) donnerait le meilleur compromis.

Le module modélisé dans le travail présenté précédemment était un arrangement parfait de cylindres réguliers et l'effet d'une distribution aléatoire des fibres n'a pas été pris en compte. C'est pourtant un facteur important étant donné que l'hétérogénéité des flux joue un rôle prépondérant dans le colmatage. A notre connaissance cela n'a pas encore était fait pour les BAM mais quelques publications traitent de cette approche appliquée aux contacteurs membranaires dont les résultats pourraient être étendus aux BAM. Pour développer cette méthode la tesselation de Voronoi a souvent été utilisée (Rodgers et Long Jr, 1997; Wu et Chen, 2000; Wang *et al.*, 2003; Zheng *et al.*, 2003). Des lignes droites sont tracées entre des voisins de telle sorte qu'ils soient équidistants (Figure 1-16). Par conséquent chaque fibre est dans une cellule polygonale et l'espace entier est pris en compte.

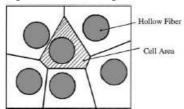


Figure 1-16: Exemple de tesselation de Voronoi (Wu et Chen, 2000)

Les modèles ont montré que la distribution aléatoire des fibres avait un effet conséquent sur la mauvaise distribution des flux dans les contacteurs membranaires. De plus une augmentation de la densité de fibres a induit une diminution des coefficients de transfert de masse. La prise en compte de la distribution aléatoire des fibres sera donc un moyen de gérer les conditions hydrodynamiques dans les modules de fibres creuses de manière plus précise et de définir une

densité de fibre optimale en fonction de la configuration du BAM et de la régularité de distribution qu'il est possible d'obtenir.

#### 2.3. Séquençage de la filtration, rétrolavage et relaxation

La plupart des articles mentionnés dans ce paragraphe sont référencés dans le Tableau 1-3 qui récapitule les principales variables considérées sur les installations étudiées. Il faut préciser que la plupart des résultats présentés ont été obtenus avec des effluents synthétiques ce qui peut écarter les résultats de la réalité du terrain en modifiant les mécanismes de colmatage à cause de plusieurs paramètres comme la forme sous laquelle les substances modèles ont été obtenues, la nature chimique de l'effluent, l'absence d'une matrice solide dans ces modèles, l'influence du pH ou des ions sur les agrégats de polymères modèles et les modifications des propriétés (taille d'agrégat ou concentration) au cours des expériences (Drews, 2010).

Plusieurs solutions existent pour limiter le colmatage via le séquençage de la filtration et la gestion de ses paramètres : le rétrolavage, l'arrêt intermittent de la filtration (ou relaxation) et des séquences de filtration avec des flux variant au cours du temps.

Le rétrolavage consiste à inverser le flux de perméat dans le but de limiter le colmatage membranaire. Cette méthode permet de retirer le gâteau de filtration et d'éloigner les substances colmatantes. Elle nécessite un arrêt de la production et l'utilisation de perméat qu'il faudra filtrer une nouvelle fois. Pour maintenir la production de perméat, il sera donc nécessaire d'augmenter les flux de filtration instantanés ce qui aura un effet inverse, favorisant le colmatage. Le rétrolavage est une solution pour limiter le colmatage mais reste cher en énergie et risquée pour l'intégrité des membranes étant les donnés les flux importants qui sont imposés en rétrolavage (supérieur à 30 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> sur les travaux référencés dans le Tableau 1-3).

L'introduction de temps de relaxation avec arrêt de la filtration permet d'améliorer le rétrotransport de matière en arrêtant le flux convectif vers la membrane. Les substances colmatantes attachées à la membrane de manière non-irréversible peuvent rétrodiffuser grâce au gradient de concentration (Le-Clech et al., 2006). Les études ne s'accordent pas sur l'efficacité de cette technique. Hong et al. (2002) sont parvenus à améliorer les performances de leur BAMI en utilisant une filtration intermittente. Le fait que la relaxation soit plus efficace que la filtration continue a été confirmé ultérieurement (Wu et al., 2008a). Dans la configuration étudiée la relaxation a permis de contrôler le colmatage en réduisant le gâteau de filtration qui avait une contribution non négligeable sur le colmatage. Cependant des temps de relaxation longs et fréquents peuvent être la cause d'un colmatage accru du fait des flux instantanés importants requis pour maintenir la production d'eau traitée (Metzger et al., 2007). Plusieurs modes de filtration (continu, relaxation et rétrolavage) ont été testés avec le même flux de filtration moyen (20 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>). Les flux instantanés ont été de 22 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pour les séquences incluant des temps de relaxation et de 25 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> lorsqu'il y avait rétrolavage. La résistance de la partie supérieure du gâteau de filtration (principalement constituée de flocs faiblement liés et de Produits Microbiens Solubles (PMS, ces substances font partie des SPE et sont décrites plus en détail dans la partie 4.3.3) dépendait fortement des flux de filtration instantanés et de la compression de cette couche qui en résultait. Les taux de colmatage ont donc été plus forts pour la relaxation et encore pire pour le rétrolavage que pour le mode continu. Pour comprendre les différences entre ces deux dernières études, il est important de noter les différences de conditions opératoires. En effet bien que les flux instantanés utilisés soient très proches, avec des flux de filtration compris entre 20 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> et 22 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> en fonction du séquençage, de nombreuses différences qui peuvent expliquer la divergence dans les conclusions de ces travaux sont récapitulées dans le Tableau 1-2.

Tableau 1-2 : Comparaison de deux études sur les effets du séquençage

| 1 I |  |  |  |  |  |  |  |
|---|--|--|--|--|--|--|--|
| Etude   | Metzger et al. (2007)  | Wu et al. (2008a)  |  |  |  |  |  |
| Volume (L)  | 30   | 7  |  |  |  |  |  |
| $MES(g.L^{-1})$   | 5,5  | 9-10   |  |  |  |  |  |
| Protéines PMS   | $3,3 \text{ mg.L}^{-1}$<br>$1,2 \text{ mg.L}^{-1}$                               | $25-30 \text{ mg}_{\text{COD}}.\text{L}^{-1}$              |  |  |  |  |  |
| Polysaccharides PMS   | 1,2 mg.L <sup>-1</sup>   | 23-30 mg <sub>COD</sub> .L                                 |  |  |  |  |  |
| Méthode extraction SPE liées  | Na-OH formaldéhyde   | Chauffage  |  |  |  |  |  |
| Protéines SPE liées   | 45,9 mg.g <sup>-1</sup> <sub>MVS</sub>   | 55.70 mg g <sup>-1</sup>                                   |  |  |  |  |  |
| Polysaccharides SPE liées   | 45,9 mg.g <sup>-1</sup> <sub>MVS</sub><br>22,9 mg.g <sup>-1</sup> <sub>MVS</sub> | $55-70 \text{ mg}_{\text{COD}}.\text{g}^{-1}_{\text{MVS}}$ |  |  |  |  |  |

COD : Carbone Organique Dissous

Nous pouvons voir que les différences sont nombreuses en ce qui concerne la configuration des installations (volume de réacteur), les propriétés des boues (concentration en MES et en PMS) ainsi que sur le choix des méthodes d'extraction des SPE (les concentrations ne sont donc pas comparables). La comparaison de ces deux études est un bon exemple de la large gamme de conditions opératoires et de méthode de caractérisation qu'il est possible de trouver dans la littérature scientifique. Ces différences mettent en valeur la difficulté de comparer les travaux et de tirer des conclusions généralisables.

Une autre solution dans la gestion du colmatage via les paramètres opératoires est l'utilisation de séquences de filtration avec des flux variant au cours du temps. Metzger *et al.* (2007) ont testé un mode mixte avec différents flux de filtration : 40 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pendant 80 s et 20 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pendant 340 s. Ils ont trouvé que ce mode présentait le plus fort taux de colmatage, comparé aux modes continu, avec relaxation et avec rétrolavage, à cause des flux de filtration instantanés plus importants. Au contraire Wu *et al.* (2008b) ont trouvé que cette technique permettait d'améliorer les performances. Ils ont testé plusieurs séquences avec dans un premier temps de forts flux imposés (40-60 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) suivis par des périodes de filtration plus douce (10,3-22,3 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) pour plusieurs durées, en gardant le même flux moyen (20 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>). Ces modes mixtes se sont révélés plus efficaces que les modes conventionnels, avec une séquence optimale de 120 s de filtration à 60 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> suivie de 290 s à 10,3 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>. Les auteurs ont suggéré qu'un gâteau de filtration agissant comme un filtre de SPE solubles était formé durant l'étape de filtration à flux élevé. Ensuite le colmatage était plus doux et cette couche restait peu compacte, ce qui signifie qu'elle pouvait être enlevée durant la période de rétrolavage avec les PMS retenus.

Tableau 1-3: Influence du séquençage sur les performances de filtration

| Volume de réacteur (L) Surface membranaire (m²) | Type<br>d'effluent                | J<br>J <sub>b</sub><br>(L.m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) | SS<br>(g.L <sup>-1</sup> ) | Séquençage :<br>filtration/relaxation/<br>rétrolavage | Observations  | Références     |
|---|-----------------------------------|--|----------------------------|---|---|----------------|
| 3,5<br>Pl<br>0,106                              | Eau usée<br>synthétique           | 10-25  | 6,8-8,8                    | 8 min /15 s-4 min/ -                                  | Augmentation exponentielle du taux de colmatage résiduel avec la diminution du temps de relaxation. Colmatage éliminé en filtrant en-dessous du flux critique (22 L.m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) avec un temps de relaxation de 4 min pour 8 min de filtration.   | Chua           |
| 3,5<br>Pl<br>0,106                              | Eau usée synthétique              | 10-28  | 6,8-21,1                   | 8 min /2 min/ -                                       | Fonctionnement sur le long terme permis grâce à la filtration intermittente. Combiné avec l'aération cela a permis le fonctionnement du BAM au-dessus du flux critique avec un débit variable.  | Howell<br>2004 |
| 30<br>FC<br>0,3                                 | Eau usée<br>synthétique           | 20-40<br>34  | 5,5                        | Continu<br>220 s / 20s /-<br>220 s /-/ 20 s           | Mode continu le plus efficace grâce aux flux instantanés plus faibles qu'il a induit. Forte influence de ceux-ci sur la formation de la couche supérieure du gâteau de filtration ainsi que sa compression.   |                |
| 7<br>FC<br>0,25                                 | Eau usée<br>synthétique           | 20-34<br>30-50   | 9-10                       | Continu<br>220-480 s / 20-40 s<br>20-40 s             | Relaxation plus efficace que le rétrolavage grâce aux plus faibles flux instantanés induits. Elle a aussi été plus efficace que la filtration continue pour des flux instantanés proches. Enlèvement du gâteau de filtration, et, dans une moindre mesure, du colmatage irréversible (PMS) permis grâce à la relaxation. Cependant inefficace contre l'obstruction des pores. | Wu<br>2008a    |
| 230<br>FC<br>0,9                                | Eau usée<br>domestique<br>tamisée | 20<br>39   | 6,6-6,8                    | 5-60 min/-/<br>0-20 s                                 | Résistance du gâteau de filtration diminuée d'un facteur 1.63 avec une séquence optimale de 15 s de rétrolavage toute les 10 min de filtration. Séquences efficaces dans la réduction du colmatage lié au gâteau de filtration et au blocage de pores.  | Yigit          |
| 57,6<br>Pl<br>0,7                               | Eau usée<br>synthétique           | 16.7-33.3  | 7,4                        | 10 min/<br>2-10 min/-                                 | Flux critique déterminé par la méthode "pas à pas" à 44-47 L.m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> . Mode continu plus efficace à cause des flux instantanés plus faibles qu'il a induit. Forts flux instantanés ont entraîné une plus forte résistance due à l'obstruction des pores et donc un plus fort taux de colmatage.  | Wu             |

SS: Solides en Suspension FC: Fibre Creuse, Pl: Plane J: flux de filtration, J<sub>b</sub>: flux de rétrolavage

#### 2.4. Bilan sur l'influence des paramètres de filtration

S'il est connu que le flux de filtration joue un rôle non négligeable sur la filtration, de récents travaux ont mis en valeur l'importance de la distribution du flux sur la surface membranaire envers les performances de filtration. Cette mauvaise distribution le long des fibres creuses a été détectée rapidement dans l'utilisation du procédé. Plus récemment ce phénomène a été étudié à l'échelle des faisceaux de fibres. La gestion du colmatage passe par un contrôle local de l'homogénéité des flux de filtration et donc de l'hydrodynamique. Cela peut être fait en amont en jouant sur le design du procédé avec l'utilisation de modèles en CFD et en aval grâce au développement de systèmes de contrôle locaux comme celui présenté employant des capteurs ATC.

Le séquençage de la filtration est également une solution pour améliorer le fonctionnement des BAM. Bien que le flux de filtration moyen soit à prendre en compte pour des raisons économiques, il semble que ce soit le flux de filtration instantané qui impacte réellement sur la filtration. A flux de filtration moyen donné, celui-ci dépendra des temps respectifs de filtration, relaxation et rétrolavage et du flux de rétrolavage. Ainsi bien que le rétrolavage puisse s'avérer très efficace pour réduire le colmatage sur le court terme, il nécessite des flux de filtration instantanés plus élevés pour maintenir la production d'eau traitée ce qui risque d'être dommageable à plus long terme. L'introduction de temps de relaxation présente généralement un intérêt mais le Tableau 1-3 montre que les conditions opératoires varient de manière importante d'une étude à l'autre ce qui peut entraîner des résultats contradictoires (par exemple avec les travaux de Metzger et al., (2007) et Wu et al., (2008a) sur l'efficacité de la relaxation). A une échelle plus grande il faut garder à l'idée qu'étant données les différences qu'il est possible de trouver dans les méthodes de caractérisation des boues (SPE, fractionnement...) et les variations de gamme sur de nombreux paramètres entre les différentes études, la comparaison des travaux est délicate. Il reste donc difficile de dégager des tendances généralisables et l'efficacité du séquençage de la filtration va dépendre de chaque configuration de BAM et des paramètres opératoires utilisés mais aussi grandement de la composition de la pollution entrante (et de la qualité de boues induite). Ce type de manipulation au cas par cas reste cependant primordial dans une optique de dimensionnement d'installations industrielles.

### 3. Aération dans les BAMI – Echelle macroscopique

Dans la section précédente les paramètres hydrodynamiques permettant de contrôler le colmatage ont été présentés. L'injection d'air peut apporter une amélioration supplémentaire aux performances des BAM. Mais il est tout d'abord important de faire la différence entre les systèmes d'aération qu'il est possible de trouver dans le procédé. L'aération dans les BAM a trois rôles principaux : fournir de l'oxygène à la biomasse, maintenir les boues activées en suspension et limiter le colmatage membranaire. La plupart du temps l'aération pour la biomasse et pour le décolmatage sont séparées. En effet s'il est préférable d'utiliser des fines bulles (~mm) pour améliorer le transfert d'oxygène avec les microorganismes, la discussion sur la taille et la fréquence des bulles permettant de générer des turbulences et des contraintes de cisaillement à la membrane plus importantes et donc plus efficaces pour améliorer la filtration reste ouverte. Par la suite lorsque nous parlerons d'aération cela concernera celle qui est liée à la limitation du colmatage.

Pour donner un exemple de l'effet bénéfique de l'aération, une des premières études dédiée à ce phénomène a montré qu'un écoulement combiné de gaz et de liquide donnait de meilleurs résultats qu'un écoulement uniquement liquide avec une plus grande vitesse (Chang et Fane, 2001).

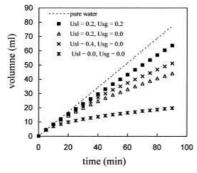


Figure 1-17: Influence du bullage sur la filtration (Chang et Fane, 2001)

La Figure 1-17 présente le volume de perméat produit après 90 min de filtration dans un BAMI à fibres creuses. U<sub>sl</sub> et U<sub>sg</sub> sont respectivement les vitesses superficielles de liquide et de gaz (m.s<sup>-1</sup>). Ce volume a été supérieur de 20-30 % avec bullage comparé à l'écoulement monophasique ce qui montre l'effet bénéfique de l'injection d'air.

Une des premières études sur les dépenses énergétiques dans les BAM a montré la part importante de l'aération dans ces dépenses, qui représentait 90 % des coûts énergétiques totaux pour les systèmes immergées (Gander *et al.*, 2000). Plus récemment les principaux paramètres opératoires des BAMI ont été récapitulés par Melin et *al.* (2006) après comparaison de plusieurs études. Ils ont trouvé une valeur de consommation énergétique par unité de volume de perméat produit comprise entre 0,2 and 0,4 kWh.m<sup>-3</sup> avec des contributions respectives de 80-90 % pour l'aération des membranes et de 10-20 % pour le pompage et l'extraction du perméat. Ces valeurs d'énergie et de part d'aération dans la consommation totale peuvent varier d'une étude à l'autre et seront abordées plus en détail.

L'utilisation de l'injection d'air dans les BAM a fait l'objet de nombreux travaux de recherche mais elle reste un paramètre clef pour l'amélioration du procédé compte tenu des fortes consommations énergétiques qu'elle requiert. Cette section constitue un récapitulatif des travaux réalisés sur ce sujet et les principaux paramètres abordés seront : les débits de gaz, les caractéristiques des bulles (vitesse, taille et fréquence), la conception des systèmes d'aération et l'homogénéité de l'hydrodynamique induite.

### 3.1. Paramètres caractéristiques et énergie

En plus du débit d'air injecté,  $Q_g$  (m³.s<sup>-1</sup>), l'aération dans les BAM est quantifiée à l'aide des paramètres suivants :

• Intensité d'aération ou vitesse superficielle de gaz Ug (m.s<sup>-1</sup>):

$$U_g = \frac{Q_g}{S_r}$$
 Équation 1-1

Où  $S_r$  est la surface de la section dans lequel l'écoulement à lieu (m²). Ce paramètre est usuel pour la plupart des écoulements gaz/liquide, d'autres paramètres sont spécifiques aux BAM et fréquemment utilisés dans la littérature:

• Demande Spécifique en Aération en m<sup>3</sup> air.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> membrane :

$$SAD_m = \frac{Q_g}{S_m}$$
 Équation 1-2

• Demande Spécifique en Aération en m³<sub>air.</sub>m⁻³<sub>perméat</sub>:

$$SAD_p = \frac{Q_g}{S_m \times J} = \frac{Q_g}{Q_p}$$
 Équation 1-3

Où  $Q_g$  et  $Q_p$  sont respectivement les débits de gaz et de perméat  $(m^{-3}.h^{-1})$ , J est le flux de perméat  $(L.m^{-2}.h^{-1})$ ,  $S_m$  est la surface de la membrane  $(m^2)$ .

La  $SAD_p$  est particulièrement utilisée par les industriels. Elle permet d'estimer la demande énergétique spécifique de l'aération utilisée pour le décolmatage ( $E_a$ , en kWh.m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub>) pour produire du perméat et constitue donc un indicateur direct des performances énergétiques des BAM. Pour un système d'aération donné à profondeur et donc pression hydrostatique fixe, la  $SAD_p$  est directement liée à la demande énergétique spécifique de l'aération membranaire (Judd, 2006) :

$$E_a = k \times SAD_p \quad \text{Équation 1-4}$$
 où 
$$k = \frac{pT\lambda}{1.73 \times 10^5 \, \varsigma(\lambda - 1)} \left[ \left( \frac{1000 \, y + p}{p} \right)^{\left( 1 - \left( \frac{1}{\lambda} \right) \right)} - 1 \right] \quad \text{Équation 1-5}$$

où p est la pression d'entrée de l'aérateur en Pa; T est la température de l'air en K;  $\varsigma$  est l'efficacité de l'aérateur;  $\lambda$  est le ratio de la capacité calorifique à pression constante de l'air et de la capacité calorifique à volume constant de l'air, supposé constant  $(c_p/c_v \sim 1,4$  pour les gaz diatomiques) et y est la profondeur de l'aérateur en m.

Dans la plupart des BAM à échelle industrielle, la SAD<sub>P</sub> dépasse généralement 10 et peut atteindre 50 (Judd, 2008). Pollet (2009) rassemble des valeurs similaires sur installations grandeur réelle avec la plupart des valeurs comprises entre 10 et 25 avec un maximum de 65. Les valeurs données par le même auteur sont beaucoup plus étalées à l'échelle pilote, allant de 0,002 à 280. La comparaison entre les travaux nécessitera une description très précise du contexte expérimental. En général les données fournies dans les travaux publiés permettent de calculer la SAD<sub>m</sub> ou U<sub>g</sub>. Ces valeurs seront utilisées en supplément du débit d'air Q<sub>g</sub> pour comparer les résultats des divers travaux. Ces paramètres fournissent des informations pour quantifier la demande énergétique nécessaire au fonctionnement du procédé mais il est également utile d'avoir en tête des ordres de grandeur des coûts énergétiques dans les BAM. Ceux-ci ont été évalués à l'échelle semi-industrielle (Gil et al., 2010) sur un BAMI composé de 10 membranes planes représentant une surface totale de 16 m<sup>2</sup>. Deux flux de filtration ont été testés avec valeurs de 19 et 25 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pour lesquels les demandes en énergie étaient respectivement de 6,06 et 4,88 kWh. m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub>. Dans chaque cas l'aération grosse bulle a représenté la plus grosse part d'énergie consommée avec une contribution d'environ 50 %. Ces coûts de fonctionnement relativement importants ont été attribués à l'échelle pilote utilisée qui n'est pas conçue pour être économiquement viable.

Une évaluation similaire sur un BAMI grandeur nature (bassin de filtration de 240 m³ et surface membranaire de 10 160 m²) a également montré que les grosses bulles représentait une part importante de la consommation énergétique totale mais dans une moindre mesure (35 %) (Fenu *et al.*, 2010a). Cependant les auteurs ont noté que le procédé de filtration dans son ensemble (chauffage électrique, extraction de perméat, nettoyage des réacteurs sur place et les compresseurs pour l'activation des vannes) était très coûteux en énergie avec 56 % de la consommation totale et que ce point devait également être pris en compte pour l'amélioration du procédé. Le BAMI a présenté un coût de production de 0,64 kWh.m⁻³ perméat ce qui était supérieur au coût d'un BA fonctionnant dans la même ville (0,19 kWh. m⁻³ perméat) mais inférieur à des valeurs que les auteurs ont trouvé dans la littérature pour des BAMI grandeur réelle, comprises entre 0,8 et 1,2 kWh. m⁻³ perméat.

Une gamme un peu plus étendue a été donnée dans une review sur l'état des lieux sur les BAM pour le traitement des eaux usées avec des consommations énergétiques comprises entre 0.5 et 2.5 kWh. m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub> (Van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008). Les auteurs précisent que cette consommation peut être deux fois supérieure à celle de BA (l'article a été rédigé en

2007) mais qu'un BAM doit être comparé avec un système qui produit la même qualité d'effluent.

En plus de comparer les BAM avec d'autres procédés, les BAM devraient être comparés entre eux. Les coûts énergétiques de chaque équipement constituant un BAM ont été évalués pour le développement d'une simulation benchmark (Maere *et al.*, 2011). Les auteurs ont calculé des valeurs respectives de 0,019 et 0,025 kWh.Nm<sup>-3</sup><sub>air</sub> pour les grosses bulles et les fines bulles. En comparaison la dépense énergétique de pompage a été fixé à 0,075 kWh.m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub> en se basant sur des valeurs de BAM grandeur réelle à Nordkanal (De Wever *et al.*, 2009). Les variations pouvant être liées aux variations de flux de filtration ou de colmatage n'ont pas été prises en compte. Les facteurs énergétiques de pompage pour les recirculations ont été fixés à 0,0075 kWh.m<sup>-3</sup> en se basant sur les mêmes travaux (De Wever *et al.*, 2009) et ceux pour l'apport de l'effluent à traiter à 0,05 kWh.m<sup>-3</sup>.

Le même ordre de grandeur a été donné par Racault *et al.* (2010) en ce qui concerne l'aération dans les installations municipales : ils ont trouvé une gamme de consommation énergétique comprise entre 0,013 and 0,024 kWh.Nm<sup>-3</sup><sub>air</sub> pour trois BAMI à fibres creuses et de 0,008 kWh.Nm<sup>-3</sup><sub>air</sub> sur une installation à membranes planes. Dans ces travaux une part de l'énergie utilisée pour le décolmatage des membranes servait également à l'oxygénation de la biomasse.

Cette disparité souligne la difficulté d'estimer les coûts énergétiques dans les BAMI. Les coûts spécifiques peuvent être deux fois plus importants d'une installation à l'autre et aucune valeur référence ne peut être fournie. Cependant les travaux mentionnés donnent un bon ordre de grandeur de ces coûts. Lesjean *et al.* (2011) rappellent qu'il est important de connaître la méthodologie considérée pour ces calculs : mesure effective ou estimée à partir des spécifications du matériel ; consommation prise en compte pour la totalité de la station (traitement des boues...), pour l'étape de traitement biologique (de la pompe de gavage à celle de soutirage du perméat) ou seulement pour la filtration ; consommation considérée pour un fonctionnement sous conditions nominales ou avec variations de charge... Nous pourrons retenir une valeur de demande en énergie spécifique de 1 kWh.m<sup>-3</sup> perméat en dessous de laquelle de nombreuses installations de taille importante se situent en moyenne annuelle, cette valeur étant plus élevée pour les installations de plus petite taille notamment lorsqu'elles fonctionnent avec un flux de filtration inférieur au flux nominal et/ou lorsque les conditions opératoires des systèmes biologiques et de filtration ne sont pas optimisées (Lesjean *et al.*, 2011).

Ces travaux mettent également en valeur la part conséquente de l'aération dans la consommation énergétique des BAM et l'importance de comprendre son impact sur le fonctionnement du procédé pour en améliorer les performances.

### 3.2. Efficacité de l'injection d'air : influence du débit d'air

Le débit d'air Q<sub>g</sub> est un paramètre basique pour le contrôle de l'aération. Il a un impact notoire sur le colmatage et il doit être optimisé pour limiter les coûts de fonctionnement. De nombreux travaux ont été réalisés pour comprendre son impact dans les BAMI et le Tableau 1-4 compare quelques publications en mettant l'accent sur les paramètres opératoires des procédés étudiés.

### 3.2.1. Mise en évidence d'un palier d'efficacité

Ueda *et al.* (1997) ont trouvé que l'injection d'air réduisait le colmatage dans leur BAMI jusqu'à un débit critique (0,7 m³.min⁻¹) correspondant à une SAD<sub>m</sub> de 0,25 m³.m⁻².h⁻¹. Audelà de cette valeur l'augmentation du débit d'air n'avait plus aucun effet sur la PTM ce qui était lié à l'efficacité d'enlèvement du gâteau de filtration. Quand Chua *et al.* (2002) ont filtré une suspension avec une concentration en solides en suspension volatiles (MVS) de 15 g.L⁻¹,

le taux de colmatage a décru exponentiellement avec une augmentation de la vitesse superficielle de gaz de 0,02 to 0,15 m.s<sup>-1</sup>. Delgado *et al.* (2008) ont obtenu un comportement similaire du taux de colmatage en fonction de l'intensité de cisaillement elle-même liée au débit d'air.

Dans une autre étude pour une concentration en MVS de 17,15 g.L<sup>-1</sup> et une augmentation de la vitesse superficielle de gaz de 0,02 à 0,22 m.s<sup>-1</sup>, le flux critique est passé de 10 à 23 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> (Howell *et al.*, 2004). Cependant on retrouve encore la diminution de l'efficacité de l'aération avec l'augmentation du débit d'air, la perte de performances est illustrée par la Figure 1-18.

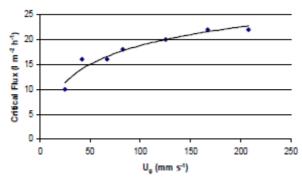


Figure 1-18: Variation du flux critique avec la vitesse superficielle de gaz (Howell et al., 2004)

Ces résultats montrent l'existence d'une valeur critique de débit d'air au-delà de laquelle peu, voire aucune amélioration sur la filtration n'est atteinte.

## 3.2.2. Influence de la concentration en MES et du flux de filtration sur l'efficacité de l'aération

Germain *et al.* (2005) ont trouvé, pour le flux moyen de perméat, une valeur de transition comprise entre 16,5 et 22 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> à partir de laquelle l'influence de l'aération sur le colmatage variait de manière importante dans un BAMI à fibres creuses. La gamme de flux testée allait de 5,5 à 33 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> et celle de concentration en MES de 4,3 à 13,5 g.L<sup>-1</sup>. En-dessous de cette valeur de transition, aucun impact significatif de l'aération sur le colmatage n'a été observé alors qu'au-dessus de celle-ci une forte aération a été nécessaire pour maintenir de faibles taux de colmatage à de fortes concentrations en MES (Figure 1-19).

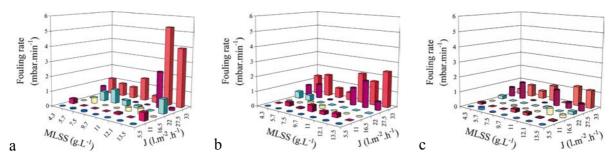


Figure 1-19: Taux de colmatage en fonction de la concentration en MES et du flux de filtration pour des intensités d'aérations de 0,07 (a), 0,10 (b) et 0,13 (c) m.s<sup>-1</sup> (Germain *et al.*, 2005)

Gui *et al.* (2002) ont testé l'aération avec des concentrations en MES de 10 et 1 g.L<sup>-1</sup> dans un BAMI à fibres creuses. Son effet n'a été observé que pour la plus forte concentration. De même, Lu *et al.* (2008) n'ont observé un effet des variations de paramètres de bullage que lorsque la concentration en levure qu'ils ont filtré a augmenté de 3 g.L<sup>-1</sup> à 5 g.L<sup>-1</sup>. Cela signifierait que l'influence de l'injection d'air augmente lorsque les conditions opératoires favorisent le colmatage (fort flux de filtration, forte concentration en MES).

Il est également important de noter que certains travaux ont rapporté un effet négatif de l'aération. Dans un SMBR alimenté en eaux usées synthétiques, une forte aération (800 L.h<sup>-1</sup>, SAD<sub>m</sub> de 8 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) a entraîné la détérioration des flocs et le relargage de colloïdes ainsi que de solutés (Meng *et al.*, 2008). Cet impact négatif de l'aération sur les boues a été étudié dans d'autres travaux et sera discuté dans les Partie 1 4.3.2 et Partie 1 4.3.3. Dans un module de fibres creuses tendues filtrant une suspension de levures de boulanger, Martinelli *et al.* (2010) ont trouvé que le débit d'air local (débit d'air redéfini en ne prenant en compte qu'une zone proche de la membrane, à 5 cm) augmentait la résistance de colmatage et réduisait donc les performances de leur dispositif de filtration. Cela a été expliqué par le fait que l'écoulement liquide horizontal induit par les bulles augmentait avec le débit d'air et augmentait la probabilité que les particules rencontrent la couche de filtration et contribuent au colmatage. Il est cependant important de noter que la concentration en MES était relativement faible avec une valeur de 0,56 g.L<sup>-1</sup> contre environ 10 g.L<sup>-1</sup> pour les travaux cités précédemment.

Cela confirmerait le fait que l'aération est plus efficace lorsque les conditions opératoires induisent un fort colmatage, avec un effet négligeable voire négatif lorsque les concentrations en MES sont très faibles.

Tableau 1-4 : Effet de l'injection d'air et des conditions opératoires sur les performances de filtration

| rableau 1-4: Effet de l'injection d'air et des conditions operatoires sur les performances de intration |                                |  |                             |   |  |   |                    |
|---|--------------------------------|--|-----------------------------|---|--|---|--------------------|
| Volume de réacteur (L)  | Surface<br>membranaire<br>(m²) | J<br>(L.m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) | MES<br>(g.L <sup>-1</sup> ) | Ug<br>(m <sup>3</sup> .m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> ) | SAD <sub>m</sub> (m <sup>3</sup> .m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) | Observations  | Référence          |
| 21400   | FC<br>88                       | 7,9-15,4                                   | 8-12                        | 0,0068-0,0102   | 0,20-0,75  | Enlèvement du gâteau influencé par les variations de vitesse.<br>Effet bénéfique de l'augmentation du débit d'air sur l'enlèvement du gâteau jusqu'à un seuil critique au-delà duquel aucun effet n'était plus observé.   | Ueda<br>1997       |
| 3.5   | P1<br>0.106                    | 10-28                                      | 6,8-16,5                    | 0,018-0,23  |  | Augmentation exponentielle du colmatage membranaire avec l'augmentation de J et la diminution de $U_g$ . Colmatage contrôlé même à de forts J avec adaptation de $U_g$ .  | Chua<br>2002       |
| 93,5  | FC<br>4                        | 3-10                                       | 1-10                        | 0,0062-0,043  |  | J est le facteur clef. Aération plus efficace pour de fortes concentrations en MES. Corrélation trouvée entre colmatage, flux critique, débit d'air et concentration en MES.  | Gui<br>2002        |
| 9   | Pl<br>0.1                      | 16,9                                       | 8-10                        | 0,005-0,025   |  | Existence d'un plateau de vitesse tangentielle avec l'augmentation de l'intensité d'aération (max de $0,69~\text{m.s}^{-1}$ pour $U_g$ de $0,017~\text{m.s}^{-1}$ )   | Sofia<br>2004      |
| 12700   | FC<br>42                       | 5,5-33                                     | 4,3-13.5                    | 0,07-0,13   |  | Taux de colmatage majoritairement influencé par J alors que l'aération membranaire avait le moins d'effet. Existence d'un flux de transition entre 16.5 et 22 L.m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> au-delà duquel une forte aération est nécessaire pour maintenir un colmatage faible. | Germain<br>2005    |
| 12  | FC<br>0.1                      | 6-60<br>P constante<br>3.97 kPa            | 6                           |   | 1,5-8  | Une aération trop faible ne permet pas d'enlever les colmatant alors qu'une aération forte induit le cassage des flocs à cause du fort cisaillement imposé. Forte augmentation du colmatage liée aux petites tailles de particules.   | Meng<br>2008       |
| 950   | FC<br>66,9-69,7                | 24-44                                      | 8-12                        |   | 0,12-0,46  | Diminution exponentielle du ratio de colmatage avec l'augmentation de l'intensité d'aération. Indépendance entre les effets de l'intensité d'aération et de J sur les ratios de colmatage.  | Nywening 2009      |
| 90  | FC<br>0,032                    | 50   | 0,56                        |   | 0,26-3,12  | Faible cisaillement induit par l'injection d'air (0,25 Pa). Le débit d'air local est le facteur clef. Augmentation du transport de particules vers la membrane et donc du colmatage liés aux écoulements liquide horizontaux causés par l'injection d'air.                            | Martinelli<br>2010 |

FC: Fibres Creuses, Pl: Plane

Certaines valeurs de ce tableau ont été calculées à partir de valeurs extrapolées depuis des graphiques inclus dans les travaux mentionnés ou reportés de ces graphiques dans un objectif de synthèse

#### 3.3. Bullage

Nous avons vu dans la Partie 1 3.2 l'influence du débit d'air sur le colmatage. Ce débit induit une configuration de l'écoulement gaz/liquide (tailles et vitesses de bulles, vitesses de liquide...) qui dépend de la configuration de BAMI utilisée (taille et position d'aérateur...). Le nombre de densité  $\rho$  permet de faire le lien entre débit d'air et taille de bulles (en considérant une taille unique, ce qui n'est évidemment pas le cas en pratique). Il est exprimé comme le ratio du nombre de bulles (N<sub>b</sub>) sur le débit d'air (Wicaksana *et al.*, 2006) :

$$\rho = \frac{N_b}{Q_g} = \frac{1}{V_b}$$
 Équation 1-6

où  $V_b$  est le volume d'une bulle  $(m^3)$  et  $Q_g$  est le débit d'air  $(m^3.s^{-1})$ . Cette densité est proportionnelle au (rayon de bulle)<sup>-3</sup> et on peut voir que diviser la taille de bulle par 2 revient à multiplier le nombre de bulle par 8 pour un même débit d'air. Cela peut aussi être écrit selon Li *et al.*, (1997) :

$$Q_g = fV_b$$
 Équation 1-7

où la fréquence de bulles est directement liée à un nombre de bulles. Ces équations font le lien entre taille, fréquence de bulles et le débit d'air qui est directement lié à la consommation énergétique (Equations 1-3 et 1-4 dans la Partie 1 3.1). Cette partie s'attache à la description de l'effet de ces paramètres sur la filtration.

#### 3.3.1. Tailles d'aérateur et de bulle

Dans les membranes tubulaires les écoulements à poches (« slug flow ») ont été étudiés en détail et se sont avérés très efficaces pour l'amélioration des performances de filtration (Cabassud *et al.*, 1997 ; Li *et al.*, 1997 ; Taha *et al.*, 2002 ;Cui *et al.*, 2003). Leur étude est plus complexe dans les BAMI étant donné que la plupart du temps l'écoulement n'est pas confiné. Les poches ne sont donc pas toujours le type de bulle le plus approprié pour économiser de l'énergie.

Dans un BAMI alimenté en eaux usées domestiques, Sofia et al. (2004) ont réussi à mieux contrôler le colmatage avec un diffuseur de 0,5 mm de diamètre qu'avec un de 2 mm. Les petites bulles ont permis d'atteindre des vitesses tangentielles plus élevées (0,69 m.s<sup>-1</sup> contre 0,4 m.s<sup>-1</sup>) et donc d'augmenter le cisaillement par rapport aux grosses bulles. Pour la même intensité d'aération (0,017 m.s<sup>-1</sup>) ils ont pu faire fonctionner leur BAMI durant 8 mois avec des fines bulles contre seulement 4 semaines avec les grosses bulles. Il a été supposé que les bulles plus fines et mieux distribuées ont permis un fonctionnement plus stable, avec une PTM moins importante. Fane et al. (2005) ont trouvé des résultats similaires en filtrant de la levure de boulanger avec des fibres creuses. Un aérateur de 0,5 mm de diamètre a été plus efficace qu'un de 1 mm pour contrôler le colmatage (caractérisé par les variations de PTM). Les auteurs en ont déduit que le plus grand nombre de cisaillements induits par les petites bulles permettait un meilleur contrôle du colmatage. Cela a été confirmé dans d'autres études utilisant des fibres creuses, de nombreuses petites bulles s'avérant plus efficaces que quelques grosses bulles pour un même débit d'air (Wicaksana et al., 2006; Yeo et al., 2006; Tian et al., 2010). Cette tendance sur l'impact plus bénéfique des petites bulles semble montrer que l'homogénéité des conditions hydrodynamiques est un mécanisme prépondérant dans les systèmes de fibres creuses immergées.

Cependant l'influence de la taille de bulles dépend du design du BAM et de l'écoulement qui peut y avoir lieu. Ainsi des résultats différents ont été trouvés dans une géométrie où les fibres étaient confinées dans un carter cylindrique (Lu *et al.*, 2008). Trois tailles d'aérateur ont été testées : 1, 3 et 12 mm. A faible concentration de levures (3 g.L<sup>-1</sup>), chaque aérateur a eu le même effet sur les tendances de colmatage. Les résultats ont été différents à plus forte

concentration (5 g.L<sup>-1</sup>). A faible débit d'air (80 mL.min<sup>-1</sup> soit une SAD<sub>m</sub> de 0,25 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>), les grosses bulles d'air et l'écoulement à poches résultant a été plus efficace que les petites bulles générées par les plus petits aérateurs. Cela a été expliqué par le sillage plus important des grosses bulles. Cependant quand le débit d'air a augmenté, la taille de l'aérateur a eu moins d'influence et quand il a atteint 150 mL.min<sup>-1</sup>, elle n'en avait plus du tout. Des résultats similaires ont été trouvés dans une autre étude réalisée avec une membrane plane (Zhang *et al.*, 2009). En imposant une fréquence relativement faible (0,067 Hz), il a été possible de séparer les bulles et de limiter l'influence qu'elles avaient les unes sur les autres. Il faut préciser que les résultats de cette étude seront difficilement comparables à ceux présentés précédemment car il s'agit de bulles seules et non d'un train de bulles. Une taille de bulle optimale de 60 mL a été trouvée pour améliorer le transfert de masse. Cette taille correspondait à un écoulement de type poche. Au-delà de ce volume aucune amélioration n'a été observée. Cela peut être lié à la taille du sillage des bulles. Il avait déjà été observé par Campos and Guedes de Carvalho (1988) qu'il existait une longueur critique de poche au-delà de laquelle une augmentation n'avait pas d'influence sur la taille du sillage.

#### **3.3.2.** Fréquence

Augmenter la taille de bulles et leur fréquence a permis un meilleur contrôle du colmatage dans un système de fibres creuses immergées (Yeo *et al.*, 2006). Cependant cela a induit des coûts opératoires plus importants. Pour des ratios de volume pour des petites : moyennes : grosses bulles de 1 : 15,5 : 93 correspondant à des tailles de bulles de 0,09 : 1,13 : 8,36 mL, les petites bulles ont été plus efficaces à haute fréquence. Des bulles moyennes à une fréquence de 2 Hz ont généré les mêmes variations de vitesse de liquide (liées au contrôle du colmatage) que des grosses bulles à une fréquence de 1 Hz, en utilisant seulement 30 % de l'air requis pour les grosses bulles. Les résultats ont été les mêmes entre des bulles petites et moyennes pour des fréquences respectives de 2 et 0,5 Hz (Figure 1-20).

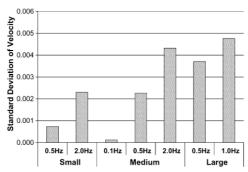
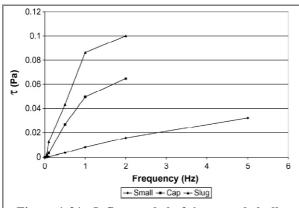
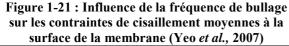


Figure 1-20 : Effet de la fréquence de bullage sur les variations de vitesse (Yeo et al., 2006)

L'effet de la fréquence de bullage sur le cisaillement a également été étudiée (Yeo *et al.*, 2007). Différentes fréquences ont été testées pour des petites bulles, des calottes sphériques et des poches avec des volumes respectifs de 0,1, 10 et 40 mL. Leur influence sur les contraintes de cisaillement sans aucun écoulement liquide axial est présentée sur la Figure 1-21. Des tendances similaires ont été observées pour les variations de contraintes de cisaillement. Cette étude avait pour but de comprendre l'influence des contraintes de cisaillement sur le colmatage (voir Partie 1 4.3.1). Ici elles ont été liées à l'efficacité de contrôle du colmatage via les variations de PTM (Figure 1-22). Augmenter la fréquence au-delà de 1 Hz ne permet pas de diminuer le colmatage sensiblement. Cela confirme l'existence d'une valeur seuil et le besoin d'optimiser le débit d'air.





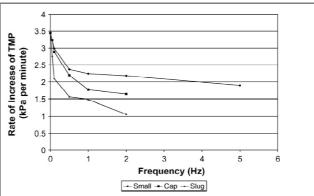


Figure 1-22 : Influence de la fréquence de bullage sur le taux d'augmentation de la PTM (Yeo *et al.*, 2007)

Dans cette étude le même débit d'air fournissait 400 petites bulles pour une poche. Sans écoulement axial une augmentation de PTM de 2 kPa.min<sup>-1</sup> a été trouvée pour des débits d'air de 0,01 L.min<sup>-1</sup> en utilisant des petites bulles et de 0,1 L.min<sup>-1</sup> pour des calottes et des poches. Les auteurs suggèrent que deux mécanismes peuvent expliquer l'effet des bulles sur la filtration des fibres creuses : le contact entre bulles et fibres et d'autre part le sillage des bulles. Pour les petites bulles peu de contact avec les fibres ont été observés par rapport aux grosses bulles. Comme des performances similaires ont été observées pour des petites bulles avec un débit d'air 10 fois moins grand que les calottes ou les poches, les auteurs ont déduit que le sillage des bulles était le mécanisme prédominant contrôlant les performances des fibres creuses immergées.

Dans une autre étude une fréquence optimale de 0,4 Hz a été trouvée pour des membranes planes (Zhang *et al.*, 2009). Au-delà de cette valeur, les coûts énergétiques liés à l'augmentation de la fréquence n'étaient plus rentables comparés au gain de performances. Cette fréquence optimale a été trouvée pour deux tailles de bulles (25 et 60 mL) correspondant à un écoulement de type poches. Précisons qu'elle est différente de celle à laquelle les auteurs ont travaillé pour déterminer la taille de bulle optimale pour une bulle seule, fréquence mentionnée dans la partie précédente (0,067 Hz). Le fait que la fréquence optimale soit supérieure à celle des bulles seules rappelle que les bulles peuvent interagir et qu'il est important de prendre en compte cette interaction qui peut s'avérer bénéfique au niveau des conditions hydrodynamiques.

### 3.4. Homogénéité de l'aération et design

Comme vu précédemment dans la Partie 1 2.1 l'homogénéité de l'hydrodynamique est importante pour le bon fonctionnement des BAM ce qui peut fortement dépendre de la configuration du système d'aération (Lebegue *et al.*, 2008). Nguyen Cong Duc *et al.* (2008) ont rencontré des problèmes d'homogénéité de l'aération dans leur BAMI. L'inhomogénéité de l'aération a entraîné l'apparition de boucle de recirculation et donc de zones mortes entre les cassettes de fibres creuses (Figure 1-23).

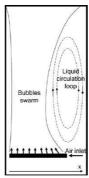


Figure 1-23 : Problème d'homogénéité de l'aération dans un BAMI au niveau des cassettes de fibres creuses (Nguyen Cong Duc *et al.*, 2008)

Les orifices de l'aérateur n'ont pas distribué la même quantité de gaz. Les pertes de charge dues aux frottements de l'air sur la surface interne du tube d'aération rendent le contrôle de celle-ci difficile. Si le frottement est trop fort, les trous proches de l'entrée d'air vont diffuser la plus grande quantité de gaz. Si au contraire la pression d'entrée de l'air est trop forte elle va largement compenser les forces de frottement et ce sont les trous situés loin de l'entrée d'air qui vont éjecter le plus de gaz. La Figure 1-23 illustre bien ce dernier cas. Il faut trouver le compromis entre vitesse d'entrée (énergie cinétique) et pertes de charge (viscosité).

Pour palier ce problème Mayer et al. (2006) avaient déjà recommandé l'utilisation de systèmes complexes comportant de nombreux orifices. Une autre solution utilisée a été le confinement des bulles d'air à la proximité de la membrane au lieu de les laisser diffuser dans un BAMI à fibres creuses (Ghosh et al., 2006). Le confinement des bulles a également été utilisé pour contrôler le colmatage dans un BAMI consistant en 12 fibres creuses contenues dans un carter cylindrique de 2 cm de diamètre (Lu et al., 2008). Ce tube a permis de maintenir les bulles à proximité de la surface membranaire et donc d'utiliser l'énergie fournie au système de manière plus efficace. De plus cette configuration a permis de créer un écoulement à poches qui est un type d'écoulement particulièrement utile dans le contrôle du colmatage comme cela a été montré dans la configuration de filtration interne/externe. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux d'une étude similaire (Wicaksana et al., 2006) dans une configuration où les fibres n'étaient pas confinées. A une même concentration de la solution à filtrer (levures à 5 g.L<sup>-1</sup> avec un diamètre moyen d'environ 5 μm), pour une même taille d'aérateur (1 mm) et avec un flux de filtration plus élevé (36 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> contre 30 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>), le module confinant les bulles près des fibres a donné un taux d'augmentation de la PTM de 0,02 kPa.min<sup>-1</sup> contre un taux de 0,07 kPa.min<sup>-1</sup> pour l'autre module, cela avec une SAD<sub>m</sub> plus faible (1,7 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> contre 11,7 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>). Bien que d'autres paramètres puissent entrer en jeu et devraient être pris en compte (longueur et nombre de fibres par exemple) cette comparaison met en valeur l'efficacité de la configuration testée. Ainsi confiner les bulles tout en créant un écoulement « à poches » semble être une solution pour limiter le colmatage dans la configuration de BAMI à fibres creuses immergées.

D'autre part, il est possible de superposer une circulation de liquide à l'écoulement diphasique pour améliorer l'efficacité de l'injection d'air (Chang et Fane, 2000). Cela a permis d'atteindre des flux de perméation plus élevé qu'avec un simple système airlift. La circulation de liquide a amélioré la distribution du gaz autour des fibres. Il en a résulté un écoulement à poches plus régulier et plus stable. Cela montre encore une fois que l'homogénéité de l'aération peut jouer un rôle clef dans l'amélioration du fonctionnement des BAMI à fibres creuses. Cependant pour une valeur de Ug de 0,4 m.s<sup>-1</sup> l'augmentation de la vitesse de liquide de 0,2 à 0,4 m.s<sup>-1</sup> dans la configuration à fibres tendues et de 0,4 à 0,6 m.s<sup>-1</sup> dans la configuration à fibres lâches a entraîné une diminution du flux final obtenu après deux heures de filtration. L'impact négatif de trop fortes vitesses de liquide a été confirmé dans une étude ultérieure (Yeo *et al.*, 2007). Les auteurs ont séparé les contraintes de cisaillement et leurs

variations en trois composantes : due à l'écoulement axial liquide, au bullage et à leur interaction. Ils trouvent des valeurs négatives pour les valeurs d'interaction sur les variations de contrainte de cisaillement, qui vont être plus importantes quand l'écoulement liquide va augmenter (de 0,016 m.s<sup>-1</sup> au lieu de 0,16 m.s<sup>-1</sup>). Ils l'expliquent par le fait que l'écoulement liquide axial réduit les turbulences induites par les bulles et que cet écoulement se réimpose rapidement à la surface de la membrane après passage d'une bulle. Cette diminution des variations de contrainte de cisaillement à la paroi membranaire peut avoir un impact négatif sur les performances de filtration (cf Partie 1 4.3.1).

Le développement de la CFD permet une approche plus performante des problèmes de configuration et d'améliorer les performances du procédé en évitant l'apparition de zones mortes ou l'hétérogénéité de l'aération. Par exemple un modèle triphasique gaz/liquide/solide a été développé pour améliorer le design d'un BAMI grandeur réelle (Kang *et al.*, 2008) : l'agrandissement du réacteur a permis une augmentation des vitesses de boues et d'air de 50 %.

Une étude récente (Wicaksana *et al.*, 2009) a été réalisée pour évaluer l'effet de l'homogénéité de l'aération sur la distribution du flux de filtration à l'aide de capteurs à ATC (voir Partie 1 2.1 pour la description du système). Les profils de flux de perméat ont été évalués pour deux conditions d'aération différentes lors de la filtration d'une solution de bentonite à 2 g.L<sup>-1</sup> : distribution homogène avec tous les modules aérés (Figure 23) et distribution hétérogène avec seulement un module aéré (module 3 sur la Figure 24).

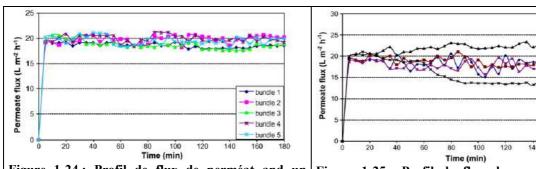


Figure 1-24: Profil de flux de perméat and un système aéré de manière homogène (Wicaksana et al., 2009)

Figure 1-25: Profil de flux de perméat dans un système aéré de manière non-homogène (Wicaksana et al., 2009)

La PTM a été mesurée au cours de tests de filtration qui ont duré 180 min. Les profils de PTM des deux expériences sont restés superposés pendant 30 min mais la PTM du module aéré de manière non-homogène a augmenté de manière plus rapide que celle du module aéré de manière homogène, avec un écart maximal de PTM de 25 %. Ces résultats confirment que l'homogénéité de l'aération améliore la distribution du flux de perméat, et constitue donc un outil pour la limitation du colmatage. Les auteurs ont testé leur système en simulant une défaillance de l'aération. Ils on fait des mesures sur 180 min pour trois configurations : tous les modules aérés, un seul module aéré, et arrêt de l'aération pour trois modules de 60 à 120 min (I, II et III sur la Figure 1-26). Les variations de PTM pour la configuration avec défaillance de l'aération sont présentées sur la Figure 1-27. On peut voir une augmentation plus marquée de PTM lors de la défaillance de l'aération. Cette augmentation est due aux forts écarts entre les flux locaux, qui ont pu être détectés grâce au système de capteurs ATC (Figure 1-28).

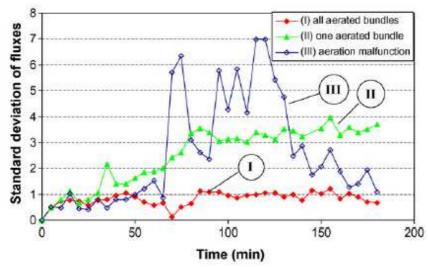


Figure 1-26 : Variations des écarts types de flux de filtration des modules pour différentes configurations d'aération

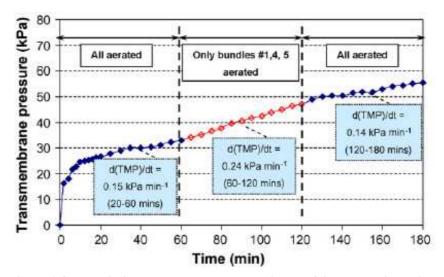


Figure 1-27 : Variations de PTM dans le cas d'une défaillance de l'aération

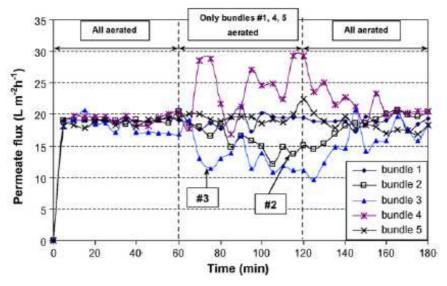


Figure 1-28 : Variations des flux locaux avec défaillance de l'aération

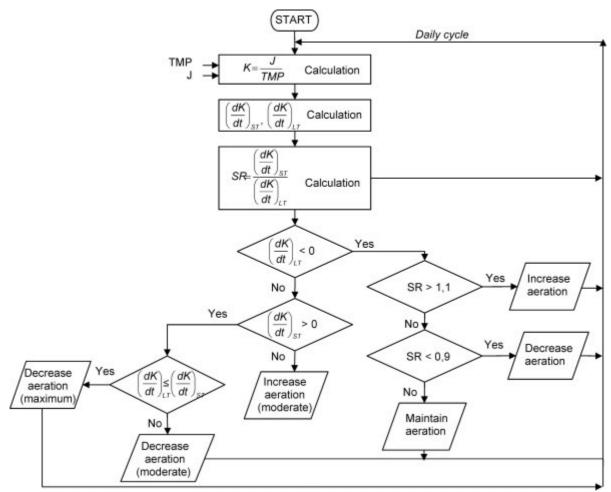
Les écarts de flux locaux fournissent une indication supplémentaire à la variation de PTM et ce système constituerait un outil de contrôle plus sensible grâce à la détection des problèmes de colmatage locaux.

#### 3.5. Séquençage de l'aération

L'aération intermittente de chaque côté d'une cassette de fibres creuses immergées s'est avérée être intéressante par rapport à l'aération continue (Guibert *et al.*, 2002). Des conclusions similaires ont été reportées par Van Kaam *et al.* (2006) pour un module de fibres creuses immergées. Le lien entre temps de relaxation de l'aération après de forts cisaillements et la taille de flocs pourrait être un facteur limitant le colmatage. Des mesures rhéologiques ont montré que la stabilité des boues activées évoluait avec les contraintes de cisaillement. Ces mesures ont permis de simuler l'effet de l'hydrodynamique sur le milieu biologique (Van Kaam *et al.*, 2008). Elles ont mis en valeur l'intérêt de l'aération intermittente qui permettait de limiter le colmatage et la détérioration de floc tout en réduisant la consommation énergétique.

Il a été trouvé que l'effet de l'injection d'air est plus important en l'absence de filtration, le fait de ne pas avoir de gradient de pression améliorant logiquement l'enlèvement des substances colmatantes (Hong *et al.*, 2002). Une combinaison judicieuse des séquences d'aération avec celles de filtration/relaxation semble essentielle à une gestion correcte du colmatage.

Récemment un algorithme basé sur les variations de perméabilités sur le court terme (temps réel), le long terme (calcul journalier) ainsi que leur ratio a été développé pour contrôler l'aération (Ferrero *et al.*, 2011). L'algorithme de contrôle est présenté sur la Figure 1-29 sur laquelle ST correspond à Short Term, LT à Long Term, moderate et maximum correspondent à des variations de à 50 % et 100 % par rapport à des valeurs prédéfinies par l'utilisateur. Les séquences de filtration sont définies au préalable et l'algorithme joue sur le débit d'air.



K : perméabilité, J : flux de filtration, TMP : pression transmembranaire, LT : long terme, ST : court terme Figure 1-29 : Algorithme de contrôle de l'aération (Ferrero et al., 2011)

Des sécurités ont été mises et l'aération est réglée automatiquement au maximum dans certains cas particuliers : trop forte ou trop faible concentration en MES (mesurée en ligne), perméabilité journalière chutant de plus de 20-30 %, défection mécanique. Cet algorithme relativement simple et ne nécessitant rien d'autre qu'un capteur de PTM (et de MES pour les cas particuliers) a permis d'obtenir des diminutions de consommation énergétique moyenne et maximale respectivement de 13 et 20 % calculée en terme de débit d'air.

Dans une configuration semi-externe (filtration frontale mais module hors du bioréacteur) la SAD<sub>m</sub> moyenne a été réduite à 190 NL.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> grâce au séquençage, ce qui est plus faible que dans les procédés BAM conventionnels (Lorain *et al.*, 2010). La séquence de filtration servant de base à ce travail est composée de 300 s de filtration à 7-8 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> suivie de 15 s de rétrolavage à 30 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> suivies de 30 s de relaxation. Les auteurs ont choisi de régler une faible aération pendant la filtration (SAD<sub>m</sub> instantanée de 260 NL.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) et une forte aération pendant le rétrolavage (SAD<sub>m</sub> instantanée de 500 NL.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) dans le but de ne pas déstructurer la biomasse et limiter le relargage de substances polymériques durant la filtration. Les bons résultats de cette séquence par rapport à d'autres séquences impliquant une aération plus forte pendant la filtration semble confirmer que l'aération déstructure les agrégats microbiens et qu'il est important de ne pas les soumettre à des contraintes trop importantes, particulièrement pendant la filtration.

Une étude récente a confirmé qu'il était préférable d'aérer durant la relaxation (Suh *et al.*, 2013). Le but a été d'étudier l'influence de différentes stratégies de contrôle du colmatage en se basant sur le modèle COST/IWA Benchmark Simulation Model n°1 (BSM 1) modifié pour

les BAM et utilisant un modèle de BAM combinant le processus biologique (IWA Activated Sludge Model  $n^\circ 3$  ou ASM 3) et physique (modèle de colmatage membranaire). Les simulations montrent que l'augmentation de  $SAD_m$  durant la filtration demande plus d'énergie que pendant la relaxation bien que l'augmentation de l'aération grosses bulles ait montré une contribution similaire au décolmatage dans les deux cas.

#### 3.6. Conclusion sur l'effet global de l'aération

L'aération a plus d'impact sur les performances lorsque les conditions opératoires sont propices au colmatage (i.e. forte concentration en MES, fort flux de filtration...). Parmi les nombreux paramètres impliqués, une tendance émerge avec l'existence d'une valeur seuil d'efficacité de filtration liée au débit d'air.

Dans les BAMI l'écoulement de gaz est la plupart du temps non-confiné. Ainsi générer des conditions hydrodynamiques homogènes avec un écoulement à poches est complexe. Les poches ou les grosses bulles auraient des sillages plus importants mais coûtent plus d'énergie. Elles peuvent être efficaces lorsque l'écoulement est confiné : dans les BAMIE pour lesquels les fibres creuses sont entourées par un carter cylindrique (Lu *et al.*, 2008) ainsi que pour des membranes planes (Zhang *et al.*, 2009). D'autre part les petites bulles génèrent une turbulence plus homogène lorsque l'écoulement n'est pas confiné. De nombreuses petites bulles homogénéisent l'effet du cisaillement induit par l'air et évitent la création de zones mortes tout en limitant la consommation énergétique.

D'autres paramètres « secondaires », comme la taille de bulle ou leur vitesse, ont confirmé l'existence d'un seuil. A une échelle plus locale cette valeur critique peut être liée à des paramètres comme les variations de vitesse de l'écoulement. Plusieurs exemples sont donnés sur la Figure 1-30.

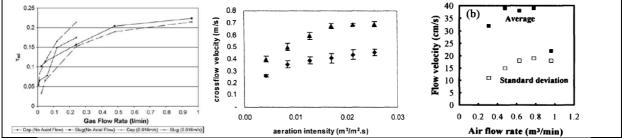


Figure 1-30: De gauche à droite: apparition de palier de cisaillement (Yeo et al., 2007), de vitesse tangentielle (Sofia et al., 2004) et de turbulence (Ueda et al., 1997) avec l'augmentation du débit d'air

Les travaux présentés dans cette partie donnent des ordres de grandeur de débit d'air et de SAD<sub>m</sub> correspondant à l'apparition des paliers. Mais étant donnée la grande gamme de configuration de BAMI et de paramètres opératoires testés (dont les effets dépendent les uns des autres), il n'est pas possible de donner de valeurs optimales. Il est donc nécessaire d'aller à une échelle plus locale pour pouvoir dégager des tendances généralisables.

#### 4. Aération dans les BAMI – Echelle locale

Comme nous l'avons vu précédemment, il est nécessaire de connaître les mécanismes induits à l'échelle locale par l'injection d'air pour comprendre son impact sur le colmatage. Cette section détaille ces mécanismes qui peuvent être hydrodynamiques (mouvement de fibres, turbulences et cisaillement à la membrane) mais également biologique (déstructuration de flocs causée par le cisaillement dans les boues).

#### 4.1. Influence du mouvement des fibres sur le décolmatage

L'injection d'air dans les BAMI permet de créer un écoulement gaz/liquide qui secoue les fibres et les fait bouger ce qui est bénéfique pour la filtration et la limitation du colmatage (Chang et Fane., 2001 ; Ueda *et al.*, 1997).

Une augmentation de PTM 40% plus rapide a été observée pour des fibres tendues au lieu de fibres lâches (Wicaksana *et al.*, 2006). La raideur de ces dernières était de 96 % i.e. la distance entre les extrémités empotées était égale à 96% de la longueur des fibres. L'impact bénéfique des fibres lâches a été mentionné dans d'autres travaux (Chang et Fane., 2002). L'observation d'un module avec des fibres tendues a révélé que de nombreuses particules avaient adhéré aux fibres, en particulier au centre du faisceau. Quand l'environnement hydrodynamique est plus contraignant (forte concentration en MES, faible débit d'air) les performances de filtration sont fortement diminuées. De plus étant donné que le colmatage inter-fibre est difficilement contrôlable par rétrolavage ou nettoyage chimique, il est probable que le problème prenne de l'ampleur sur les installations grandeurs réelles utilisant des modules plus grands sur de plus longues périodes.

Cependant, bien que l'emploi de fibres lâches soit préférable pour limiter le colmatage, il est important de conserver la tension dans une certaine gamme pour éviter de casser les fibres. Il est également possible de régler cette tension. Une tension optimale de 99% a été trouvée pour différentes conditions d'aération (Yeo *et al.*, 2007). Dans la même étude, le déplacement des fibres a été étudié. Pour le quantifier des particules fluorescentes ont été fixée à mi-hauteur des fibres. La vitesse des fibres, calculée en fonction de leur déplacement au cours du temps, ne présentait pas d'effet significatif sur le taux d'augmentation de PTM alors que l'accélération des fibres entraînait sa diminution.

Une autre interprétation quant à l'effet du mouvement des fibres a été donnée par Bérubé et Lei (2006). Favoriser le mouvement latéral dans un faisceau peut entraîner le contact physique entre les membranes et améliorer le flux de perméation par érosion mécanique du gâteau de filtration. Des flux de perméat mesurés dans un module à plusieurs fibres ont été de 40% supérieurs à ceux d'une fibre seule.

Il est également possible que les meilleures performances des fibres lâches viennent du fait que le passage des bulles dans une telle configuration n'est pas confiné à une région spécifique comme c'est le cas pour des fibres tendues (Chan *et al.*, 2007). Par conséquent un plus grand nombre de fibres peut bénéficier de l'effet des bulles.

L'influence des dimensions des fibres a également été étudiée étant donnée l'importance de leur mouvement. Ainsi des fibres avec un grand diamètre se sont révélées plus propices au colmatage alors que des petites fibres ont une meilleure réponse à leur environnement hydrodynamique (Chang et Fane., 2001). Cela a été confirmé dans une publication ultérieure (Wicaksana *et al.*, 2006). Cette tendance est liée au fait que les grosses fibres ont une plus faible amplitude de déplacement (Figure 1-31).

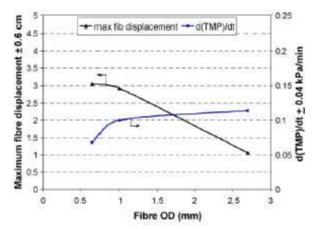


Figure 1-31 : Influence du diamètre des fibres sur leur amplitude de déplacement et sur les variations de PTM (Wicaksana *et al.*, 2006)

Toutefois comme nous l'avons vu dans la Partie 1 2.1, les pertes de charge axiales sont plus fortes dans les petites fibres et un compromis doit être trouvé. Le problème est le même avec la longueur des fibres : quand elle augmente l'amplitude de mouvement augmente également et le colmatage est réduit mais les pertes de charges sont plus fortes ce qui diminue la PTM disponible. Pour donner un exemple Fane *et al.* (2005) ont amélioré les performances de leur BAM en allongeant les fibres de 50 à 70 cm bien que cela induise une plus forte augmentation initiale de PTM.

Le déplacement mécanique des fibres a également été testé (Wicaksana *et al.*, 2006). Une fibre a été mise en mouvement latéral avec une amplitude 3,8 cm toutes les 2 s. Cela a entraîné un colmatage trois fois moins important que pour une fibre immobile mais est resté moins efficace que l'aération. Les résultats sont présentés sur la Figure 1-32. La courbe (A) correspond au déplacement mécanique de la fibre sans aération et la (B) à la filtration seule. Il apparaît que les variations de PTM sont réduites avec l'utilisation du bullage (C)

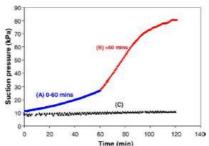


Figure 1-32 : Comparaison des variations de PTM avec déplacement mécanique et aération (Wicaksana et al., 2006)

Le mouvement mécanique des fibres peut devenir efficace pour de hautes fréquences (Genkin *et al.*, 2006). Une vibration axiale à une fréquence de 10 Hz a permis d'atteindre des flux intéressants du point de vue industriel avec des flux critiques de 60-80 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>. L'ajout d'une vibration transverse a pratiquement permis de doubler le flux critique (130 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pour 10 Hz).

# 4.2. Influence des turbulences sur la limitation du colmatage

Les turbulences ont souvent été citées comme ayant un impact bénéfique dans les procédés membranaires. Il est toujours préférable de réduire la polarisation de concentration en favorisant la turbulence ou en opérant à flux réduit (Stephenson *et al.*, 2000). De plus les

turbulences améliorent le rétrotransport des particules. Des espaceurs permettant de développer des écoulements turbulents sont rencontrés dans de nombreuses applications.

L'efficacité de l'aération à éliminer le gâteau de filtration a été reliée aux fluctuations de vitesse d'écoulement dans une étude sur un BAMI (Ueda et al., 1997) ce qui est directement lié à la turbulence. Un débit d'air optimal a été trouvé vis-à-vis des performances de filtration. Cet optimum était dû au fait que pour des débits supérieurs les fluctuations de vitesse d'écoulement n'étaient pas plus importantes.

Plus récemment Orantes et al. (2006) sont parvenus à améliorer les performances de leurs BAM en doublant le débit d'air. Les systèmes d'aération étaient placés sous chaque module immergé et conçus pour créer de la turbulence autour des modules. Augmenter le débit d'air de 25 à 50 L.h<sup>-1</sup> a permis de réduire le taux d'augmentation de PTM. Le BAM a pu fonctionner sur des cycles durant 200 jours sans variation importante de flux ni lavage de membrane au lieu de 10 à 50 jours auparavant. Les auteurs lient cette amélioration aux turbulences locales créées par l'injection d'air au sein du module de fibres creuses (une autre hypothèse émise par les auteurs concernant l'effet bénéfique de l'aération est l'intensification locale du transfert d'oxygène).

Une étude a confirmé l'importance des turbulences envers les performances de filtration. L'augmentation des variations de vitesses de liquide induites par l'air s'est avérée plus efficace pour l'amélioration de la filtration que l'augmentation des vitesses moyennes (Yeo et al., 2006). L'effet positif de l'aération a été estimé en considérant la PTM finale après un temps de filtration donné à flux constant. D'après la Figure 1-33, il ne semble pas y avoir de relation nette entre la vitesse moyenne de liquide et la PTM finale alors que l'augmentation des variations de vitesse de liquide améliore la filtration (Figure 1-34) en diminuant la PTM finale.

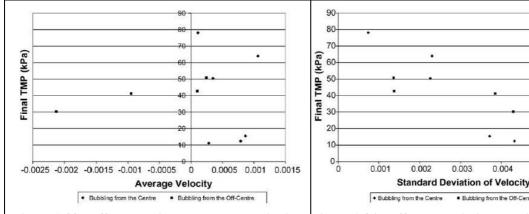


Figure 1-33 : Effet de la vitesse moyenne de liquide sur les variations de PTM (Yeo et al., 2006)

Figure 1-34 : Effet des variations de vitesse de liquide sur les variations de PTM (Yeo et al., 2006)

0.003

0.004

0.005

0.006

Ainsi, générer des écoulements instables avec de fortes variations de vitesse locale pourrait être une stratégie pour améliorer les performances des BAMI. Cela expliquerait également l'intérêt du syncopage de l'aération qui a été abordé dans la Partie 1 3.5.

#### 4.3. Influence des contraintes de cisaillement

Le cisaillement est un facteur clef induit par l'aération. Il est fréquent de trouver une caractérisation globale du cisaillement dans les BAMI à l'aide de l'intensité de cisaillement apparente G (s<sup>-1</sup>) (Li et al., 2006; Delgado et al., 2008; Zarragoitia et al., 2008) qui dépend directement du débit d'air. Bien que cette valeur fournisse une caractérisation à l'échelle du réacteur, il est nécessaire de connaître l'impact des contraintes de cisaillement à un niveau plus local.

Les contraintes de cisaillement induites par l'aération peuvent influencer le colmatage membranaire par deux mécanismes : elles peuvent avoir un effet positif en érodant la surface des membranes mais elles peuvent également avoir un impact sur les caractéristiques des agrégats biologiques. Peu de travaux concernent ce dernier point dont l'étude est rendue difficile par le manque de méthodes standardisées pour la caractérisation des boues biologiques. Le fractionnement des boues illustre bien ce problème. Les boues activées sont décrites comme un fluide non-newtonien (Seyssiecq *et al.*, 2003; Pollice *et al.*, 2007) composé de trois fractions principales : soluble, colloïdale et particulaire (Judd, 2008). Il n'existe pour l'instant aucune méthode standardisée (Le-Clech *et al.*, 2006) ce qui ne rend pas la comparaison des travaux mentionnés évidente puisque ce ne sont pas les mêmes fractions qui seront étudiées. De la même manière de grandes disparités sont trouvées dans les méthodes d'extraction des SPE, et de fait dans leur caractérisation, comme nous avons pu le voir dans la Partie 1 2.4.

Cette partie décrit dans un premier temps les travaux concernant la quantification des contraintes de cisaillement à la paroi membranaire et les mécanismes jouant sur la filtration, puis elle traite de l'effet du cisaillement induit par l'aération sur le milieu biologiques via les tailles de flocs (fractionnement des boues) et le relargage de SPE.

# 4.3.1. Influence du cisaillement à la membrane sur le décolmatage

Pour évaluer les contraintes de cisaillement à la paroi de la membrane la méthode électrochimique a été fréquemment utilisée (Ducom *et al.*, 2002 ; Gaucher *et al.*, 2002 ; Bérubé *et al.*, 2006 ; Chan *et al.*, 2007). Un exemple de mesure de cisaillement employant cette méthode pour un écoulement de poche est présenté sur la Figure 1-35.

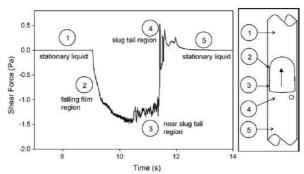
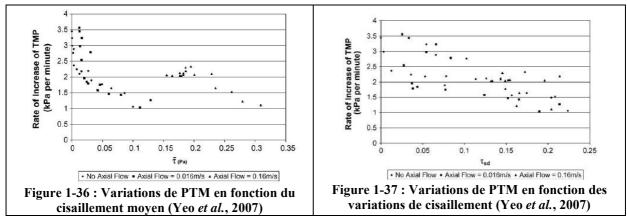


Figure 1-35 : Cisaillement à la paroi lors du passage d'une poche de gaz montant dans un fluide au repos dans une conduite verticale, mesurée par la méthode électrochimique (Chan *et al.*, 2006)

Aussi bien la moyenne temporelle que l'amplitude des contraintes de cisaillement à la paroi peuvent influencer l'amélioration du flux mais leur fréquence est restée sans effet dans un module plan (Ducom *et al.*, 2002). Dans une autre étude les fluctuations de contraintes de cisaillement à la paroi sont apparues comme la quantité qui contrôlait le processus de transfert à la surface membranaire (Gaucher *et al.*, 2002).

Un travail ultérieur a montré l'importance relative de ces deux paramètres dans la configuration à fibres tendues (Yeo *et al.*, 2007). Les variations de PTM en fonction du cisaillement moyen et de ses variations sont présentées sur les Figure 1-36 et Figure 1-37.



Les résultats montrent qu'aussi bien les valeurs moyennes que de variations de cisaillement influent le colmatage. Pour de faibles valeurs moyennes de cisaillement, les performances peuvent être améliorées en induisant de fortes variations de cisaillement. Lorsque la valeur moyenne du cisaillement augmente (avec une augmentation de l'écoulement axial ou d'autres méthodes), les variations de cisaillement jouent un rôle moins important. C'est la valeur moyenne qui devient alors le facteur prédominant envers la limitation du colmatage. Il faut toutefois noter que les contraintes de cisaillement ont été mesurées (grâce à la VIP) dans un système eau/air, alors que les PTM l'ont été avec un système eau/bentonite/air.

La Figure 1-38 montre bien l'influence que peut avoir l'aération sur les phénomènes hydrodynamiques locaux avec la comparaison des contraintes de cisaillement à la surface de fibres creuses membrane pour les cas monophasique et diphasique (Bérubé *et al.*, 2006).

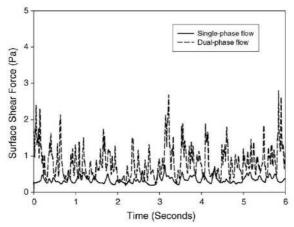


Figure 1-38 : Contrainte de cisaillement sur une fibre creuse simulée pour des écoulements mono et diphasique (Bérubé *et al.*, 2006)

Les valeurs moyennes de contrainte de cisaillement ainsi que leurs variations sont plus importantes avec l'emploi d'aération. L'étude a également montré que ces contraintes n'étaient pas réparties de manière homogène le long des fibres. Pour les écoulements diphasiques les plus fortes contraintes ont été mesurées sur la partie supérieure des fibres. Par conséquent, les auteurs recommandent d'aspirer le perméat par le haut. Cela permettrait de générer les plus forts flux de filtration là où les contraintes de cisaillement sont les plus fortes et donc d'homogénéiser le colmatage. Ils recommandent également l'utilisation de fibres longues. Cependant un compromis doit être trouvé avec les pertes de charge internes dues à une plus grande longueur.

Dans une étude ultérieure (Chan *et al.*, 2007), aucune contrainte de cisaillement négative n'a été observée pour des fibres lâches à la différence du cas de la configuration tendue. Cela signifie que l'aération n'a pas induit de changement de sens de l'écoulement à la surface des membranes. Par conséquent le raclage de la surface membranaire par le film tombant, qui est

un mécanisme important dans les systèmes confinés (Cui et al., 2003) n'a pas eu lieu. De plus, au contraire de ce que l'on pouvait attendre, les signaux moyens de cisaillement ont été en général plus faibles que ceux observés dans la configuration tendue, mis à part quelques pics occasionnels. En prenant en considération ces résultats, les auteurs ont suggéré que le fait que les fibres lâches bougent, et par conséquent aient une plus grande probabilité de bénéficier de l'aération, pourraient expliquer leurs meilleures performances. Cela impliquerait que l'homogénéité de l'aération soit un mécanisme prédominant envers le contrôle de la filtration. Le profil de cisaillement a aussi été évalué tout autour de la fibre en faisant tourner la sonde de cisaillement. Quand la sonde était placée à l'opposé des bulles montantes (la sonde a été placée à 180° par rapport au diffuseur d'air), les profils de cisaillement étaient similaires à ceux observés avec la sonde placée en face du diffuseur mais avec une amplitude moindre. Ce résultat est une première étape dans la quantification du degré de contrôle du colmatage à différentes positions d'un système de fibres creuses immergé de taille réelle dans lequel il y aura probablement de grandes différences entre le cisaillement perçu par les fibres extérieures, proche des diffuseurs d'air, et les fibres situées à l'intérieur du module. Ce type de sonde pourrait être utilisé pour une étude plus précise de l'homogénéité de la distribution de l'air via la distribution du cisaillement dans les modules de fibres creuses et pourrait amener des améliorations sur l'efficacité de l'injection d'air.

Les travaux présentés précédemment ont permis de quantifier les contraintes de cisaillement aux parois membranaires avec des valeurs maximales en eau de l'ordre de 0,3 ; 1,5 et 3 Pa selon les études (Figures 1-36, 1-35 et 1-38 respectivement). Ils nécessitent des dispositifs expérimentaux particuliers et des temps d'expériences conséquents. Bien que ces études soient nécessaires à la compréhension des phénomènes en jeu, les simulations de CFD permettent de s'affranchir de ces contraintes et de faire varier plus facilement les paramètres opératoires ainsi que les configurations de BAM. Elles ont également permis d'obtenir des ordres de grandeur des contraintes de cisaillement à la paroi des membranes. La plupart des études présentées ont été réalisées avec des systèmes eau/air. Ndinisa et al. (2006) et Prieske et al. (2010) ont calculé les valeurs de cisaillement pour des membranes planes. Ils trouvent respectivement des valeurs maximales de 0,7 Pa et environ 4 Pa. Plus récemment, des simulations ont été réalisées pour des fibres creuses, mais le fait d'avoir des écoulements non confinés ainsi que des géométries plus complexes rend les simulations difficiles et l'effet des bulles sur la filtration des fibres creuses immergées n'est pas encore clairement évalué. Par exemple Bérubé et al. (2006) ont estimé que l'analyse par CFD de l'écoulement diphasique au niveau de la résolution du mouvement et de l'interaction des bulles dans des systèmes non confinés en 3D était complexe et hors de portée de leur étude. Ils ont donc uniquement traité le cas monophasique avec lequel ils ont aussi eu des problèmes : leurs simulations ont donné des valeurs plus élevées que celles trouvées expérimentalement. Pour une vitesse tangentielle de 0,2 m.s<sup>-1</sup> des cisaillements moyens de 0,3, 0,26 et 0,24 Pa ont été calculés par CFD alors que les expériences ont donné des valeurs de 0,25, 0,18 et 0,15 Pa pour des hauteurs respectives de 10, 26 et 42 cm le long des fibres. Le fait que les fibres soient simulées comme des corps rigides a été mentionné comme explication de cette différence. Pour s'affranchir du mouvement des fibres et rendre une simulation précise plus facile Martinelli et al. (2010) ont travaillé sur un module composé de 6 fibres tendues. Les contraintes de cisaillement à la paroi ont été calculées le long des fibres et des valeurs relativement faibles ont été trouvées avec un maximum de 0,25 Pa. Des approches plus complexes simulant le faisceau de fibres comme un milieu poreux ont récemment été testée (Kang et al., 2008 ; Wang et al., 2010 ; Buetehorn et al., 2011). Comme précisé dans l'un des travaux (Buetehorn et al., 2011) la prochaine évolution des modèles de CFD concernant les fibres immergées sera probablement la prise en compte des interactions fluide/structure ce qui permettra notamment de simuler les mouvements de fibres.

Pour estimer l'efficacité potentielle de l'injection d'air, il est également intéressant d'avoir un ordre de grandeur des forces d'attachement des substances colmatantes. Elle a été évaluée entre 6,0 et 7,7 Pa pour un biofilm de cultures mixtes hétérotrophes pour une gamme de contraintes de cisaillement appliquée 200 à 1100 fois plus faible (Mölhe et al., 2007). Peu de travaux ont été réalisés sur ce type d'étude mais cela donne une première idée. Les forces d'attachement mesurées sont plus fortes que la plupart des contraintes de cisaillement créées par l'injection d'air présentée dans les paragraphes précédents, généralement de l'ordre du Pa. Cela impliquerait que le bullage ait plutôt un effet préventif que curatif, n'étant pas assez puissant une fois le biofilm développé. Les forces d'attachement mesurées vont toutefois dépendre des cultures étudiées et du matériau sur lequel les biofilms se développent. Par ailleurs il faut préciser que la plupart des valeurs données par les simulations concernent des écoulements air/eau et non air/boues pour lesquelles les contraintes seront différentes. Il est donc pour l'instant impossible de tirer des conclusions mais cette piste constitue un point intéressant dans la compréhension de l'effet de l'aération. Cela rappelle également l'importance de comprendre la façon dont s'adapte le milieu biologique aux contraintes qu'on lui impose et de prendre en compte ce facteur qui est primordial dans le fonctionnement du procédé.

# 4.3.2. Effet du cisaillement sur les tailles de flocs, conséquences sur leur contribution au colmatage

L'effet direct de l'aération sur les fractions de boues a été estimé dans un BAMI à fibres creuses (Fan et Zhou, 2007). Les débits d'air allaient de 0 à  $4 \, \text{L.min}^{-1}$  (SAD<sub>m</sub> de 0-24 m³.m².h¹) et les gradients de vitesse ont été estimés entre 0 et 337 s¹. La contribution des différentes fractions des boues au colmatage pour les débits d'air testés est présentée sur la Figure 1-39 pour une concentration en MES de 14,3 g.L¹.

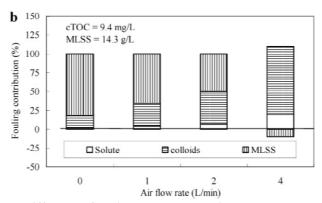


Figure 1-39 : Influence des différentes fractions des boues actives sur le colmatage en fonction du débit d'air (Fan and Zhou, 2007)

Pour de faibles débits d'air les MES sont les principales substances colmatantes, le cisaillement n'est pas assez fort pour enlever le gâteau de filtration et éviter le dépôt de particules. Lorsque les valeurs de débit d'air ont été augmentées, les colloïdes sont devenus les principaux responsables du colmatage et les MES ont eu une contribution au colmatage négative : ils ont agi comme une membrane secondaire évitant le blocage de pores et l'adsorption de colloïdes et de solutés à la surface de la membrane.

Ivanovic et Leiknes (2008) ont trouvé que l'augmentation de l'aération (gamme de  $SAD_m$  de  $0.84\text{-}6.74~\text{m}^3.\text{m}^{-2}.\text{h}^{-1}$ ) induisait une augmentation de la fraction colloïdale dans les boues, et plus particulièrement des particules inférieures à  $0.1~\mu\text{m}$ . Toutefois cette augmentation d'aération a eu un effet positif sur la filtration, avec un seuil d'efficacité pour une  $SAD_m$  de  $3.37~\text{m}^3.\text{m}^{-2}.\text{h}^{-1}$ . La configuration utilisée était particulière : 4 réacteurs à lits fluidisés de

biofilms ont été mis en série pour réaliser le traitement biologique, le BAM permettant d'améliorer la séparation physique des particules avec un Temps de Séjour Hydraulique (TSH) faible. Il s'ensuit que les concentrations en MES étaient relativement faibles (0.6-2.6 g.L<sup>-1</sup>) dans le BAM.

Des résultats contradictoires ont été trouvés dans une étude ultérieure sur BAMI, avec cette fois un impact négatif d'une trop forte aération (Meng et al., 2008). Trois BAMI opérés à PTM constante (3.97 kPa) avec des débits d'air différents ont été testés : 150, 400 et 800 L.h<sup>-1</sup> (SAD<sub>m</sub> respectives de 1,5, 4 et 8 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>). Au début de l'expérience (4 premières heures), l'aération a eu un effet positif. Elle a permis d'enlever les substances colmatantes de la surface membranaire et le BAMI avec le plus fort débit d'air a eu le flux de filtration le plus important. Cependant sur le long terme (jusqu'à 400 h) seul le BAMI au débit d'air moyen a atteint une valeur de flux de filtration stable. Cela a été expliqué par la formation d'une couche de colmatage qui a agi comme une seconde « membrane dynamique ». Pour le BAMI à faible débit d'air un fort colmatage a été causé par la formation d'un gâteau de filtration qui n'a pas pu être éliminé grâce à l'injection d'air alors que pour le BAMI à fort débit d'air une trop forte intensité d'aération a causé le cassage de flocs et le relargage de SPE. Ce sont les analyses de distribution de taille de particules qui ont permis de comprendre ces mécanismes. Elles ont montré que dans les trois BAMI, 70 % des particules avaient des tailles comprises entre 10 et 100 µm. Cependant seulement 20 % d'entre elle étaient inférieures à 50 µm dans le BAMI à faible débit d'air alors qu'elles étaient 48 % dans le BAMI à fort débit d'air. De plus les pourcentages de particules inférieures à 10 µm étaient respectivement de 0,126, 0,226 et 0,826 % dans les BAMI à faible, moyen et fort débits d'air.

# 4.3.3. Effets du cisaillement sur les SPE et adaptation du milieu biologique

En plus d'avoir une influence sur le colmatage à travers un mécanisme purement physique de modification du fractionnement des boues, le cisaillement induit par l'air peut aussi avoir un impact sur le milieu biologique. Rochex *et al.* (2010) ont appliqué des cisaillements allant de 0,055 à 0,27 Pa sur des biofilms dans un réacteur de Couette-Taylor conique. De forts cisaillements ont entraîné la diminution de la diversité dans le biofilm et ralenti sa maturation. Dans le cas des BAMI, il est intéressant d'étudier la façon dont le cisaillement modifie les concentrations en SPE, substances sécrétées par les bactéries facilitant la formation des agrégats comme les flocs ou les biofilms. Généralement la différence est faite entre les SPE liées aux flocs, dont la caractérisation nécessite une étape d'extraction, et les PMS qui sont sécrétées par les micro-organismes et relarguées dans le surnageant des boues. Le terme SPE solubles peut également être trouvé et caractérise l'ensemble des SPE dans le surnageant des boues, regroupant les PMS mais aussi les SPE apportées par les eaux usées. En général les composés considérés pour caractériser les SPE sont les protéines et les polysaccharides, parfois les substances humiques.

Ces substances peuvent influencer le colmatage des BAMI à cause de leur influence sur la capacité de floculation mais aussi à cause de la formation de biofilms sur les surfaces membranaires. La mort de bactéries dans le biofilm (couche inférieure du gâteau de filtration) et le relargage de SPE qui en résulte pourraient être liés au saut de PTM (Hwang *et al.*, 2008). Étant donnée leur importance envers les performances des BAM, l'influence des SPE sur le procédé a déjà été reviewée (Le-Clech *et al.*, 2006; Drews *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2009; Drews, 2010). Plus récemment, le quorum sensing, qui correspond à une communication entre bactéries a été proposé comme explication de la prise en masse dans les BAM pour le traitement des eaux usées: lorsqu'un seuil de concentration d'une molécule signal est atteint les bactéries se structurent en biofilm (Yeon *et al.*, 2009). Dans ce cas-là la prise en masse a été évitée par un contrôle de ces molécules signal.

Park *et al.* (2005) ont trouvé que dans un BAM en configuration Réacteur Compact à Hautes Performances de plus grandes vitesses de circulation induisaient plus de turbulences et réduisaient le colmatage jusqu'à une valeur seuil de 12 L.min<sup>-1</sup>. En passant à 14 L.min<sup>-1</sup> la DCO colloïdale est passée de 172 à 958 mg.L<sup>-1</sup> et la taille de floc a chuté causant une rapide perte de perméabilité membranaire. De plus les quantités de SPE ont été évaluées (Tableau 1-5).

Tableau 1-5 : Analyse quantitative des SPE, pourcentage de protéines ou de polysaccharides dans les SPE solubles ramenés au SPE totales (Park et al., 2005)

| Recirculation rate,<br>L/min | Bound EPS     |                      | Soluble EPS   |                      |  |
|------------------------------|---------------|----------------------|---------------|----------------------|--|
|                              | Protein, mg/L | Polysaccharide, mg/L | Protein, mg/L | Polysaccharide, mg/L |  |
| 12                           | 654           | 186                  | 49, 7%        | 45, 20%              |  |
| 14                           | 820           | 265                  | 120, 13%      | 85, 25%              |  |

Les concentrations générales en SPE augmentent sous l'effet d'une plus forte contrainte hydrodynamique. De plus les pourcentages de SPE solubles par rapport aux SPE totales passent respectivement de 7 % à 13 % pour les protéines et de 20 % à 25 % pour les polysaccharides lorsque le cisaillement augmente. Cela est expliqué par le relargage d'une plus grande quantité de SPE dans les boues à cause de la lyse cellulaire. Les pertes de performances sont donc liées à un effet combiné de la réduction des tailles de flocs et du relargage de SPE dues au plus fort cisaillement induit par l'augmentation de vitesse de circulation. On peut également noter que le ratio protéines/polysaccharides des SPE liées passe de 3,52 à 3,09. Une étude ultérieure a montré que les flocs de boues activées présentant des ratios protéines/polysaccharides élevés étaient moins stables (Sheng *et al.*, 2006). Bien que l'écart de ratio reste faible il pourrait avoir pour origine un mécanisme d'adaptation, et plus particulièrement de stabilisation, des flocs à des contraintes plus importantes.

Menniti *et al.* (2009) ont étudié l'impact du taux de cisaillement sur la production de SPE dans un BAMI agité. Une expérience sur l'effet de l'agitation sur la boue activée à court terme (6 h) a d'abord était menée, avec un fort cisaillement (1840 s<sup>-1</sup>). Un fort relargage de SPE solubles a été détecté via l'augmentation de la concentration en protéines, celle en polysaccharides restant peu affectée. Une augmentation du colmatage a ensuite été observée avec une forte contribution de la fraction soluble des boues. L'augmentation du cisaillement mécanique a été proposée comme le mécanisme expliquant l'érosion des SPE liées aux flocs. Des effets différents ont été observés sur le long terme (134 j). Un fort cisaillement (1124 s<sup>-1</sup> contre 160 s<sup>-1</sup>) a entraîné la diminution des concentrations des SPE liées et solubles, ce qui a eu pour conséquence un colmatage plus faible. Pour la seconde expérience sur le long terme (56 j), le potentiel de colmatage était toujours moins important dans le réacteur à fort cisaillement. Plus particulièrement la fraction soluble constituait la quasi-totalité du colmatage dans le réacteur à fort cisaillement alors que la fraction particulaire avait une contribution non négligeable dans le réacteur à faible cisaillement (Figure 1-40).

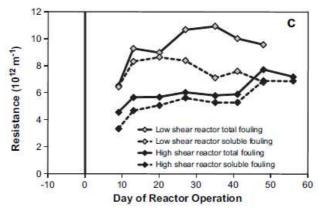


Figure 1-40 : Colmatage total et de la fraction soluble dans des BAM à faible et fort cisaillement (Menniti et al., 2009)

Les SPE liées aux flocs ont été étudiées avec un microscope à force atomique pour évaluer leur adhésivité. Les SPE résultant d'un cisaillement plus important ont présenté une adhésion plus importante. Comme dans l'étude de Park *et al.* (2005), une adaptation biophysique des microorganismes aux contraintes mécaniques importantes générées par le cisaillement est avancée comme explication.

Ji et Zhou (2006) ont observé les effets suivants liés à l'augmentation de l'aération sur le long terme : augmentation de la concentration et diminution du ratio protéines/polysaccharides pour les SPE solubles et plus faible concentration et ratio protéines/polysaccharides pour les SPE liées. Ces expériences ont été faites avec trois BAMI à fibres creuses à l'échelle pilote avec des débits d'air de 120, 80 and 40 L.h<sup>-1</sup> qui correspondait respectivement à des SAD<sub>m</sub> de 0,8, 0,53 and 0,27 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>. L'alimentation a été faite en eaux usée synthétique et la filtration a été réalisée avec un débit de 8 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> pendant 170 jours. Les auteurs ont défini le paramètre V<sub>f</sub> qui correspondait à la masse finale de MVS accumulée à la surface de la membrane à la fin de chaque cycle de filtration (g.m<sup>-2</sup>). La plus forte corrélation avec la PTM en fin de cycle a été trouvée pour le produit de V<sub>f</sub> et du ratio protéines/polysaccharides. Cela signifie qu'autant la composition que la quantité de boues accumulées à la membrane influent sur le colmatage. L'effet bénéfique de l'aération, en plus de l'effet de raclage mécanique, est expliqué par la diminution du ratio protéines/polysaccharides, ce qui est cohérent avec les travaux présentés précédemment. Il a donc été possible d'atteindre des valeurs de V<sub>f</sub> plus importantes, et donc d'accumuler plus de matière à la surface de la membrane pour arriver à un colmatage identique, et donc de travailler sur des cycles plus longs. Dans ce cas précis (Ji et Zhou, 2006), l'aération a eu un impact combiné, par érosion des membranes et en modifiant les propriétés des boues. Il apparaît que pour des débits d'air plus élevés (et par conséquent des cisaillements plus forts), la communauté microbienne réagit de manière différente. Elle semble s'adapter vers une structure de floc plus stable avec un ratio protéines/polysaccharides plus faible.

Un nouveau mécanisme a également été proposé comme explication de l'effet bénéfique de l'aération lié à son influence sur la prédation dans les boues (Menniti et Morgenroth, 2010). La prédation par le vers aquatique *A. hemprichi* a augmenté la production de SPE liées. Dans cette étude l'aération n'a pas eu un effet direct sur les concentrations de SPE mais *A. hemprich* proliférait lorsque le cisaillement était faible (débit d'air à 900 L .h<sup>-1</sup>, SAD<sub>m</sub> à 1,86 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>) alors que sa présence n'a pas été observée pour des cisaillements importants (débit d'air à 2700 L .h<sup>-1</sup>, SAD<sub>m</sub> à 5,6 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>). Le colmatage membranaire a alors été relié aux concentrations en SPE ce qui montrait l'importance de la prédation dans la gestion du colmatage dans les BAM.

### 4.4. Bilan sur les effets de l'aération à l'échelle locale

Plusieurs hypothèses concernant les phénomènes impliqués à l'échelle locale ont été faites sur l'influence de l'aération, sans qu'il soit actuellement possible de quantifier leur contribution respective :

- Le mouvement des bulles induit un écoulement dans la direction inverse de celle de la filtration du fluide et des solides proches de la surface membranaire (Ueda *et al.*, 1997; Yeo *et al.*, 2006)
- Le passage des bulles crée un mouvement des fibres creuses, ce qui favorise l'abrasion du gâteau de filtration par contact des fibres (Bérubé et Lei, 2006) et augmente le cisaillement à la paroi de la membrane (Chan *et al.*, 2007).
- La génération de contraintes de cisaillement qui peut enlever le gâteau de filtration a été montré expérimentalement (Ducom *et al.*, 2002 ; Gaucher *et al.*, 2002 ; Bérubé *et al.*, 2006 ; Chan *et al.*, 2007). Ces contraintes ont été évaluées numériquement par des simulations dans la configuration en membrane plane (Ndinisa *et al.*, 2006 ; Prieske *et al.*, 2010).
- Les contraintes de cisaillement dans les boues ont un impact sur le milieu biologique. Cela est mis en évidence par une diminution de la taille des flocs et un relargage de SPE liés à un effet purement mécanique (Fan et Zhou, 2007; Meng *et al.*, 2008) mais aussi à travers un mécanisme biologique d'adaptation des micro organismes (Ji et Zhou, 2006; Menniti *et al.*, 2009).

### 5. Conclusion

Des progrès significatifs ont été faits sur les BAMI au cours des dernières années et le procédé a évolué au cours du temps en ce qui concerne la structure (densité, diamètre et longueur de fibres...) comme les conditions opératoires (concentration en MES, flux de perméat, aération). Il y a quelques années le procédé fonctionnait à de très hautes concentrations en MES, jusqu'à 30 g.L<sup>-1</sup> alors qu'aujourd'hui les concentrations sont dans une gamme plus faible (environ 6-20 g.L<sup>-1</sup> sur les travaux présentés) mais toujours plus élevées que dans les BA.

La gestion du flux et du séquençage de la filtration ont déjà été largement étudiés. Bien qu'il soit parfois compliqué de faire fonctionner les BAM sans rétrolavage, cette technique semble être d'un intérêt limité en considérant les flux instantanés important qui sont nécessités pour maintenir la production d'eau. A ce niveau une filtration intermittente avec de courtes périodes de relaxation semble plus bénéfique pour une même quantité d'eau filtrée.

Plus récemment, les études se sont portées sur l'amélioration des paramètres d'aération. Celle-ci est plus efficace lorsque les conditions opératoires sont propices au colmatage (forts flux de filtration et concentration en MES). L'aération intermittente, synchronisée avec la relaxation de la filtration, semble une solution efficace pour économiser de l'énergie.

Il est cependant actuellement impossible de donner un réglage optimal des paramètres opératoires génériques même si l'existence d'un seuil d'efficacité de l'aération envers la filtration est démontrée. Malgré le nombre important d'études réalisées, un travail plus approfondi est nécessaire pour diminuer la consommation énergétique requise par l'injection d'air. Plusieurs raisons qui doivent servir de tremplin de réflexion peuvent être avancées :

- Il y a un manque de standardisation dans les méthodes utilisées pour comparer les travaux réalisés. Ce problème a déjà été mentionné dans des reviews écrites auparavant sur le colmatage membranaire. Il concerne aussi bien l'hydrodynamique (détermination du flux critique, effet global de l'aération) que la caractérisation des boues (fractionnement, extraction des SPE).

- Des conclusions trop hâtives ont parfois été généralisées, face à une complexité de procédé non ou mal prise en compte.
- Il est possible de trouver de nombreux travaux traitant du même paramètre mais étant donné les gammes étendues de paramètres opératoires et de configurations de BAM, leur comparaison n'aurait pas de sens la plupart du temps.
- Il y un manque d'études grandeur nature (Drews, 2010), le passage à l'échelle induisant des modifications des phénomènes en jeu.
- De nombreux pilotes fonctionnent avec des effluents synthétiques. Ces effluents dont la composition peut varier d'une étude à l'autre auront un impact notoire sur le milieu biologique. Les conclusions de ces travaux ne seront pas toujours applicables à des cas pratiques, une boue alimentée en eaux usées réelles pouvant avoir un comportement sensiblement différent.
- La répétabilité des expériences est difficile à mettre en œuvre avec des boues activées alimentées en effluent réel du fait de la variabilité de la composition de l'alimentation, de l'évolution du milieu biologique et du temps nécessaire pour réaliser les expériences (parfois plusieurs mois).

Pour remédier à ce manque de standardisation des études et fournir des données transposables aux installations réelles une solution pourrait être de focaliser les recherches sur les installations grande échelle qui fonctionnent en boues et effluents réels. Toutefois la plupart des installations industrielles sont en fonctionnement continu, il est donc difficile, voire impossible, de régler et modifier les paramètres opératoires à souhait à cause des contraintes de production.

Une autre stratégie envisageable serait de trouver des tendances globales qui pourraient être appliquées à tous les BAM. A l'échelle du réacteur, l'homogénéité de l'aération et donc de l'hydrodynamique sont d'une grande importance pour obtenir une bonne distribution du colmatage. Le cas particulier des mauvaises distributions de flux de perméation le long d'une fibre seule est bien connu mais la même tendance est observée à l'échelle du module et même à celle du BAM dans son ensemble. Il y a également un besoin de quantifier l'impact des mécanismes locaux induits par l'aération sur l'amélioration des performances de filtration, en fonction des conditions opératoires. Cela permettrait de déterminer d'éventuelles zones de prédominances des uns par rapport aux autres. Ces mécanismes sont :

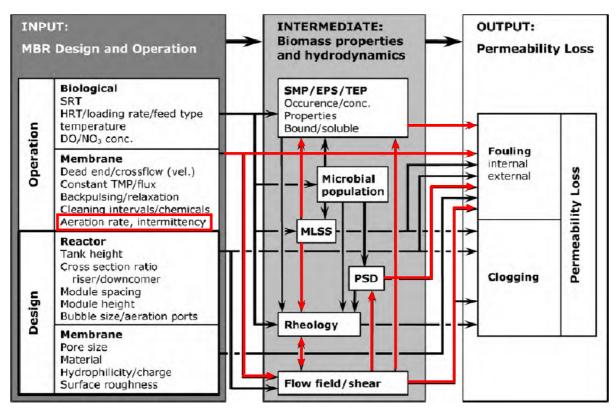
- Les turbulences, qui ont un effet bénéfique sur l'amélioration du rétrotransport. Elles permettent également d'homogénéiser les conditions hydrodynamiques grâce aux propriétés instables de l'écoulement induit.
- Le mouvement des fibres, qui pourrait augmenter la probabilité pour la membrane de bénéficier de l'influence de l'air et celle des chocs entre fibres ainsi qu'augmenter le cisaillement dû au liquide à la surface de la membrane.
- Le cisaillement induit par l'air, qui peut avoir deux effets antagonistes : un équilibre doit être trouvé entre l'augmentation des contraintes de cisaillement à la membrane qui vont permettre d'enlever les substances colmatantes adhérant à la membrane d'une part (+) et la préservation de l'intégrité des boues d'autre part (-).

En conclusion, l'amélioration des performances énergétiques des BAM passe par une double approche prenant en considération le design et les mécanismes locaux, les deux pouvant être liés (dimensions de fibres et leur mouvement). La CFD aura un rôle important à jouer dans ce but et pourra être utilisée pour les études préalables, son efficacité ayant été démontrée dans les deux cas par de nombreux exemples que ce soit sur des problèmes de configuration (densité et arrangement de fibres, dimensionnement de réacteurs) ou d'étude à une échelle plus petite (cisaillement à la membrane). En ce qui concerne la gestion du procédé, des

travaux récents ont montré que la consommation énergétique pouvait être diminuée en mettant en œuvre des algorithmes relativement simples, par exemple en adaptant le débit d'aération en fonction des variations de PTM sur le court et le long terme. Nous pouvons également espérer que le développement de capteurs et de systèmes de contrôle locaux rende la gestion des BAM plus facile et plus sûre.

Sur un plus long terme la compréhension fondamentale des phénomènes induits à l'échelle locale par l'aération pourrait également être utile au développement de modèles globaux de BAM. Comme souligné par certains auteurs qui ont traité de problèmes de CFD (Brannock *et al.*, 2010), le développement naturel des modèles de CFD appliqués aux BAM serait la prise en compte de bioréactions comme le fait le modèle Activated Sludge Model (ASM). C'est une tendance émergente et la modélisation des BAM basée sur le modèle ASM a récemment été reviewée (Fenu *et al.*, 2010b). La création d'un modèle couplant les conditions hydrodynamiques, l'évolution du milieu biologiques et des lois de transport/adhésion constituerait un outil puissant pour la gestion des BAM. Des essais ont déjà été faits dans ce sens (Zarragoitia *et al.*, 2008) mais les difficultés de modélisation liées aux échelles de temps très différentes des phénomènes en jeu ainsi que les variétés de configuration de BAM rencontrées demandent des ajustements de paramètres spécifiques qui limitent la généralisation d'un modèle global du procédé.

La Figure 1-41 (inspirée de Drews, 2010) récapitule les différents paramètres pouvant jouer sur le colmatage dans les BAM et positionne le travail présenté dans cette thèse. Les flèches rouges indiquent les voies choisies pour la compréhension du lien entre l'aération et le colmatage membranaire dans les BAMI.



SRT : âge de boues ; HRT : temps de séjour hydraulique ; TMP : pression transmembranaire ; MLSS : matière en suspension ; PSD : distribution de tailles de particules ; DO : oxygène dissous

Figure 1-41 : Récapitulatif des paramètres influençant le colmatage dans les BAM et étude choisie (inspiré de Drews, 2010)

L'étude présentée dans ce mémoire se focalise ainsi sur l'impact de l'aération sur le milieu biologique. Elle se sépare en deux grandes parties expérimentales :

- Une étude pilote dans laquelle les variations de PTM ainsi que celles des différentes propriétés des boues, et plus particulièrement la taille de flocs et les concentrations en SPE, seront évaluées pour différents réglages d'aération et de filtration.
- La caractérisation de l'hydrodynamique crée par l'injection d'air dans les modules membranaires utilisés avec l'évaluation des tailles et vitesses de bulle en fonction du débit d'air et les simulations CFD de l'écoulement induit. Celles-ci permettront de donner les gammes de cisaillement imposées aux boues qui seront ensuite utilisées pour effectuer des simulations rhéologiques et estimer l'éventuelle déstructuration des boues via l'évolution de leurs propriétés (taille de flocs et relargage de SPE).

L'étude est schématisée sur la Figure 1-42.

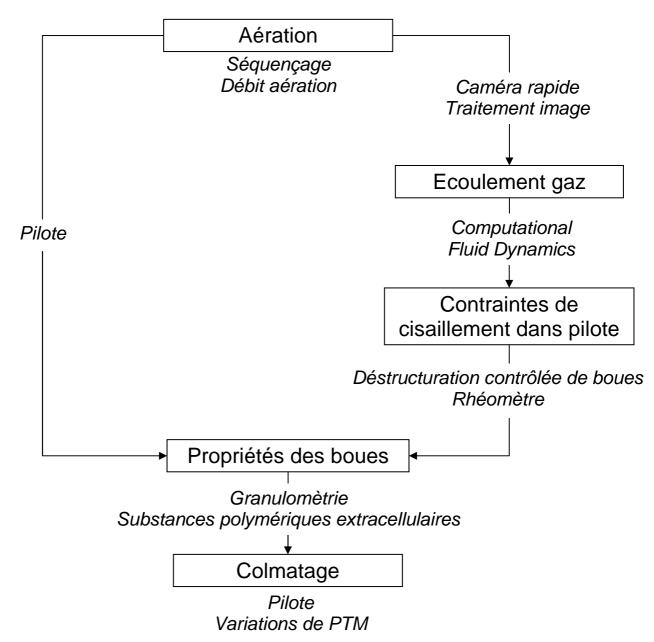


Figure 1-42 : Schéma récapitulatif de l'étude menée dans cette thèse

Aération pour le décolmatage dans les bioréacteurs à membranes immergées pour le traitement des eaux usées : impact sur le milieu biologique et la filtration

Le couplage des résultats expérimentaux et numériques permettra d'établir le lien entre paramètre opératoire (ici débit d'air) et performance du procédé (variations de PTM) via les phénomènes locaux hydrodynamiques et les variations du milieu biologique.

Partie 2 : Matériel et méthodes

Le matériel utilisé et les méthodes mises en œuvre au cours de cette étude sont présentés dans ce chapitre. Il se compose de trois parties. La première décrit l'installation pilote et les modules de filtration. La seconde traite des techniques analytiques de suivi et de caractérisation du milieu biologique. Enfin la troisième partie présente les méthodes (numériques et expérimentales) et le matériel d'étude de l'hydrodynamique.

# 1. BAMI pilote

## 1.1. Description du pilote

# 1.1.1. Hydraulique

Le pilote est un BAM en configuration semi-externe (Figure 2-1) avec un volume moyen de 15 L. Il est constitué d'une colonne en PVC transparente (le réacteur) et d'une membrane située à l'extérieur. La circulation des boues se fait par une pompe péristaltique située à l'entrée du module de filtration. Les boues circulent à vitesse lente dans le carter et autour des fibres. Le débit d'alimentation est 4 fois supérieur au débit de filtration ce qui correspond à une vitesse de 0,2 cm.s<sup>-1</sup>. Cette configuration a été choisie pour se rapprocher de la configuration semi-externe (Lorain *et al.*, 2010) qui rend la maintenance sur les modules membranaires plus simple.

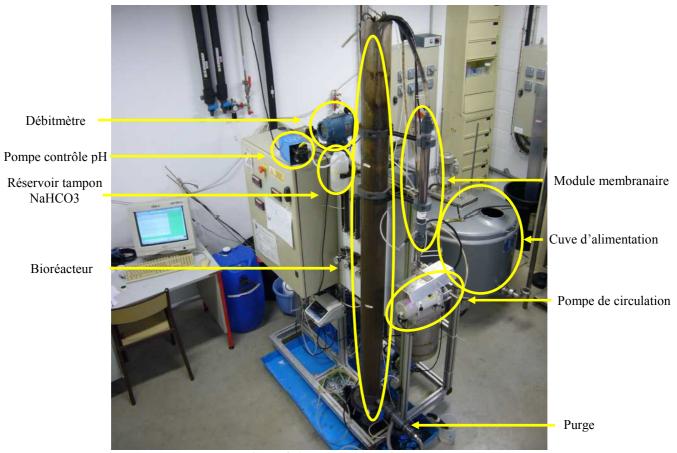


Figure 2-1: Installation pilote

L'alimentation du pilote est asservie par le niveau dans le bioréacteur. Il est alimenté par une pompe péristaltique qui se met en marche lorsque la hauteur dans le bioréacteur atteint un niveau bas. L'alimentation se fait jusqu'à un remplissage déterminé par un niveau haut. Les deux niveaux sont fixés au préalable.

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre Mettler Toledo, pH 2100. Le pH-mètre a été étalonné toutes les 2 semaines. Une solution tampon saturée en bicarbonate de sodium (NaHCO<sub>3</sub>) est utilisée pour maintenir le pH au-dessus de 7,0 pour éviter de causer un stress trop important aux bactéries.

La température est mesurée par une sonde PT 100 (gamme -50 à 250 °C).

La concentration en oxygène est mesurée avec une sonde à oxygène Mettler Toledo, O<sub>2</sub> 4100<sup>e</sup>.

La filtration se fait par succion grâce à une pompe PCM Moineau. La pression ainsi que le débit de filtration sont mesurés entre le module et la pompe Moineau. La pression est mesurée par un capteur de pression à membrane affleurante Keller. Le débit est mesuré avec un débitmètre électromagnétique Rosermount.

Les valeurs de PTM, de débit de filtration sont enregistrées toutes les secondes et celles de température, et de pH toutes les minutes grâce à un programme d'acquisition réalisé sous le logiciel DaisyLab 9.0.

Deux systèmes d'aération sont utilisés :

- A l'intérieur de la colonne une aération fines bulles (FB) permet de fournir l'oxygène nécessaire à la bonne épuration des eaux usées ainsi que de maintenir la liqueur mixte en suspension. Cette aération est séquencée (30 min on 30 min off) pour permettre le traitement de l'azote.
- De l'air est également injecté directement dans le module de filtration pour le décolmatage des membranes. Le dispositif permet de générer des grosses bulles (GB), à priori plus efficace pour le décolmatage dans les configurations confinées, ce qui est notre cas. L'aération GB est synchronisée en opposition de phase par rapport à la filtration. Les temps d'aération GB correspondent donc à des temps de relaxation.

Les débits d'air sont mesurés avec des débitmètres Brooks gamme Sho-Rate R6-15-B avec flotteur « sapphire » pour les fines bulles (gamme de débit d'air allant de 0 à 1690 L.h<sup>-1</sup>) et R2-15-C avec flotteur carboloy pour les grosses bulles (gamme de débit d'air allant de 0 à 630 L.h<sup>-1</sup>).

Des électrovannes Bürkert Typ 6213 permettent de gérer le séquençage du pilote. La Figure 2-2 récapitule les éléments du pilote qui viennent d'être décrits.

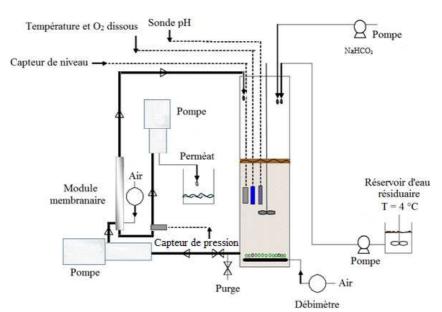


Figure 2-2 : Schéma de l'installation pilote

Le Temps de Séjour Hydraulique (TSH) correspond à la durée moyenne de contact entre l'effluent et la biomasse dans le BAMI:

$$TSH = rac{V_{r\'eacteur}}{Q_{filtration}}$$
 Équation 2-1

Le débit de filtration moyen n'ayant pas été modifié (6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> soit 1,35 L.h<sup>-1</sup>), le TSH est le même pour toutes les expériences présentées et est égal à 11,1 h. Les flux instantanés, ou flux réellement imposé sur le pilote, ont varié entre 8 et 24 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> en fonction des temps de filtration imposés (pour garder la même valeur movenne de 6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>)

#### 1.1.2. **Biologique**

Le réacteur est initialement ensemencé avec des boues activées prélevées à la station d'épuration de Ginestous (160 000 m<sup>3</sup>.j<sup>-1</sup> en capacité maximale). Au moment du prélèvement leur concentration en MES est comprise entre 2 et 3 g.L<sup>-1</sup>.

L'eau d'alimentation est récupérée elle aussi à la station d'épuration de Ginestous deux fois par semaine. Elle est préalablement tamisée puis conservée à 4°C dans la cuve d'alimentation d'un volume de 200 L, jamais plus de 4 jours. La qualité de l'effluent est estimée, en mesurant deux fois par semaine la Demande Chimique en Oxygène (DCO) de l'eau d'entrée. L'Age de Boues (AB) a été fixé à 20 jours. Il est défini comme le temps de rétention solide dans le bioréacteur, soit

$$AB = \frac{V_{réacteur}}{Q_{purge}}$$
 Équation 2-2

Avec un volume de réacteur de 15 L la purge est donc de 750 mL par jour. Elle est quotidienne mis à part le lundi et le vendredi où elle est effectuée deux fois (matin et soir pour espacer le plus possible et moins déstabiliser le BAM) pour compenser celles qui ne sont pas faites durant le week-end. De même lorsque des manipulations ont nécessité des volumes de boues supérieurs aux purges, les quantités ont été déduites sur la purge suivante pour compenser.

#### 1.2. Module membranaire

Les modules membranaires sont fournis par Polymem. Les fibres creuses en polysulfone sont empotées dans un carter cylindrique ce qui permet de confiner les bulles d'air à proximité des membranes. La filtration se fait de l'extérieur vers l'intérieur des fibres. L'air est injecté en bas du module par 3 trous de 1 mm de diamètre répartis à 120° les uns des autres. La Figure 2-3 présente un module de filtration dans une position horizontale. En pratique il est placé verticalement à l'extérieur du bioréacteur. L'écoulement est ascendant et l'entrée des boues est placée en bas alors que leur sortie est en haut.

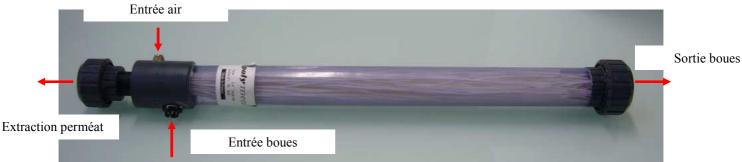


Figure 2-3: Module de filtration semi externe Polymem

Les caractéristiques des modules sont récapitulées dans le Tableau 2-1.

| Tahleau 2-1 ·  | Caractéristiques  | des modules   | membranaires  |
|----------------|-------------------|---------------|---------------|
| I abicau 2-1 . | Cai acteristiques | ucs illuuules | membi anan es |

| Module Polymem UF 1020 M3        |             |  |  |
|----------------------------------|-------------|--|--|
| Surface (m <sup>2</sup> )        | 0,225       |  |  |
| Matériau                         | Polysulfone |  |  |
| Nombre de fibres                 | 111         |  |  |
| Diamètre interne fibre (mm)      | 0,85        |  |  |
| Diamètre externe fibre (mm)      | 1,45        |  |  |
| Seuil de coupure (µm)            | 0,08        |  |  |
| Longueur de fibre utile (cm)     | 45          |  |  |
| Densité de fibres « utile » (%)  | 63,00       |  |  |
| Densité de fibres « carter » (%) | 18,96       |  |  |

La densité de fibre « utile » est égale sur une section du module à la proportion de la surface occupée par les fibres par rapport à celle du faisceau de fibres.

$$\phi_{utile} = \frac{S_{fibres}}{S_{faisceau}} = \frac{N_{fibres}D_{externe\ fibres}^2}{D_{faisceau}^2}$$
 Équation 2-3

La densité de fibre « carter » est égale sur une section du module à la proportion de la surface occupée par les fibres par rapport à celle du module.

$$\phi_{carter} = \frac{S_{\it fibres}}{S_{\it mod\,ule}} = \frac{N_{\it fibres}D_{\it externe\ fibres}^2}{D_{\it mod\,ule}^2} \ \ {\it \acute{E}quation\ 2-4}$$

Pour plus de clarté la Figure 2-4 illustre la coupe transversale du module de fibres creuses.

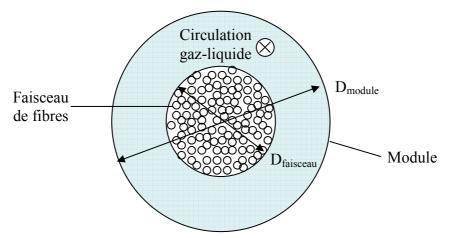


Figure 2-4: Coupe transversale du module de fibres creuses

Les dimensions sont de 0,037 m pour le diamètre du module et de 0,0192 m pour le diamètre du faisceau (qui correspond au diamètre interne du fourreau d'empotage). Le diamètre externe de ce fourreau, égal à 0,025 m, a été retenu comme valeur pour la modélisation en mécanique des fluides. La compacité (ou surface spécifique) du module est de 470 m²<sub>fibres</sub>.m⁻³<sub>module</sub>, ce qui est très dense.

Les mesures de perméabilité sont réalisées à chaque changement de module. La perméabilité est évaluée en filtrant de l'eau et en mesurant le débit de filtration (à l'aide d'une éprouvette graduée et d'un chronomètre) pour plusieurs valeurs de PTM. Le tracé de  $J=f(\Delta P)$  donne une droite de coefficient directeur égal à la perméabilité, selon la loi de Darcy :

$$J = \frac{\Delta P}{\mu R_m} = L_p \Delta P \text{ Équation 2-5}$$

Il est difficile de nettoyer les modules après utilisation sur le pilote, leur perméabilité après utilisation étant en général inférieure à 50 % de la perméabilité du module neuf. Cette perte s'accentue au fur et à mesure des utilisations sauf pour des nettoyages spéciaux, ou le nettoyage est répété et poussé pour augmenter significativement la perméabilité. Ce problème avait déjà été relevé : d'après le rapport d'activité final du projet européen AMEDEUS (2010) entre 40 et 60 % de la perméabilité initiale des modules Polymem est récupérable avec l'utilisation de Cl à 2000 ppm après « colmatage à échelle réelle », protocole développé pour le projet qui se rapproche le plus de nos conditions d'utilisation.

Les valeurs de perméabilité initiales sont de  $315 \pm 47 \, \text{L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{bar}^{-1}$  ce qui représente des écarts types de 15 %. Ces écarts de perméabilité entre modules seront d'autant plus grands après utilisation et colmatage. Les valeurs de perméabilité des modules avant utilisation seront donc précisées pour chaque profil de PTM étudié dans le but de rendre leur comparaison possible.

# 1.3. Pression TransMembranaire (PTM)

Les donnés de PTM enregistrées toutes les 10 s ont été traitées. Des moyennes ont été réalisées sur les données brutes toutes les heures soit sur 360 valeurs. Cette valeur a été choisie car elle correspond à un cycle d'aération FB. Les valeurs ne seront donc pas influencées par les variations de concentration en oxygène. Les cycles de filtration testés étant de 5 min cela correspond à 12 cycles filtration / aération. La Figure 2-5 représente les variations de PTM sur une heure pour un séquençage 75 s filtration / 225 s aération grosses bulles, ainsi que les réglages d'aération.

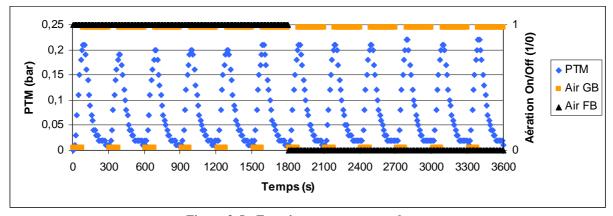


Figure 2-5: Fonctionnement sur une heure

La PTM augmente pendant la filtration et diminue pendant la relaxation. Le choix de synchroniser en opposition de phase filtration et aération GB a été fait en suivant les conclusions de l'étude bibliographique qui recense de meilleures performances pour ce type de séquençage.

Les valeurs présentées ont nécessité quelques traitements par rapport aux valeurs brutes de PTM. Celles-ci sont négatives étant donné que le travail est fait en aspiration/dépression. Pour plus de clarté nous avons choisi de les présenter en valeur absolue. Dans un premier temps la pression hydrostatique correspondant à la hauteur de liquide par rapport à la mesure de pression (~0,07 bar) est soustraite aux valeurs de PTM brutes. Le but est d'avoir une PTM nulle lorsqu'il n'y a pas de filtration. Les valeurs obtenues sont ensuite considérées en valeur absolue. Cela permet d'avoir des valeurs de PTM positives partant de 0 ce qui nous a semblé plus clair dans la présentation des résultats.

Les données brutes de température sont également récupérées, dans le but de corriger l'effet de la température sur la viscosité des boues. Elles sont acquises toutes les 60 s et donc

moyennées sur 60 valeurs pour obtenir les moyennes sur les heures ce qui correspond au temps sur lequel les moyennes de PTM sont calculées. Les valeurs de PTM sont corrigées en considérant une variation de la viscosité de 3 % par degré en utilisant la formule suivante :

$$PTM_{20} = \frac{PTM_T}{(1-0.03\times(T-20))}$$
 Équation 2-6

Un exemple de dérive de PTM est présenté sur la Figure 2-6.

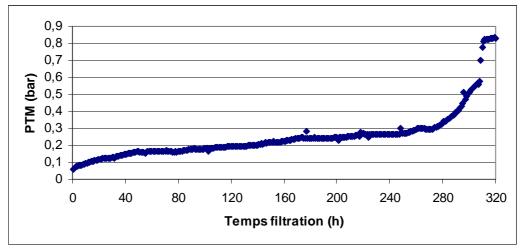


Figure 2-6 : PTM corrigée et lissée

Nous pouvons reconnaître l'allure typique décrite dans la bibliographie (Partie 1 2) avec une zone de palier (0-275 h) dans laquelle la PTM augmente faiblement et un saut de PTM (275-320 h). La PTM se stabilise à la fin de l'expérience car elle atteint la valeur limite qui est fixée sur le pilote (sécurité pour ne pas détériorer les membranes).

Un traitement supplémentaire de lissage a été imposé pour pouvoir réaliser des analyses statistiques. La méthode et les résultats obtenus sont présentés en Annexe 2.2.

### 2. Caractérisation des boues

Les techniques analytiques de caractérisation des boues mises en œuvre dans cette étude ont permis d'une part de s'assurer du bon fonctionnement du pilote avec des mesures de suivi telles que celles de concentration en MES ou de DCO et d'autre part de suivre des propriétés des boues plus spécifiques comme les tailles de flocs et les concentrations en SPE qui pourraient avoir un lien avec le colmatage.

# 2.1. Considérations générales

Le surnageant désigne l'échantillon obtenu après centrifugation à 4200 g pendant 10 min puis filtration à 1,2 μm (filtre en acétate de cellulose, 1,2 μm, Ø 47 mm, Whatman).

Les prélèvements sont effectués lors de la phase d'aération fines bulles par soucis d'homogénéité, à un moment précis de la phase d'aération (milieu de la phase, soit 900 s sur un cycle d'aération/non aération de 1800 s/1800 s) pour limiter l'influence de la concentration en oxygène. Un litre de boues est d'abord soutiré par la purge puis remis dans le bioréacteur pour éviter de polluer l'échantillon avec des dépôts ou particules décantés. L'échantillon est ensuite récupéré à la purge.

# 2.2. Matières En Suspension (MES)

La mesure des concentrations en MES a été faite par centrifugation suivie de séchage (norme AFNOR 90-105). Une centrifugeuse Sigma 3K20 équipée de godets de 50 mL de volume a été utilisée. Après centrifugation des boues à 4200 g pendant 10 min les culots de

centrifugation sont récupérés dans des coupelles et séchés à 105 °C pendant 24 h. La différence de pesée entre coupelle après séchage et coupelle propre ramenée au volume d'échantillon donne la valeur de MES exprimée en g.L<sup>-1</sup>. Cette mesure est faite deux fois par semaine.

$$C_{MES} = \frac{M_{105^{\circ}C} - M_{vide}}{V_{echantillon}}$$

#### 2.3. Matières Volatiles en Suspension (MVS)

Cette mesure permet de déterminer la fraction organique des MES. Après avoir réalisé la mesure de concentration en MES récupérées par filtration sur fibres de verre, les filtres sont passés au four à 525 °C pendant 24 h. La différence de pesée avant et après calcination à 525 °C ramenée au volume d'échantillon donne la concentration en MVS en g.L<sup>-1</sup>.

$$C_{MVS} = \frac{M_{105^{\circ}C} - M_{500^{\circ}C}}{V_{\acute{e}chantillon}} ~\acute{\mathbf{E}} \mathbf{quation~2-7}$$
 Nous pouvons également exprimer un pourcentage de fraction organique :

% fraction organique = 
$$\frac{C_{MVS}}{C_{MES}} = \frac{M_{105^{\circ}C} - M_{500^{\circ}C}}{M_{105^{\circ}C} - M_{vide}}$$
 Équation 2-8

Cette mesure a été réalisée une seule fois sur les boues du BAMI pour donner un ordre de grandeur étant donné que nous ne disposions pas de four à 525 °C dans le laboratoire. Elle a été réalisée le 08 juin 2011 et la fraction organique a été estimée à 89 %. En comparaison la fraction organique des boues de la STEP de Ginestous a été estimée à 91 % le 30 août 2011.

#### 2.4. Demande Chimique en Oxygène (DCO)

La mesure de DCO correspond à la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder de manière chimique les substances réductrices d'un échantillon d'eau. L'oxydant utilisé est du dichromate de potassium (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) en milieu acide. Des kits Hanna Instruments ont été utilisés (références HI 93754B-25 MR pour les tubes en gamme moyenne (0-1500 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>) et HI 93754H-25 LR pour ceux en gamme basse (0-150 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>)). Après mélange de l'échantillon avec le réactif les tubes sont chauffés à 150 °C pendant 2 h (réacteur Hach). La réaction induit un passage de l'état hexavalent à trivalent de l'ion chromium et la variation colorimétrique est évaluée au spectrophotomètre précalibré (Hach-Odyssey) après refroidissement des tubes. Le résultat est exprimé en mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>. Des tubes en gamme moyenne sont utilisés pour les mesures sur l'ERU en entrée et le surnageant des boues et des tubes en gamme basse sont utilisés pour les mesures sur le perméat. Cette mesure est réalisée deux fois par semaine.

Tableau 2-2 : Protocole de mesure de la DCO

Introduire 2 mL d'échantillon dans les tubes de réactif

Chauffer à 150 °C pendant 2 h

Laisser refroidir à température ambiante

Lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 562nm contre un blanc réactif

Les écarts types ont été évalués à 23 % en réalisant 5 mesures sur l'eau usée. Il faut préciser que la mesure a été réalisée après 4 jours de stockage dans la cuve d'alimentation avec une valeur moyenne relativement faible de 427 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>.Cette erreur concerne les résultats présentés traitant de la DCO mais il faut préciser que celle-ci varie également durant le stockage dans la cuve. Le renouvellement des eaux étant fait deux fois par semaine certaines eaux sont stockées jusqu'à quatre jours avant dilution avec des eaux fraiches. La plupart des mesures sont faites après rajout de l'eau mais pour des raisons pratiques certaines mesures ont été réalisées en fin de stockage. La DCO diminue au cours de ce stockage et certaines valeurs présentées, correspondant aux fin de stockage, sont particulièrement basses comparées aux autres comme nous le verrons dans la Partie 3 2. La prise en compte de ces valeurs basses sera précisée dans les résultats par la mention « sans correction stockage ». Lorsqu'elles ont été éliminées la mention sera « correction stockage »

# 2.5. Résistance spécifique

Le but de cette mesure est de caractériser la filtrabilité de la boue activée par une microfiltration frontale. La boue est mise sous pression dans une cellule de filtration cylindrique ( $\sim 60$  mL). Les filtres sont en acétate de cellulose avec des pores de 0,2  $\mu$ m (Ø 47 mm, Sartorius AG). La filtration se fait sans agitation et à pression constante fixée à 0,55 bar ce qui est de l'ordre de grandeur des PTM imposées sur le pilote. Le volume d'eau filtrée est mesuré par pesée et enregistré au cours du temps (acquisition faite sous le logiciel Labview).

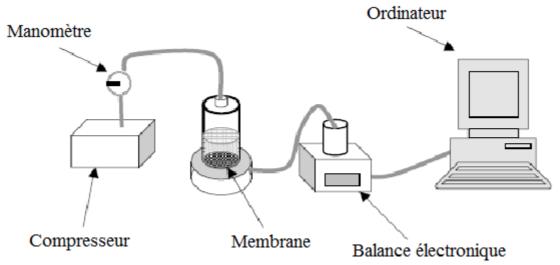


Figure 2-7 : Mesure de résistance spécifique

L'expression suivante caractérise l'évolution du volume filtré en fonction des paramètres de la manipulation :

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu}{\Delta P \Omega} \left[ \frac{\alpha C}{2\Omega} V + R_m \right]$$
 Équation 2-9

Où t est le temps de filtration (s),  $\Delta P$  la différence de pression imposée (Pa),  $\Omega$  la surface de la membrane (m²), V le volume filtré (m³),  $\mu$  la viscosité du perméat considérée ici comme égale à celle de l'eau (0,001 Pa.s),  $R_m$  la résistance de la membrane (m¹), C la concentration en MES des boues (kg.m³) et  $\alpha$  la résistance spécifique (m.kg¹).

La résistance spécifique est évaluée en traçant la courbe t/V=f(V) qui est une fonction affine On obtient la résistance spécifique en fonction de la pente de cette fonction :

$$\alpha = \frac{2Pente\Delta P\Omega^2}{\mu C}$$
 Équation 2-10

Cette mesure est réalisée une à deux fois par semaine.

# 2.6. Substances Polymériques Extracellulaires (SPE)

Comme nous l'avons vu dans le chapitre bibliographique les SPE sont des substances qui peuvent avoir un effet important sur le colmatage bien que cet effet ne soit pas encore clairement évalué. En général les études se limitent au suivi des concentrations en protéines et en polysaccharides ce qui sera également notre cas. Il est important de faire la différence entre :

- SPE liées : ce sont les substances rattachées au floc. Une étape d'extraction sera nécessaire pour séparer ces substances des flocs et les doser.
- SPE solubles : elles sont directement dans le surnageant des boues. Nous parlerons de SPE solubles et non de PMS car nous mesurons ici également les SPE apportées par les ERU qui s'accumulent potentiellement dans le surnageant et non celles uniquement liées à une activité des boues.

Par la suite les termes SPE solubles et SPE liées réfèreront aux boues. Le terme « SPE des boues » regroupe ces deux termes. Les SPE ont également été mesurées dans le perméat et l'ERU d'entrée. Pour ces échantillons la distinction ne sera pas faite entre SPE solubles et liées car la mesure est faite directement sur l'échantillon (après dilution pour les ERU) et correspond à des SPE totales. Les termes « SPE dans le perméat » et « SPE dans les ERU » seront donc tout simplement utilisés. Les mesures sont effectuées une à deux fois par semaine.

### 2.6.1. Extraction

L'extraction des SPE liées a été réalisée suivant la méthode développée par Frolund *et al.* (1996) impliquant l'utilisation de Résines Echangeuses de Cations (REC). L'extraction par REC permet d'échanger les cations divalents des flocs responsables des ponts entre chaînes polymériques par des ions monovalents (Na<sup>+</sup> dans notre cas) ou d'autres ions divalents ayant moins d'affinité avec les exopolymères. Il est ainsi possible d'affaiblir la cohésion des flocs pour libérer les SPE liées dans le milieu sous forme soluble. Une centrifugation à forte vitesse (12000 g) répétée deux fois suit cette étape pour améliorer l'extraction en séparant les SPE des autres cellules et particules. Pour plus de détails sur cette méthode et une comparaison avec les autres techniques existantes nous pourrons nous référer à Massé (2004).

Les quantités de protéines et de polysaccharides extraites en fonction du temps (en heures) sur une boue de STEP classique lors du développement de la méthode (Frolund *et al.*, 1996) sont représentées sur les Figure 2-8 et Figure 2-9:

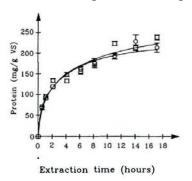


Figure 2-8 : Quantité de protéines extraite en fonction du temps (Frolund *et al.*, 1996)

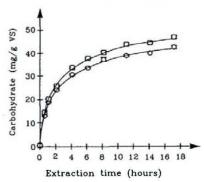


Figure 2-9 : Quantité de polysaccharides extraite en fonction du temps (Frolund *et al.*, 1996)

Les auteurs proposent deux méthodes : une méthode douce avec un temps de contact court et une méthode longue. La méthode longue induisant un plus grand temps de contact entre flocs et résines a été préférée pour limiter la variabilité en fonction du temps d'extraction (Figure 2-8 et Figure 2-9). Bien que ce temps d'extraction important induise une lyse cellulaire (observée pour des temps d'extraction supérieurs à 1-2 h) les auteurs ne considèrent pas la

lyse cellulaire, même totale, comme prépondérante étant donné que la biomasse cellulaire totale a été estimée à environ 10-15 % de la fraction organique des boues.

Le temps d'extraction a été fixé à 14 h, l'agitation à 700 rpm et la quantité de résine à 70 g<sub>REC</sub>.g<sup>-1</sup><sub>MES</sub>. Les REC utilisées sont des Dowex Marathon C, 20-50, forme Na<sup>+</sup>, Sigma-Aldrich. Avant utilisation, la résine est préalablement lavée selon le protocole suivant : 1 kg de résine est placé sous agitation avec 2 L de tampon phosphate pendant 1 h puis, après décantation durant 5 min, le surnageant est éliminé; la résine est alors laissée 1 nuit à l'étuve à 30°C. Le tampon utilisé est un tampon phosphate de pH proche de celui des boues (7). La composition de la solution tampon est la suivante: 2 mM Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 4 mM NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, 9 mM NaCl, 1 mM KCl à pH 7. Le protocole d'extraction est récapitulé sur la Figure 2-10.

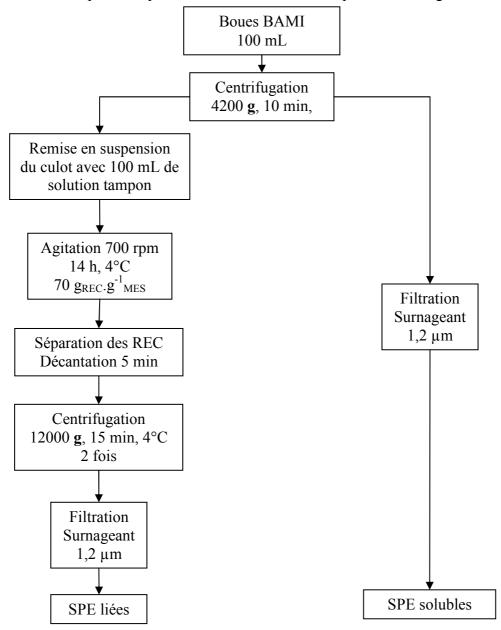


Figure 2-10 : Protocole d'extraction des SPE liées et séparation des SPE solubles

# 2.6.2. Dosage des protéines

La méthode développée par Smith *et al.* (1985) impliquant l'usage d'acide bicinchoninique a été retenue pour cette étude. L'acide bicinchoninique est un réactif colorigène hautement spécifique pour le Cu(I), qui forme un complexe pourpre ayant une absorption optique

maximale à 562 nm. Les protéines réduisent tout d'abord l'ion cuivrique Cu(II) en Cu(I) en milieu alcalin selon la réaction du biuret. L'absorbance est proportionnelle à la concentration de protéines. Cette méthode est une alternative à la méthode de Lowry.

Figure 2-11 : Formation du complexe mauve suite à la réaction de l'acide bicinchoninique et de l'ion cuivrique généré après la réaction du biuret

### Tableau 2-3 : Protocole de dosage des protéines

Préparer le réactif

Mélanger 100 µL d'échantillon et 2 mL de réactif

Homogénéiser au vortex

Mettre au bain-marie à 60 °C pendant 30 min

Refroidir à température ambiante

Homogénéiser au vortex

Lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 562 nm contre un blanc réactif

La concentration en protéines est calculée à partir d'une gamme étalon réalisée avec de l'albumine de sérum bovin (BSA en anglais) (Albumine bovine / fraction V protein, Acros organics, 96 – 100% purity) pour des concentrations de 0,04-0,08-0,12-0,16 et 0,2 g.L<sup>-1</sup>. Les résultats sont exprimés en mg équivalent BSA par litre. Les mesures sont faites sur le perméat, l'eau d'entrée, les SPE liées et solubles. La gamme étalon est réalisée en triplica et les mesures sont faites sur 5 échantillons. Les résultats présentés ne tiennent compte que de 3 résultats avec les valeurs extrêmes n'étant pas considérées dans l'analyse par rapport aux 5 échantillons mesurés. Une dilution est nécessaire pour les ERU et les SPE liées (facteur compris entre 4 et 6) pour rentrer dans la gamme étalon.

# 2.6.3. Dosage des polysaccharides

La méthode colorimétrique utilisée pour le dosage des polysaccharides est celle établie par Weiner (1978). L'échantillon est chauffé en présence d'un réactif composé d'anthrone et d'acide sulfurique (200 mg d'anthrone dans 100 mL d'acide sulfurique) de couleur jaune. Les polysaccharides sont hydrolysés par l'acide sulfurique durant chauffage puis les monosaccharides sont déshydratés par l'anthrone ce qui donne une couleur verte à la solution obtenue.

Aération pour le décolmatage dans les bioréacteurs à membranes immergées pour le traitement des eaux usées : impact sur le milieu biologique et la filtration

#### Tableau 2-4: Protocole de dosage des polysaccharides

Mélanger 1 mL d'échantillon et 2 mL de réactif

Homogénéiser au vortex

Mettre au bain-marie à 95°C pendant 5min

Refroidir à température ambiante

Homogénéiser au vortex

Lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 625 nm contre un blanc réactif

La concentration en polysaccharides est calculée à partir d'une gamme étalon réalisée avec du glucose (D(+)-Glucose, Sigma, ≥99% purity) pour des concentrations de 0,02-0,04-0,06-0,08 et 0,1 g.L<sup>-1</sup>. Les résultats sont exprimés en mg équivalent glucose par litre. Les mesures sont faites sur le perméat, l'eau d'entrée, les SPE liées et solubles. La gamme étalon est réalisée en triplica et les mesures sont faites sur 5 échantillons. Les résultats présentés ne tiennent compte que de 3 résultats, les valeurs extrêmes n'étant pas considérées dans l'analyse par rapport aux 5 échantillons mesurés. Une dilution est nécessaire pour les ERU et les SPE liées (facteur compris entre 4 et 6) pour rentrer dans la gamme étalon.

# 2.7. Rhéologie

Le but des expériences de rhéologie est de déterminer le comportement d'un échantillon sous contrainte ou gradient de cisaillement contrôlé. L'échantillon est déposé sur un support puis soumis à des contraintes tangentielles grâce à une géométrie que l'on met en rotation à son contact. La mesure du couple et de la vitesse de rotation de la géométrie permettent de remonter aux valeurs de contraintes de cisaillement et de gradient de vitesse.

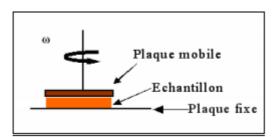


Figure 2-12 : Représentation d'un rhéomètre en configuration plan/plan

La relation entre viscosité, gradient et contrainte de cisaillement est la suivante :

$$\tau = \mu \dot{\gamma}$$
 Équation 2-11

Pour les fluides newtoniens la viscosité est constante et la relation entre contrainte et gradient de cisaillement est linéaire. Ce n'est pas le cas de la plupart des fluides, pour lesquels il serait plus juste d'écrire :

$$\tau = \mu(\dot{\gamma}, t)\dot{\gamma}$$
 Équation 2-12

En effet la viscosité dépend souvent du gradient de cisaillement. Elle peut également dépendre du temps ou de l'historique des contraintes (temps d'imposition, valeur) perçus par l'échantillon. Dans ce cas là le fluide est thixotrope. Les fluides sont classés en fonction de leur comportement et les principaux sont récapitulés sur la Figure 2-13.

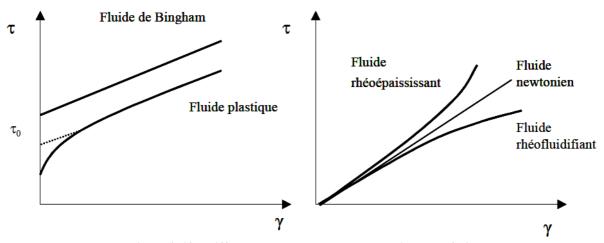


Figure 2-13 : Différents comportements rhéologiques de fluide

Un exemple type de rhéogramme réalisé sur une boue de BAM est donné sur la Figure 2-14.

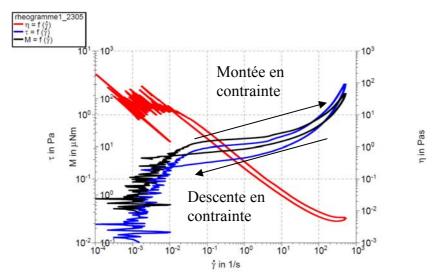


Figure 2-14 : Exemple de rhéogramme

Nous pouvons voir que les boues n'ont pas le même comportement en montée qu'en descente alors que les valeurs imposées sont les mêmes. Elles sont donc thixotropes. Elles présentent également un seuil d'écoulement et se rapprochent le plus de la catégorie visco-plastique.

Les études présentées ont été faites avec deux types de rhéomètre :

- un rhéomètre Mars III (Thermoscientific) utilisé en configuration plan/plan. La géométrie utilisée est un plan strié de 60 mm de diamètre. Les deux plans présentent des rugosités de 400 µm (ordre de grandeur des tailles de flocs) pour éviter de provoquer le glissement de l'échantillon en préservant son homogénéité dans les zones proches des parois. Toutefois les contraintes radiales ne sont pas homogènes (ce pour quoi il faudrait une géométrie conique). Ce rhéomètre a été utilisé pour les expériences de caractérisation des boues.
- un rhéomètre AR 2000 (TA Instruments) utilisé en configuration annulaire. Un rotor cylindrique de hauteur 59,50 mm, de rayon interne 20,38 mm et de rayon externe 21,96 mm tourne entre les deux parties fixes du stator : le cylindre intérieur d'un rayon de 20 mm et le cylindre extérieur d'un rayon de 22,38 mm. Il y a donc deux entrefers respectivement de 380 et 420 µm à l'intérieur et à l'extérieur. Ce rhéomètre

a été utilisé pour les expériences de déstructuration des boues car les mesures des propriétés de la liqueur mixte (taille de flocs et SPE) pouvaient être réalisées directement après cisaillement du fait de la proximité du matériel (morpho-granulomètre) et que les volumes d'échantillons étaient plus importants.

Plusieurs protocoles ont été utilisés pour caractériser les boues :

- Rhéogramme : montée exponentielle des contraintes de cisaillement de 0,01 à 3 Pa en 240 s puis redescente symétrique. Cette manipulation permet de caractériser les boues en déterminant leur seuil d'écoulement. Elle nous servira également à déterminer les paramètres du modèle rhéologique que nous utiliserons en CFD.
- Paliers imposés : réalisés dans le but de déstructurer la boue. La contrainte est fixée pendant un temps correspondant au temps d'aération sur pilote.

Toutes les mesures sont réalisées à température constante de 23°C. Après utilisation les géométries et supports sont nettoyés à l'alcool puis rincés à l'eau pour éviter la prolifération de micro organismes.

Sur la plupart des mesures une bonne répétabilité est obtenue (Figure 2-15).

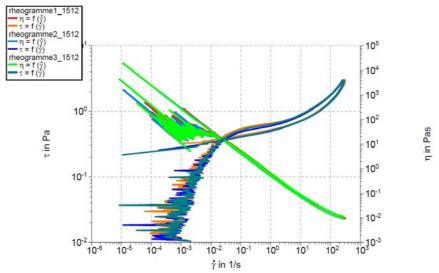


Figure 2-15 : Répétabilité obtenue sur les rhéogrammes

Il est arrivé que l'un des rhéogrammes ait une allure différente des deux autres. Dans ce cas le rhéogramme présenté dans les résultats est un des deux pour lesquels les boues ont le même comportement. Par exemple l'un des rhéogrammes 1 et 3 sera retenu pour les résultats présentés sur la Figure 2-16.

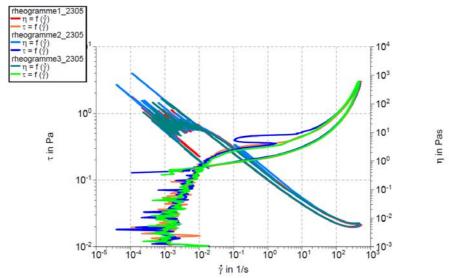


Figure 2-16: Ecart entre rhéogrammes

#### 2.8. Tailles et formes de flocs

Cette analyse permet de mesurer la répartition de la taille des flocs dans la boue activée des bioréacteurs. Deux appareils ont été utilisés : un granulomètre et un morpho-granulomètre qui permet de caractériser les formes des agrégats en plus de leur taille.

### 2.8.1. Granulométrie

L'appareil utilisé pour la mesure de taille de flocs est un Mastersizer 2000 (Malvern Instrument SA). La gamme de diamètres qu'il permet de mesurer s'étend de 0,02 à 2000  $\mu$ m. Le principe de la mesure des diamètres de particules par diffraction laser repose sur la mesure des angles de diffraction générés lorsqu'un faisceau laser rencontre l'échantillon. Les conditions et hypothèses suivantes sont prises en compte dans le calcul des diamètres de particules :

- Les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres
- Le milieu est transparent et n'absorbe pas le faisceau laser
- Les particules sont animées d'un mouvement aléatoire
- Les particules sont considérées comme sphériques, homogène et isotropes (ce qui n'est pas vérifié dans le cas des flocs)

Pour se rapprocher de ces conditions les boues sont diluées dans le perméat avec des volumes de 8 mL de boues dans 2 L de perméat (taux d'obscuration de l'ordre de 10 %). La mesure est effectuée dans les 10 minutes après prélèvement de l'échantillon. Une pompe péristaltique, permet de véhiculer l'échantillon au travers de la cellule de mesure. Elle est située en sortie de la cellule pour éviter de pré cisailler l'échantillon (Figure 2-17).

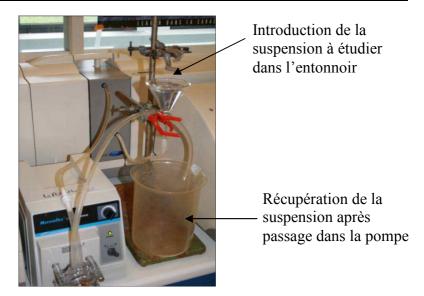


Figure 2-17 : Mesure de granulométrie

L'indice de réfraction du dispersant est considéré égal à celui de l'eau soit 1,33. Celui des particules, flocs biologiques principalement constitués de matière organique, a été pris à 1,52. Un cycle de mesures est constitué de 5 mesures successives et les résultats présentés correspondent à la moyenne des 3 analyses présentant le moins d'écart. L'erreur relative obtenue est inférieure à 15 % sur l'ensemble des mesures. Ce choix d'éliminer des mesures est justifié par le fait que l'opération est délicate lors de la mise en route de l'analyse. La suspension tourne en boucle ouverte et il est nécessaire d'ajuster le débit de la pompe péristaltique à la vitesse d'introduction de la suspension. Il est alors possible que les ajustements manuels (la suspension est versée à l'aide d'un bêcher à poignée de 2 L qu'il faut maintenir au niveau de l'entonnoir) induisent la création de bulle qui seront considérés comme des particules. De même pendant la mesure la suspension doit être ajoutée de manière très régulière et il peut arriver d'introduire des bulles dans le circuit de mesures. Celles-ci sont facilement repérables. Etant plus grosses que les flocs (~ 1 mm contre ~ 100 µm pour les agrégats biologiques), elles induisent des distributions bi modales avec un second pic observé pour des tailles élevées alors que les mesures correctes de granulométrie des boues donnent en général une distribution uni-modale. Les analyses pour lesquelles des bulles ont été mesurées ne sont donc pas prises en compte dans le traitement des résultats.

# 2.8.2. Morpho-granulométrie

Le morpho-granulomètre morphologi G3 (Malvern Instruments SA) est un système de mesure des caractéristiques morphologiques des particules qui couple un microscope et un logiciel de traitement d'images (Figure 2-18).

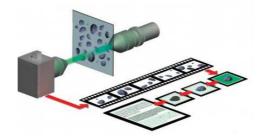


Figure 2-18 : Fonctionnement du morpho-granulomètre

L'échantillon à analyser est déposé sur une cellule en voie liquide qui est refermée, puis un microscope optique équipé d'une caméra CCD assure l'enregistrement des images. L'appareil est piloté par un logiciel de contrôle qui gère également le déroulement automatique de la mesure. L'utilisateur définit la ou les surfaces d'échantillons à scanner. A partir des surfaces successives photographiées les photos des particules sont séparées par seuillage simple et enregistrées individuellement. Des exemples d'images obtenues sont présentés sur la Figure 2-19.

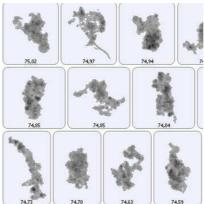


Figure 2-19: Images de flocs obtenues au Morphologi G3

Un échantillon de 10 mL de boues est prélevé et ensuite dilué 10 fois. 5 gouttes de l'échantillon obtenu sont prélevées grâce à une pipette et déposées sur la platine du Morphologi G3 puis la mesure est lancée. La reproductibilité a été vérifiée sur 3 mesures. Les erreurs relatives obtenues pour les différents paramètres morphologiques sont comprises entre 2,5 et 8,4 %.

# 3. Hydrodynamique

Cette partie présente les outils de caractérisation (acquisition et traitement manuel d'images) de l'hydrodynamique et les méthodes de simulation (CFD) utilisées en détaillant les choix de modèles basés sur des considérations théoriques.

Par ailleurs, notons que dans ce chapitre et, par la suite, dans l'ensemble des résultats présentés, nous parlerons par abus de langage et dans un but de simplification de simulation ou de manipulation « en eau » ou « en boues » en fonction du liquide pris en compte.

# 3.1. Caractérisation de l'écoulement gaz/liquide

Tous les débits d'air mesurés l'ont été avec le même débitmètre que celui utilisé sur l'installation pilote pour l'aération GB: Brooks gamme Sho-Rate R2-15-C avec flotteur carboloy (gamme de débit d'air allant de 0 à 630 L.h<sup>-1</sup>)

### 3.1.1. Estimation des taux de rétention

Les taux de rétention ont été estimés en boues et en eau pour les débits d'air testés sur le pilote (75, 112,5 et 225 L.h<sup>-1</sup>). Le module membranaire a été rempli de liquide qui a été récupéré et son volume estimé ( $V_{total} = 430 \text{ mL}$ ). Le module a ensuite été re-rempli et laissé ouvert en sortie puis le débit de gaz réglé. Le volume de liquide sorti par surverse ( $V_{surverse}$ ) après attente du régime stationnaire (lorsque plus de liquide ne sort du module) correspond au volume de gaz dans le module. Le volume de liquide restant ( $V_{restant}$ ) est mesuré et le taux de rétention est calculé de la manière suivante :

$$Taux \ r\'{e}tention = \frac{V_{total} - V_{res \tan t}}{V_{total}} = \frac{V_{surverse}}{V_{total}} \ \ \acute{E}quation \ 2-13$$

Les valeurs de rétention de gaz sont récapitulées dans le Tableau 2-5.

Tableau 2-5: Taux de rétention de gaz en eau et en boues pour les différents débits d'air

| Débit gaz (L.h <sup>-1</sup> ) | Taux de rétention en eau (%) | Taux de rétention en boues (%) |
|--------------------------------|------------------------------|--------------------------------|
| 75                             | 7,9                          | 10,3                           |
| 112,5                          | 13,7                         | 12,6                           |
| 225                            | 20,4                         | 18,5                           |

## 3.1.2. Module transparent d'observation

Un problème courant dans l'observation de bulles dans les systèmes de fibres creuses immergées est la faible différence de niveau de gris entre contour de bulles et surface membranaire. Cela rend la détection automatique de contours délicate et peut requérir un traitement manuel qui prendra un temps conséquent, étant donnée la grande quantité de données à traiter.

Cette observation a été faite sur un module réel contenant 1000 fibres (Liu et al., 2010). Avec un plus petit nombre de fibres (9) une étude a pu être réalisée à l'aide d'un logiciel de traitement d'images (Wicaksana et al., 2006). Notre cas est intermédiaire (111 fibres creuses) et pour faciliter le traitement des images un module spécifique a été conçu (« module d'observation »). Cette façon de faire avait déjà été utilisée par Yeo et al. (2006) qui ont remplacé les fibres creuses par des fibres optiques pour réaliser de la VIP dans un module carré de 3\*3 fibres.

Dans le module module d'observation de la gaine thermo rétractable transparente, en polyoléfine réticulée (ACLP, France), a été utilisée pour remplacer les fibres creuses, dans un carter en verre. Les caractéristiques des fibres ainsi que des modules utilisés sont récapitulées dans le Tableau 2-6 pour les cas « filtration » et « observation ».

Tableau 2-6 : Caractéristiques des modules

| Tableau 2-0. Calacter istiques des modules |   |  |
|--|---|--|
| Module de filtration                       | Module d'observation                      |  |
| 1,45                                       | 1,93                                      |  |
| 111  | 68  |  |
| 0,225                                      | 0,185                                     |  |
| 63,00                                      | 68,50                                     |  |
| 18,96                                      | 18,95                                     |  |
|  | Module de filtration 1,45 111 0,225 63,00 |  |

La taille de fibres la plus proche a été choisie pour correspondre le plus possible aux paramètres des modules de filtration utilisés mais le diamètre externe de la gaine thermo rétractable était supérieur à celui des fibres creuses (1,93 mm contre 1,45 mm pour les fibres de filtration). Nous avons choisi de nous adapter en faisant correspondre les densités de fibres « carter » pour impacter aussi peu que possible sur l'hydrodynamique. Le module d'observation avait donc moins de fibres à cause de leur plus grand diamètre externe. Ce module nous a permis d'améliorer le contraste à l'interface des bulles en utilisant un rétro éclairage.

Etant donné que la filtration n'était pas possible, nous avons considéré que la différence de surface membranaire n'avait pas d'importance. Le fait de ne pas filtrer ne devrait toutefois pas influencer sensiblement l'hydrodynamique étant donné que les flux radiaux imposés par la filtration ne sont pas important comparés aux flux axiaux. Cela a été estimé dans une étude antérieure (Yeo *et al.*, 2007) utilisant un dispositif de filtration immergé ayant pour but d'évaluer les contraintes de cisaillement à la surface membranaire : les flux radiaux ont été négligés, les vitesses radiales de liquide mesurées vers les fibres lors de la filtration ayant été deux à trois ordres de grandeur plus faibles que les vitesses axiales.

Pour limiter la réfraction à l'interface cylindrique verre/air du carter le module est plongé dans une cuve en verre parallélépipédique remplie d'eau (Figure 2-20).

# 3.1.3. Caméra rapide et éclairage

La caractérisation de l'écoulement de gaz par acquisition d'images par une caméra rapide présente l'avantage d'être une méthode non intrusive n'influençant pas l'écoulement.

La caméra utilisée pour les prises d'images est une caméra rapide Motion Blitz Cube 2 (Mikrotron) avec une fréquence d'acquisition maximale de 500 images par seconde et une résolution de 1280\*1024 pixels. Un objectif AF micro Nikon 105mm 1:2.8 D a été monté dessus à l'aide d'un adaptateur C Nikon.

L'éclairage a été fait de deux manières différentes :

- A l'aide d'un panneau de LEDs PP600/PP602 400\*200mm, GardenSoft Vision. La qualité de l'éclairage est très bonne mais étant donné que nous ne disposions que d'un seul panneau nous l'avons utilisé uniquement en rétro éclairage avec le module transparent.
- Avec un système de néons développé au LGC. Deux néons étaient disponibles ce qui permettait d'éclairer de manière homogène de chaque côté de la cuve. Nous l'avons utilisé pour la prise d'image de l'écoulement en boues avec un vrai module de filtration avec un carter en verre.

La Figure 2-20 présente le dispositif dans la configuration avec module transparent et panneau de LEDs.

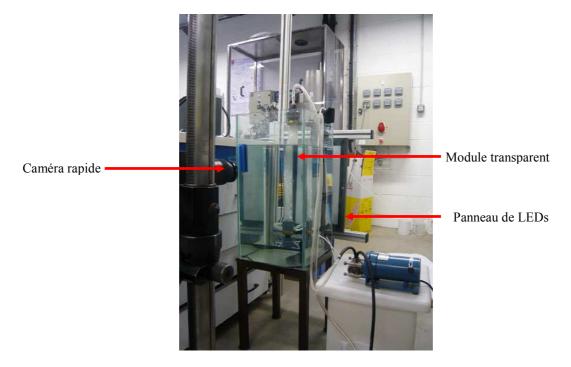


Figure 2-20: Dispositif d'acquisition d'images

Le Tableau 2-7 récapitule les paramètres sur un exemple de réglage du dispositif avec le panneau de LEDs.

#### Tableau 2-7 : Exemple de réglage de la caméra et de l'éclairage (configuration rétro éclairage)

Ouverture objectif: 5,6

Puissance éclairage panneau de LEDs: 1200

Focale: 0,8 m

Fréquence : 502 images par seconde

Temps d'obturation (shutter time) : 1990 µs

Les bulles ont été observées sur la hauteur entière du module. Pour avoir des fenêtres d'acquisition de taille correcte les images ont été prises en bas ( $\sim 0 < z < 15$  cm), au milieu ( $\sim 15 < z < 30$  cm) et en haut ( $\sim 30 < z < 45$  cm) du module. Etant donné que nous avons considéré les grosses bulles comme principales responsables du cisaillement seules les images correspondant au haut du module ont été traitées. En effet pour les fenêtres inférieures la coalescence entre bulles avait fréquemment lieu alors que dans la fenêtre supérieure le nombre de poches de gaz déjà coalescées observables était satisfaisant. Les images sont acquises à la fréquence maximale de 502 images par seconde et sont sauvegardées au format bitmap. Des exemples d'images obtenues dans toutes les configurations décrites sont présentés sur la Figure 2-21.

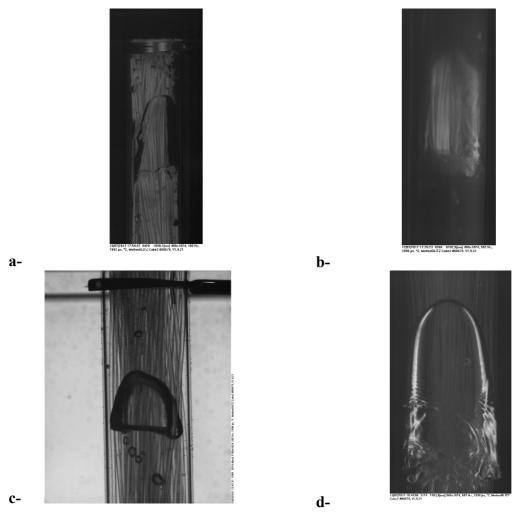


Figure 2-21: Images obtenues dans les différentes configurations a- eau/module filtration/éclairage côté/néons b- boues/module filtration/éclairage devant/néons c- eau/module observation/rétro éclairage/panneau LEDs d- eau/module observation/éclairage côté/néons

La qualité de l'image est clairement la meilleure lorsque le panneau de LEDs est utilisé (c). Le contraste est amélioré entre bulle et fibres grâce au rétroéclairage. De plus il est possible d'avoir un réglage fin en optimisant la puissance de l'éclairage en fonction de l'ouverture de l'objectif et d'atteindre la limite de saturation de la caméra, ce qui n'est pas possible quand les néons sont utilisés (d). L'utilisation du module d'observation dans ces deux cas facilite la visualisation des bulles par rapport au module de filtration (a). En ce qui concerne le suivi des bulles en boues (b) la seule configuration possible était l'utilisation du module de filtration avec des fibres blanches. Avec un éclairage de face, celles-ci réfléchissent la lumière lorsque les bulles passent entre les fibres et le carter du côté de la caméra. La qualité d'image est moindre qu'en eau mais il est possible de suivre les paquets de gaz sur la hauteur de la fenêtre d'acquisition. Les tailles de bulles évaluées seront probablement sous-estimées. En effet, au niveau du nez leur épaisseur est plus faible et les bulles ne sont donc pas visibles dans leur ensemble. L'estimation de vitesse devrait donner des valeurs plus correctes étant donné que nous suivons un paquet de gaz de taille ne variant pas significativement. Bien que nous émettions des réserves quant à la précision des résultats présentés, ils nous permettront d'avoir des ordres de grandeur et des tendances sur l'hydrodynamique en boues qui serviront de base de comparaison pour les simulations numériques.

## 3.1.4. Traitement de l'image

Le traitement est réalisé manuellement par série d'images sous ImageJ. La qualité d'image obtenue en utilisant le rétro-éclairage avec panneau de LEDs (Figure 2-21 c) laisse envisager la possibilité d'un traitement automatisé qui permettrait de travailler sur un nombre plus important de bulles et de réaliser un traitement statistique. Cela fait partie des perspectives à ce travail de thèse.

Pour chaque série d'images une mire (Figure 2-22) permet de faire la conversion pixel/cm qui est vérifiée avec la dimension du carter cylindrique. Une image sur 5 est traitée, ce qui correspond à des intervalles de 10<sup>-2</sup> s, les images ayant été acquises à la fréquence d'acquisition maximale de 502 Hz. Les contours des bulles sont délimités manuellement via l'interface graphique du logiciel. Pour chaque image de nombreuses caractéristiques de la bulle délimitée peuvent être enregistrées : aire, position du centroïde (x et y), périmètre, bounding box (boîte qui encadre la bulle, en jaune sur la Figure 2-22; les données disponibles sont sa largeur, sa longueur et la position du coin supérieur gauche), facteur de formes...

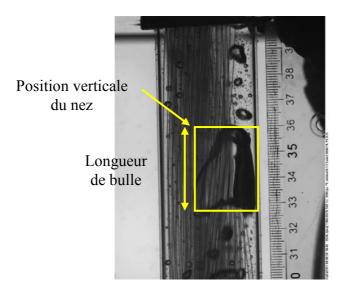


Figure 2-22: Bounding box et mire pour le traitement des images

La position verticale de nez est considérée comme étant celle du coin supérieur gauche de la bounding box. La vitesse de la bulle est déterminée en fonction des variations de cette position (choix expliqué en Annexe 3). La longueur de bulle est assimilée à la hauteur de la bounding box. Les données de chaque bulle sont traitées sous EXCEL pour convertir les pixels en dimension réelle et calculer des valeurs moyennées sur l'ensemble des valeurs disponibles pour la bulle, nombre de valeurs qui dépend de sa vitesse de passage dans la fenêtre d'acquisition.

## 3.2. Simulation numérique

Workbench est un environnement de simulation multiphysique développé par ANSYS regroupant des outils variés permettant de réaliser des simulations mêlant par exemple Conception Assistée par Ordinateur, mécanique des structures et mécanique des fluides. Le cadre de notre étude se restreint à la mécanique des fluides et les projets créés feront uniquement appel au logiciel de simulation de CFD Fluent. Workbench comprend son propre éditeur de géométrie (Design Modeler) ainsi que son propre mailleur (Meshing). Workbench sera utilisé pour créer un premier projet Fluent qui servira de support (géométrie, maillage et configuration de la simulation) mais des simulations différentes basées sur le même maillage seront ensuite réalisées sous Fluent hors de l'environnement Workbench pour des raisons pratiques.

# 3.2.1. Maillage

Les conditions aux limites de notre géométrie sont des murs sur toutes les limites. Le faisceau de membranes est simulé par un cylindre plein dont la surface n'est pas poreuse (mur). Cette simplification sera expliquée et justifiée en détail dans la Partie 4 1.

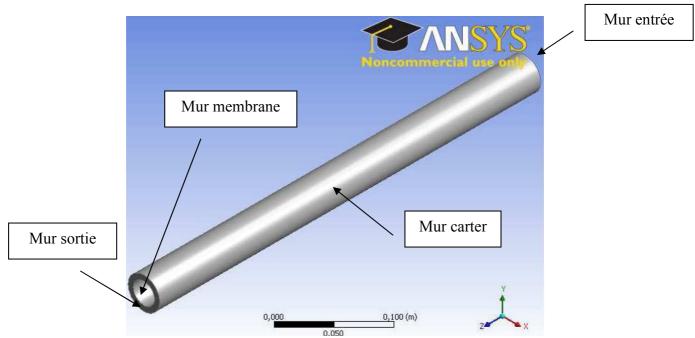


Figure 2-23 : Géométrie du module utilisée pour la CFD

Les dimensions de la géométrie sont les suivantes :

- Hauteur : 0,45 m

Diamètre interne : 0,025 m
 Diamètre externe : 0,037 m

Plusieurs maillages ont été testés. Les nombres de mailles sur les différentes zones de la géométrie et pour les différents maillages testés sont récapitulés dans le Tableau 2-8.

Tableau 2-8 : Maillages testés

| Elément/Maillage  | Lâche   | Intermédiaire | Raffiné |
|-------------------|---------|---------------|---------|
| Membrane & Carter | 60      | 80            | 90      |
| Espace annulaire  | 10      | 12            | 15      |
| Hauteur module    | 200     | 300           | 350     |
| Nombre total      | 120 000 | 288 000       | 472 500 |

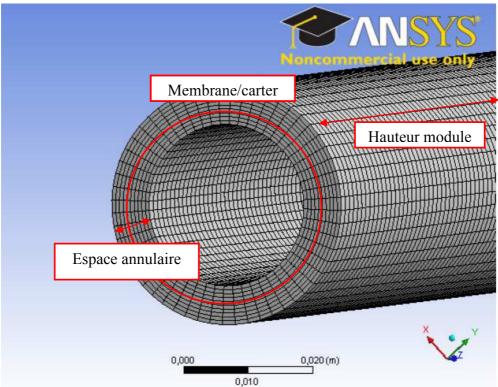


Figure 2-24: Maillage de l'espace annulaire pour la CFD

Les premières simulations ont été faites dans le but d'étudier l'influence du maillage sur les résultats et trouver le meilleur compromis entre temps de calcul et précision des résultats. Elles sont présentées en détail en Annexe 4.2.

Le maillage trop lâche ne permet pas de simuler l'écoulement correctement : une bulle de 2cm en ascension dans l'eau se casse ce qui ne correspond pas aux observations physiques. Un phénomène similaire a été remarqué par Essemiani *et al.* (2001). Cela est expliqué par le fait que le maillage n'étant pas assez raffiné, l'estimation de la courbure de l'interface gaz / liquide est inexacte.

Le maillage intermédiaire était suffisant pour conserver la bulle intacte. Nous avons ensuite testé le maillage raffiné pour vérifier que les résultats donnés par le maillage intermédiaire étaient corrects et ne nécessitaient pas un nombre de mailles supérieur. Ce dernier s'est avéré satisfaisant et a donc été utilisé pour les simulations air / eau.

Le phénomène de cassure a été observé pour le maillage intermédiaire en ce qui concerne les simulations air / boues. Celles-ci ont donc été réalisées avec le maillage raffiné.

### 3.2.2. Choix du modèle de turbulence

Dans notre configuration où des recirculations importantes de liquide ont lieu il est important de prendre en compte les vitesses de la phase liquide.

Le nombre de Reynolds a été estimé selon la formule suivante :

$$Re = \frac{D_h(\alpha_l U_l + \alpha_g U_g)}{V_l} \text{ Équation 2-14}$$

D<sub>h</sub> est le diamètre hydraulique (m) qui est égal à 4 fois le rapport de la section d'écoulement par le périmètre mouillé :

$$D_h = 4\frac{A}{P} = 4\frac{\pi (D_{ext}^2 - D_{int}^2)/4}{\pi (D_{int} + D_{ext})} = D_{ext} - D_{int} \text{ Équation 2-15}$$

Il vaut 0,012 m dans notre cas.

 $\alpha_l$  et  $\alpha_g$  sont respectivement les fractions volumiques en liquide et en air :

$$\alpha_l + \alpha_g = 1$$
 Équation 2-16

 $v_l$  est la viscosité cinématique du liquide. Pour le calcul on prendra celle de l'eau à 20°C valant  $10^{-6}~\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ .

U<sub>1</sub> et U<sub>g</sub> sont respectivement les vitesses superficielles de liquide et d'air (m.s<sup>-1</sup>).

Une première estimation du nombre de Reynolds peut être faite en ne considérant que la vitesse liquide en entrée qui est très faible (0,0026 m.s<sup>-1</sup>) et la vitesse superficielle de gaz (0,036-0,107 m.s<sup>-1</sup> pour des débits d'air de 75 et 225 L.h<sup>-1</sup>). Les Reynolds « de mélange » calculés varient de 51 à 658 pour une gamme « élargie » de fractions volumiques en air de 0.05 à 0.5.

Les taux de rétentions ont été mesurés en eau et valent 7,9 ; 13,7 et 20,5 % pour des débits d'air de 75 ; 112,5 et 225 L.h<sup>-1</sup>. Ces valeurs sont relativement élevées ce qui est dû au confinement de notre configuration. En ne considérant que la vitesse liquide en entrée et la vitesse des poches de gaz estimée dans la Partie 4 1.1.1.2 les Reynolds « de bulle » varient de 434 à 1449 pour des fractions volumiques en air de 0,079 à 0,205 et pour une vitesse de gaz de 0,428 à 0,579 m.s<sup>-1</sup> respectivement pour les faibles et fort débit d'air. En prenant en compte des vitesses de recirculation de liquide de l'ordre de la vitesse d'ascension des bulles le nombre de Reynolds (que nous pourrions qualifier de «Reynolds de circulation») varient de 5136 à 6948. Les valeurs de vitesse liquide peuvent être encore supérieures, notamment dans le sillage des bulles. Toutefois cette valeur de Reynolds est surestimée car seules les poches de gaz vont à cette vitesse, les plus petites bulles ayant une vitesse bien moins importante. Il en est de même pour l'ensemble du liquide qui n'aura pas une vitesse aussi élevée que celle prise en compte ici comme vitesse de recirculation. Nous avons tout de même considéré que le régime induit par l'injection d'air dans les modules membranaires était turbulent lorsque le liquide est de l'eau.

Le calcul est plus délicat en boues car celles-ci ont un comportement de fluide à seuil et ne peuvent être caractérisées par une viscosité constante. Nous pouvons donner un ordre de grandeur en considérant une viscosité constante calculée en fonction de la concentration en MES suivant la relation :

$$\mu_{boues} = 1.05 \mu_{H,O} \exp^{0.08 MES}$$
 Équation 2-17

qui est valable pour des concentrations inférieures à 9,122 g.L<sup>-1</sup> (Busch *et al.* 2007). En prenant une concentration en MES de 9 g.L<sup>-1</sup> cela nous donne une viscosité dynamique de 0,00215 Pa.s et une viscosité cinématique de 2,1.10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>. Les taux de rétention ont été mesurés en boues et valent 10,3 ; 12,6 et 18,5 % pour des débits d'air de 75 ; 112,5 et

225 L.h<sup>-1</sup>. En utilisant les vitesses moyennes mesurées dans la Partie 4 1.2.1 le Reynolds de circulation en boues est encadré entre 1870 et 2410.

Nous avons donc décidé de réaliser nos simulations numériques en utilisant un modèle de turbulence en eau aussi bien qu'en boues.

Il est également important de noter que les publications récentes concernant les simulations de CFD dans des BAMI utilisent des modèles de turbulence, en particulier le modèle RNG- k-ɛ (Ratkovich *et al.*, 2009, Buetehorn *et al.*, 2011). Il a été développé par Yakhot *al.* (1992). L'intérêt particulier de ce modèle est qu'il peut être paramétré pour être utilisé à bas Re. L'option de Fluent permettant de mieux gérer les faibles nombres de Re (description des équations prises en compte en Annexe 4.3) a été utilisée pour les simulations qui ont fourni les résultats présentés. Les vitesses obtenues en eau pour une bulle de 2 cm en fonction des modèles de turbulences sont présentées en Annexe 4.4.

# 3.2.3. Choix du modèle diphasique

Plusieurs modèles diphasiques sont disponibles sous Fluent. Un premier choix doit être fait entre approche Euler-Lagrange et Euler-Euler qui sont les deux approches utilisées actuellement pour les simulations numériques d'écoulement multiphasique.

Le modèle Lagrangien suit l'approche Euler-Lagrange dans Fluent. La phase fluide est considérée continue et traitée en résolvant les équations de Navier Stokes moyennées dans le temps alors que la phase dispersée est résolue en suivant un grand nombre de particules, bulles ou gouttes. Une hypothèse fondamentale est que la phase secondaire (dispersée) occupe une faible fraction volumique (< 10 %), même si une fraction massique importante est tolérée. Dans notre configuration nous suivons des poches de gaz qui occupent des fractions volumiques importantes, quantifiées par des taux de rétention compris entre 7,9 et 20,5 % pour des débits d'air variant de 75 à 225 L.h<sup>-1</sup>, gamme testée sur l'installation pilote.

Nous avons donc favorisé l'approche Euler-Euler pour laquelle le concept de fraction volumique phasique est introduit. Parmi les modèles proposés par Fluent le modèle Volume Of Fluid (VOF) est particulièrement adapté à la simulation de l'écoulement de poches de gaz (guide utilisateur Fluent). C'est une technique de suivi d'interface qui repose sur le fait que les deux fluides (ou plus) simulés ne s'interpénètrent pas. Pour chaque phase une variable est ajoutée : la fraction volumique de la phase sur le volume de calcul. Si la fraction volumique du i-ème fluide est notée  $\alpha_i$  les trois cas suivant sont possibles :

- $\alpha i = 0$ : la maille est vide du i-ème fluide
- $\alpha_i = 1$ : la maille est pleine du i-ème fluide
- $0 < \alpha_i < 1$ : la maille contient une interface entre le i-ème fluide et un ou plusieurs fluides

Ainsi les variables et propriétés dans chaque maille sont purement représentatives d'une seule phase ou d'un mélange des phases dépendant de leurs fractions volumiques (à l'interface).

### 3.2.4. Initialisation des simulations

Il a été choisi d'initialiser une bulle par la méthode « patch » qui permet d'imposer une fraction volumique dans les mailles sélectionnées. Cette approche a déjà été utilisée pour la simulation de l'ascension de bulles entre des membranes planes (Prieske *et al.*, 2010).

Une alternative aurait consisté à simuler l'injection d'air en imposant comme conditions aux limites un débit d'air sur des surfaces correspondant aux aérateurs. Nous avons toutefois estimé que cette alternative aurait nécessité un temps de simulation trop important. Ceci peut s'expliquer en se basant sur le nombre de Courant (Co), qui relie la vitesse du fluide, le pas de temps de calcul et la taille de la maille traversée de la manière suivante dans le cas général (i représentant une dimension) :

$$Co = \Delta t \sum_{i} \frac{V_{i}}{\Delta x_{i}}$$
 Équation 2-18

Nous simplifierons dans notre cas à un écoulement unidirectionnel :

$$Co = \frac{V\Delta t}{\Delta x}$$
 Équation 2-19

où v est la vitesse dans la direction x, Δt l'intervalle temporel (pas de temps dans nos simulations) et Δx l'intervalle dimensionnel (taille de maille dans la direction x). Il correspond au nombre de mailles traversées par un élément fluide. C'est un critère de convergence, également appelé condition de Courant-Friedrich-Lewy. Si la dimension du maillage est inférieure à la distance parcourue dans l'intervalle de pas de temps par l'élément de fluide le plus rapide, ce qui correspond à la condition 1 < Co, la solution n'est pas stable et diverge lorsqu'un schéma explicite est utilisé, ce qui est notre cas. La valeur de Co par défaut dans Fluent est 0,25, nous l'avons conservée. La vitesse d'air normale en sortie d'aérateur correspondant au plus faible débit testé (75 L.h<sup>-1</sup>) est de 4 m.s<sup>-1</sup> ce qui est un ordre de grandeur supérieur aux vitesses de bulles observées (0,3-0,6 m.s<sup>-1</sup>). En raisonnant à maillage et Co fixés (même stabilité et précision de calcul), les simulations avec une condition aux limites d'injection d'air nécessiteraient donc des pas de temps 10 fois plus petits, et par conséquent 10 fois plus d'itérations temporelles (et donc de temps de calcul) que les simulations en initialisant directement les poches de gaz.

C'est donc ce dernier cas que nous avons favorisé. En considérant une dimension de maille de l'ordre de 0,1 mm (taille estimée nécessaire pour un bon suivi d'interface pour des bulles de plusieurs cm de long et un espace annulaire de 0,6 cm) dans la direction axiale (direction d'écoulement z) et une vitesse de bulle de 0,5 m.s<sup>-1</sup> un Co de 0,25 correspond à un pas de temps de 5.10<sup>-5</sup> s. Nous avons donc fixé le pas de temps à 10<sup>-4</sup> s pour les 100 premières itérations (pour lesquelles la vitesse de poche est sensiblement inférieure à 0,5 m.s<sup>-1</sup>) puis donné comme condition un pas de temps adaptable avec des variations bornées et un Co de 0,25.

Pour initialiser la bulle les étapes suivantes sont suivies :

- patch d'une sphère d'air de la taille voulue au centre de l'espace annulaire (r=0,0155m) à la hauteur souhaitée (3 cm pour la plupart de nos simulations). La sphère est tronquée par la géométrie et nous obtenons un disque enroulé autour de celle-ci
- En fonction de la forme de bulle souhaitée :
  - O Calotte: patch d'un cylindre liquide (rayon supérieur à celui du carter, hauteur égale à celle à laquelle le centre de la bulle a été initialisé) pour couper la sphère en 2.
  - o Balle de fusil : patch d'un cylindre d'air dont l'axe passe par le centre de la sphère initiale (r=0,155 m), de rayon égal à celui de la sphère initiale, de limite haute égale à la hauteur du centre de la sphère initiale, et de limite basse correspondant à la longueur souhaitée. Comme dans l'étape précédente le cylindre est tronqué par la géométrie.
- patch d'un cylindre liquide juste plus grand que la membrane (rayon de 0,0129 m) et patch de liquide à l'extérieur d'un cylindre juste plus petit que le carter (rayon de 0,0181 m) pour initialiser les films liquide entre la bulle et la paroi.

Cela donne une bulle d'air qui s'enroule autour du cylindre intérieur simulant les fibres, dont on peut visualiser la forme sur la Figure 2-25 :

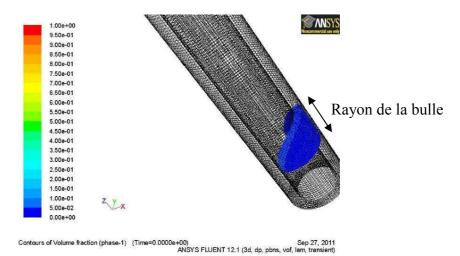


Figure 2-25: Initialisation de la bulle (ici calotte) dans la conduite annulaire par un patch pour la CFD

Pour donner une idée plus précise de la configuration de l'écoulement la Figure 2-26 illustre mieux le problème avec la comparaison de la configuration des poches de gaz en écoulement en conduite cylindrique et annulaire.

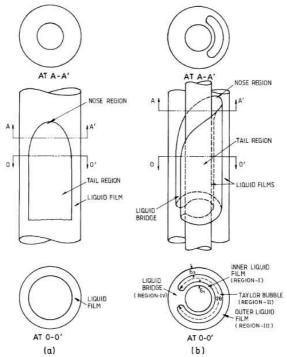


Figure 2-26: Configuration de poche en conduite cylindrique et annulaire (Das et al., 1998)

Les simulations décrites ci-dessus concernent les simulations de bulles en fluide stagnant (bulle seule). Pour simuler le cas de bulles en écoulement nous sommes partis de simulations réalisées au préalable en fluide stagnant. La bulle « en écoulement » est alors patchée dans le sillage de la bulle simulée précédemment. Pour éviter de créer de trop grande divergence la bulle est patchée en « queue » de sillage où la vitesse est relativement faible. Dans tous les cas des divergences sont observées lors des premières itérations, étant donné que nous imposons une fraction de gaz à vitesse nulle à un endroit où il y avait du liquide en faible mouvement. Toutefois les calculs se stabilisent rapidement et convergent à nouveau. Il est ainsi possible de simuler l'ascension d'une bulle dans le sillage d'une autre jusqu'à l'éventuelle coalescence.

# 3.2.5. Paramétrage de Fluent

Les paramètres de configuration de Fluent sont récapitulés dans le Tableau 2-9 pour les simulations en eau.

Tableau 2-9: Configuration des simulations sous Fluent

### Grandeurs physiques

Tension de surface : 0,072 N.m<sup>-1</sup> (eau/air)
Masse volumique : 1000 kg.m<sup>-3</sup>
Viscosité : 0,001 Pa.s
Gravité : -9,81 m.s<sup>-1</sup>

## Grandeurs numériques

Critère de convergence : 10<sup>-6</sup> Nombre de courant : 0,25

Pas de temps de départ : 10<sup>-4</sup> s (100 pas de temps fixes avant adaptation)

Facteur changement pas de temps maximal: 1,25 Facteur changement pas de temps minimal: 0,8 Pas de temps maximal: 0,0025 s

30 itérations au maximum par pas de temps

En ce qui concerne les simulations en boues des adaptations ont été faites (Partie 4 2.2.1).

## 3.2.6. Présentation des résultats

Les résultats présentés concernent principalement les vitesses de fluide et les contraintes de cisaillement imposées dans le liquide. Ils seront de plusieurs types :

• Profils : les grandeurs seront représentées suivant des lignes crées dans la géométrie. Les désignations sont représentées sur la Figure 2-27.

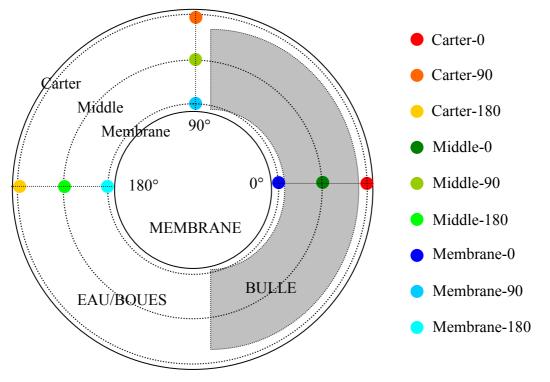


Figure 2-27 : Profils de présentation des résultats, coupe transversale de la géométrie au niveau de la bulle 9 profils ont été créés, le nom du profil correspond à une position radiale dans l'espace annulaire avec des valeurs de rayon respectives de 0,127 ; 0,155 et 0,183 m pour membrane, middle et carter. Le nombre correspond à la position angulaire par rapport

au centre (initial) de la bulle : 0 correspond au côté bulle et 180 au côté opposé (recirculation). Ces profils sont extrudés sur toute la hauteur du module (0 < z < 0.45 m).

• Contraintes de cisaillement imposées aux particules : dans le but de simuler des agrégats microbiens des particules de type « massless » (particules suivant l'écoulement) ont été introduites dans certaines simulations. Les propriétés de l'écoulement à la position de ces particules pourront être estimées à chaque itération temporelle ce qui donnera une idée des variations de cisaillement subies par les flocs et de l'homogénéité au sein du module. La contrainte de cisaillement est estimée en créant une « Custom Field Function » (fonction déterminée par l'utilisateur) renvoyant la valeur suivante :

$$\tau = \mu \dot{\gamma}$$
 Équation 2-20

Le taux de cisaillement considéré dans cette fonction est normé («strain-rate-mag» dans Fluent) et toutes les contraintes de cisaillement présentées par la suite seront donc positive, quel que soit le sens de l'écoulement.

Les particules sont positionnées à l'instant initial sur 5 profils verticaux différents : au niveau des bulles au centre de l'espace annulaire soit sur le profil middle 0 (injection-0), à la membrane côté bulle soit sur le profil membrane-0 (injection-1), au carter côté bulle soit sur le profil carter-0 (injection-2), à 90° par rapport aux bulles au centre soit sur le profil middle-90 (injection-3), à 180° par rapport aux bulles au centre soit sur le profil middle-180 (injection-4). Pour toutes les injections 0,01 m < z < 0,44 m avec 10 particules réparties régulièrement sur la hauteur.

- Cisaillements moyen et maximal dans le liquide. Ils seront déterminés dans l'ensemble du module ou dans des zones englobant la bulle et son sillage. La « Custom Field Function » présentée précédemment a été utilisée.
- Nous avons considéré principalement les vitesses axiales, selon l'axe z ; Plusieurs façons d'estimer les vitesses de bulle ont été testées :
  - O Par isoclip: des zones correspondant à une fraction volumique minimale de gaz déterminée (nous utiliserons des valeurs de 0,5; 0,7 et 0,9) sont tout d'abord créées. Les vitesses sont ensuite calculées en moyenne dans ces zones.
  - Les vitesses de bulles peuvent également être déterminées grâce à une « Custom Field Function » renvoyant la valeur suivante :

$$U_{bulle} = \frac{\left\langle \alpha_{g} U_{z} \right\rangle}{\left\langle \alpha_{g} \right\rangle}$$
 Équation 2-21

La comparaison des différentes méthodes est présentée en Annexe 4.1. Au vu des observations que nous avons faites nous avons choisi de ne présenter que les résultats obtenus par isoclip à fraction volumique égale à 0,9. Précisons que les ordres de grandeur obtenus avec les autres méthodes sont bons et les tendances sont similaires.

Lorsque plusieurs bulles sont traitées (bulles en écoulement) le maillage est séparé en deux zones à la hauteur du nez de la bulle initialisée dans le sillage de la première (Figure 2-28).

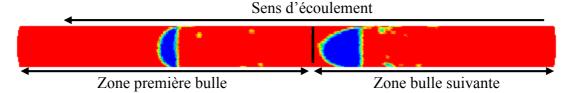


Figure 2-28 : Séparation des zones pour le calcul des propriétés dans le cas de deux bulles en écoulement Les valeurs correspondant à chaque bulle sont calculées sur les zones ainsi délimitées.

# Partie 3 Etude pilote

Ce chapitre présente les résultats obtenus sur les différentes campagnes pilote réalisées et leur analyse. Ces campagnes ont pour objectif d'identifier le lien entre paramètres opératoires (débit d'air, temps d'aération, flux de filtration et temps de filtration), propriétés des boues et performances du procédé (dérives de PTM). Les orientations suivies pour l'étude présentée dans ce chapitre ainsi que les paramètres étudiés sont représentés en rouge sur la Figure 3-1 récapitulant la démarche globale suivie dans la thèse.

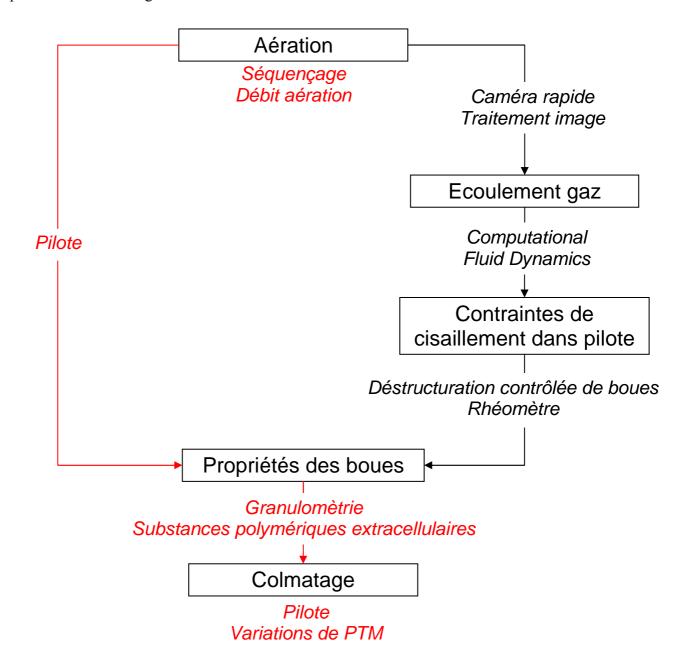


Figure 3-1 : Organisation de l'étude pilote ; lien entre colmatage et paramètre opératoires via les propriétés des boues

Partant de l'hypothèse que les boues subissent une adaptation physiologique dans les BAM du fait de l'aération (Van Kaam, 2005), le but a été de mesurer des variations sur le long terme des propriétés des boues obtenues en jouant sur les paramètres d'aération. Plus particulièrement, en plus des analyses de suivi (MES, DCO), les paramètres étudiés sont :

- Les concentrations en SPE (sucres et protéines).
  - o Liées aux flocs appelées SPE liées par la suite.
  - o Solubles appelées SPE solubles par la suite.
- La taille de flocs
- La résistance spécifique des boues
- La DCO du surnageant

Les choix de réglages de paramètres opératoires ont été faits en fonction des gammes de valeurs utilisées sur station. Ils seront présentés dans la première partie du chapitre. Les performances de filtration obtenues (variations de PTM) et les variations de propriétés des boues ainsi que de conditions opératoires (charge d'entrée principalement) sont ensuite détaillés pour les différentes campagnes réalisées.

## 1. Déroulement des expériences

### 1.1. Choix des paramètres opératoires

Pour donner un ordre de grandeur des gammes de paramètres opératoires utilisés en industrie et en laboratoire, les Tableau 3-1 et Tableau 3-2 récapitulent respectivement les valeurs fournies par les principaux fournisseurs de membranes et celles qu'il est possible de trouver dans la littérature scientifique.

Tableau 3-1 : Gammes de paramètres opératoires utilisées dans les BAMI à l'échelle industrielle (Pollet, 2009, adapté du rapport de projet européen EUROMBRA D1)

| Société     | Capacité du système<br>(m³.j˙¹) | $(L.h^{-1}.m^{-2})$ | $SAD_m$ (Nm $^3$ .h $^{-1}$ .m $^{-2}$ ) | $SAD_p$<br>(Nm $^3$ .m $^{-3}$ ) |
|-------------|---------------------------------|---------------------|--|----------------------------------|
| Zenon       | 48*                             | 18 – 24             | 0,29 - 0,40                              | 16 – 17                          |
| M. Rayon    | 0,38                            | 10                  | 0,65                                     | 65                               |
| USF Memcor  | 0,61                            | 16                  | 0,18                                     | 11                               |
| Asahi-Kasei | 0,9                             | 16                  | 0,24                                     | 15                               |
| KMS Puron   | 0,63*                           | 25                  | 0,25                                     | 10                               |
| Polymem     | -                               | 10 – 20             | 0,15 - 0,25                              | 13-25                            |

<sup>\*</sup> aération intermittente composé de cycles avec aération alternés avec des cycles sans aération.

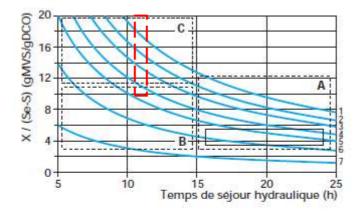
Tableau 3-2 : Gammes de paramètres opératoires utilisées dans les BAMI à l'échelle pilote (Pollet, 2009)

| J <sub>p</sub> (L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ) | SAD <sub>m</sub><br>(Nm <sup>3</sup> .m <sup>-2</sup> .h <sup>-1</sup> ) | $SAD_p$ (Nm <sup>3</sup> .m <sup>-3</sup> ) | Références                  |
|--|--|---|-----------------------------|
| 17   | 60   | 280   | Günder <i>et al.</i> (1998) |
| 10   | 1,2-4,8  | 120   | Bouhabila (2001)            |
| 9  | 1,2  | 132   | Lee et al. (2003)           |
| 7  | 0,33   | 0,002                                       | Espinosa-Bouchot (2005)     |
| 10   | 1,2  | 120   | Lesage (2005)               |
| 5  | 0,1  | 20  | Massé (2006)                |
| 8,5  | 1  | 117   | Stricot (2008)              |
| 10   | 0,45-1,36  | 45-136                                      | Lebègue et al. (2008a)      |
| 30   | 0,25   | 8   | Verrecht et al. (2008)      |

Le Tableau 3-1 donne pour les installations industrielles des gammes de flux de filtration de  $10\text{-}25~\text{L.h}^{\text{-}1}.\text{m}^{\text{-}2}$  et de  $SAD_m$  de  $0,15\text{-}0,65~\text{m}^3.\text{h}^{\text{-}1}.\text{m}^{\text{-}2}$  ce qui donne une gamme de  $SAD_p$  de  $10\text{-}65~\text{m}^3_{air}.\text{m}^{\text{-}3}_{perméat}$ , la plupart des valeurs étant inférieures à  $25~\text{m}^3_{air}.\text{m}^{\text{-}3}_{perméat}$ . Ces gammes sont beaucoup plus étendues en ce qui concerne les installations pilotes avec des flux de filtration souvent inférieurs ou à la limite basse de la gamme industrielle et des  $SAD_m$  plus élevées ce qui se traduit par des  $SAD_p$  bien supérieures ( $100~\text{m}^3_{air}.\text{m}^{\text{-}3}_{perméat}$ <) à celles trouvées sur station, pour la plupart des études.

Comme nous l'avons vu dans la bibliographie, les propriétés des boues sont susceptibles d'évoluer en fonction des conditions d'aération imposées. Toutefois peu de travaux concernent ces évolutions du milieu biologique. Une des principales études récentes sur le sujet est celle de Meng *et al.* (2008) qui a bien mis en valeur ce phénomène avec les résultats suivants : ils trouvent que si l'aération est trop faible, elle n'est pas suffisante pour décolmater mais que si elle est trop forte elle déstructure le milieu biologique ce qui induit un fort colmatage et de moins bonnes performances. Leurs tests ont été réalisés pour des débits d'air de 150, 400 et 800 L.h<sup>-1</sup>. Avec une surface membranaire de 0,1 m<sup>2</sup> cela correspond à des SAD<sub>m</sub> de 1,5 ; 4 et 8 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>, soit un ordre de grandeur de plus que les SAD<sub>m</sub> utilisées en station. Il est possible que les mécanismes observés ne concernent pas le fonctionnement de BAM à échelle industrielle.

Le but de nos recherches est de réaliser une étude de même type dans des gammes de paramètres d'aération proches de celles utilisées en station réelles. Sur notre installation nous avons été limités à un flux de 6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour que les charges volumique et massique ne soient pas trop importantes. La valeur de DCO d'entrée moyenne de 700 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup> correspond à une charge volumique de 1,51 kg<sub>DCO</sub>.j<sup>-1</sup>.m<sup>-3</sup> et la concentration en MES moyenne de 9g.L<sup>-1</sup> à une charge massique de 0,19 kg<sub>DCO</sub>.j<sup>-1</sup>.kg<sup>-1</sup><sub>MVS</sub> (les MVS ayant été estimées une fois à 89 % des MES). La Figure 3-2, qui présente les plages de fonctionnement de BAM usuelles, situe notre expérience. Le cadre en tirets rouges délimite la zone d'utilisation de notre BAMI ; en considérant des valeurs extrêmes de MVS de 7 et 11 g.L<sup>-1</sup>, et de substrat dégradé de 0,55 et 0,75 g<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>, nous avons pu encadrer le ratio MES/substrat dégradé entre 9,3 et 20 g<sub>MVS</sub>.g<sup>-1</sup><sub>DCO</sub>. La valeur de TSH correspondant au flux moyen fixé à 6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> est de 11,1 h.



|   | Cm<br>kgDCO/(kgMVS.j) | Yobs*<br>kgMVS/kgDCC |
|---|-----------------------|----------------------|
| 1 | 0,125                 | ×                    |
| 2 | 0,145                 | 0,100                |
| 3 | 0,165                 | 0,140                |
| 4 | 0,200                 | 0,190                |
| 5 | 0,240                 | 0,230                |
| 6 | 0,350                 | 0,300                |
| 7 | 0,800                 | 0,380                |
|   | 3.125520200           |                      |

X : concentration en MVS dans le pilote (g.L<sup>-1</sup>) ; Se, S : DCO de l'ERU et du perméat (g<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>)

Figure 3-2 : Abaque reliant TSH et rapport MES/substrat dégradé pour différentes charges massiques (Grasmick *et al.*, 2007)

La zone rectangulaire encadrée en noir sur la Figure 3-2 constitue la zone de dimensionnement classique des BA à faible charge. (une quantification des faibles charges est disponible dans le Rapport FNDAE 33-a, p 31) La zone d'utilisation de notre étude (entre les zones B et C) correspond à un TSH relativement court ce qui permet de gagner en compacité mais induit une production de boues assez forte avec un ratio de biomasse stabilisé par substrat dégradé important. Nous avons pu conserver des valeurs de concentration en MES dans la gamme 7-11 g.L<sup>-1</sup>. Cela a permis de faire fonctionner le BAM sans que la maintenance ne devienne une charge prépondérante, avec une fréquence de changement de module de l'ordre de la semaine alors qu'elle était de l'ordre du jour pour des flux supérieurs à 10 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> (les durées de test des séquences de filtration / aération ayant été de 3-4 semaines).

Comme nous n'avons pas pu atteindre de flux de filtration plus élevé correspondant aux données industrielles, nous avons choisi de faire varier les SAD<sub>m</sub> et SAD<sub>p</sub> pour se rapprocher des valeurs utilisées sur stations. Nous avons choisi une valeur de SAD<sub>m</sub> moyenne de 0,25 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>, qui a été conservée pour la plupart de nos expériences. Elle a été augmentée à 0,75 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour un seul test dans le but d'augmenter la gamme d'étude de déstructuration potentielle des boues. Pour le flux moyen sélectionné (6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) la gamme de valeur de SAD<sub>p</sub> correspondante est de 42-125 m<sup>3</sup><sub>air</sub>.m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub>. La valeur maximale, testée sur une seule séquence, est légèrement supérieure aux valeurs de stations réelles comprises entre 10 et 65 m<sup>3</sup><sub>air</sub>.m<sup>-3</sup><sub>perméat</sub>, mais la valeur utilisée sur la majorité des séquences reste dans cette gamme. Deux séries d'expériences ont été réalisées en prenant en compte tous les critères évoqués. Pour la première le flux de filtration moyen a été fixé à 6 L.h-1.m-2 et le débit d'air moyen à 56,3 L.h<sup>-1</sup> ce qui correspond à une SAD<sub>m</sub> moyenne de 0,25 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>. Des séquences de 5 minutes ont été testées en faisant varier les temps de filtration et d'aération. Etant donné que filtration et aération sont synchronisées en opposition de phase les temps d'aération correspondent à des temps de relaxation. Les flux de filtration et les débits d'air ont été adaptés pour conserver les mêmes valeurs moyennes. Chaque séquence, débutée après la phase de stabilisation du pilote, a été testée trois semaines, ce qui est juste supérieur à l'AB (20 jours) dans le but de voir l'éventuelle déstructuration des boues sur le long terme. Les paramètres opératoires des séquences testées sont récapitulés dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3 : Paramètres opératoires des séquences testées (campagne 1)

|          |                  |                |                     | <u> </u>     |                       |
|----------|------------------|----------------|---------------------|--------------|-----------------------|
|          | Temps filtration | Temps aération | Flux filtration     | Débit air    | $SAD_m$               |
| Séquence | (a)              | (c)            | instantané          | instantané   | instantanée           |
|          | (8)              | (8)            | $(L.h^{-1}.m^{-2})$ | $(L.h^{-1})$ | $(m^3.h^{-1}.m^{-2})$ |
| 1        | 150              | 150            | 12                  | 112,5        | 0,5                   |
| 2        | 75               | 225            | 24                  | 75           | 0,33                  |
| 3        | 225              | 75             | 8                   | 225          | 1                     |
| 4        | 150              | 150            | 12                  | 112,5        | 0,5                   |

Les valeurs de flux de filtration, de débit d'air et de SAD<sub>m</sub> sont des valeurs instantanées. La séquence 4 a permis d'estimer la répétabilité des expériences. Cette première campagne (phase de stabilisation non incluse) a duré de mars à juillet 2011. Elle avait pour but de nous donner des tendances avec deux objectifs principaux :

- L'objectif principal est de faire une première évaluation du poids du mécanisme de déstructuration de boues en fonction des débits d'air instantanés. Le suivi de l'évolution du milieu biologique et de la qualité de l'eau d'entrée permettra d'estimer les influences respectives des réglages d'aération et des propriétés de l'effluent sur les caractéristiques des boues.
- Rappelons que la dépense énergétique concernant l'aération est proportionnelle à la SAD<sub>p</sub>, et donc au débit d'air (selon les équations 4 et 5 du chapitre 1). Comme la production d'eau moyenne est la même pour les séquences testées, il sera possible de déterminer le meilleur séquençage à même consommation énergétique et production d'eau traitée dans les gammes étudiées : soit filtration faible et longue/aération forte et courte, soit filtration forte et courte/aération faible et longue.

Pour compléter cette première étude, nous avons lancé une seconde campagne. Une des difficultés principales dans l'analyse des résultats de la première campagne était que les paramètres de filtration différaient pour chaque réglage d'aération. Le but de la seconde campagne était de comparer les effets de l'aération sur les dérives de PTM avec les mêmes paramètres de filtration pour s'affranchir de leur impact. Ils ont donc été fixés et seul le débit d'air a été modifié. De plus une séquence à SAD<sub>m</sub> moyenne plus élevée que dans les autres séquences a été testée pour agrandir la gamme de déstructuration potentielle du milieu biologique. Le temps d'expérience a été augmenté à quatre semaines pour agrandir la plage d'observation des variations de propriétés des boues et travailler sur un temps sensiblement supérieur à l'AB. La valeur moyenne de flux de filtration est de 6 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> et les valeurs de débit d'air et de SAD<sub>m</sub> moyennes sont de 56,3 L.h<sup>-1</sup> et 0,25 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour le faible débit d'air (séquence 5) et de 168,8 L.h<sup>-1</sup> et 0,75 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup> pour le fort débit d'air (séquence 6). Les paramètres sont récapitulés dans le Tableau 3-4.

Tableau 3-4 : Paramètres opératoires des séquences testées (campagne 2)

| Séquence | Temps filtration (s) | Temps aération (s) | Flux filtration<br>instantané<br>(L.h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ) | Débit air<br>instantané<br>(L.h <sup>-1</sup> ) | SAD <sub>m</sub><br>instantanée<br>(m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> .m <sup>-2</sup> ) |
|----------|----------------------|--------------------|--|---|--|
| 5        | 75                   | 225                | 24   | 75  | 0,33   |
| 6        | 75                   | 225                | 24   | 225   | 1  |

Les valeurs de flux de filtration, de débit d'air et de SAD<sub>m</sub> sont des valeurs instantanées. Une séquence correspondant exactement à la séquence 2 de la première campagne nous servira de référence (séquence 5). Dans la seconde campagne la durée de chaque séquence a été augmentée à 4 semaines (au lieu de 3 pour la première campagne) soit 28 jours pour améliorer l'évaluation des éventuelles variations du milieu biologique. Cette campagne (phase de stabilisation non incluse) a duré d'octobre à décembre 2011.

Sur l'ensemble des figures illustrant les résultats présentés, les numéros de séquence seront rappelés entre parenthèses.

#### 1.2. Durée des expériences et prélèvements

Les prélèvements sont réalisés dans la colonne du pilote, ce qui correspond au compartiment bioréacteur. En effet, l'hypothèse faite est que l'adaptation du milieu biologique résulte d'un mécanisme physiologique et non mécanique (Van Kaam, 2005), il est donc nécessaire d'évaluer les évolutions des propriétés sur le long terme.

La Figure 3-3 illustre l'évolution des concentrations en MES lors de la mise en route du pilote pour la seconde campagne.

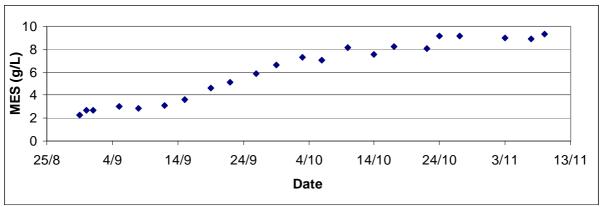


Figure 3-3: Evolution des concentrations en MES lors du lancement du pilote (campagne 2)

Il est nécessaire d'attendre environ 6 semaines, soit 2 AB, pour que les concentrations en MES, et donc la production de boues, se stabilisent dans le BAMI. C'est à partir de ce moment là que nous considérons le régime de traitement stabilisé atteint et que les séquences d'étude sont lancées. Comme nous le verrons les concentrations en MES ne restent pas constantes et oscillent autour de leur valeur de stabilisation, environ égale à 9 g.L<sup>-1</sup> sur les expériences réalisées.

## 2. Suivi du pilote

Dans cette partie les résultats concernant le suivi du pilote sont présentés :

- Qualité de l'ERU en entrée du pilote
- DCO du perméat et qualité de traitement
- Variation des concentrations en MES dans le pilote

Les variations de températures moyennes, minimales et maximales ont également été suivies. Elles ont été d'amplitudes limitées du fait que notre pilote était placé à l'intérieur du laboratoire, d'autant plus que la salle était thermostatée durant l'hiver (novembre - mars). Etant donné qu'aucun impact notoire n'a été remarqué les données concernant ce paramètre sont présentées en Annexes 1.5 et 1.6.

## 2.1. Campagne 1

Les variations des DCO en entrée (ERU) et sortie (perméat) sont présentées sur la Figure 3-4. La DCO moyenne est de  $633 \pm 169 \text{ mg}_{O2}.\text{L}^{-1}$  en entrée et de  $22 \pm 6 \text{ mg}_{O2}.\text{L}^{-1}$  en sortie.

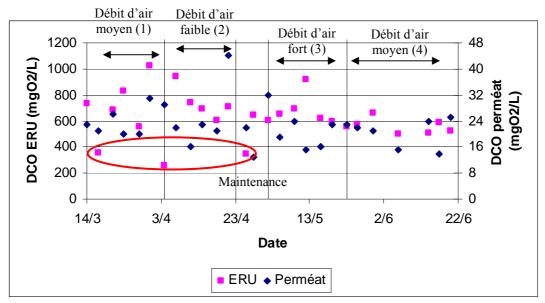


Figure 3-4 : Variations de DCO en entrée et sortie (campagne 1)

Les trois points entourés en rouge sur la Figure 3-4 correspondent aux valeurs de DCO d'ERU faibles (valeurs respectives de 358, 259 et 346 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> pour les 17 mars, 04 avril et 26 avril). Ils ont été obtenus juste avant renouvellement des eaux usées, soit après 3-4 jours de stockage. Malgré la conservation à 4 °C la DCO chute au cours du temps et cette variation de la charge d'entrée de notre pilote s'additionne à celle due aux variations de l'ERU de la STEP de Ginestous. Concernant les variations sur le plus long terme, notons que la DCO a globalement tendance à chuter au cours de cette campagne.

Le taux d'abattement de la DCO dont la valeur moyenne a été de  $96 \pm 2$  % sur cette campagne montre bien la qualité de l'eau traitée par le BAMI. Le traitement, et la qualité d'eau en sortie, sont également très constants avec des écarts types d'abattement faibles. Plus de détails sur l'abattement de DCO sont donnés en Annexe 1.1.

Les variations des concentrations en MES sont présentées sur la Figure 3-5.

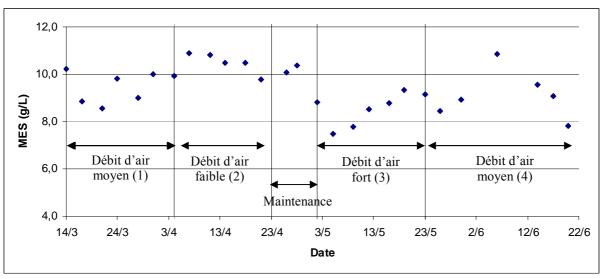


Figure 3-5: Variations de concentrations en MES (campagne 1)

Les concentrations en MES varient entre 7 et  $11 \, \mathrm{g.L^{-1}}$  avec une valeur moyenne de  $9.4 \pm 0.9 \, \mathrm{g.L^{-1}}$  sur les quatre séquences, les valeurs étant légèrement plus faibles sur la séquence 3 et plus élevées pour la séquence 2. Le Tableau 3-5 récapitule les valeurs moyennes des paramètres étudiés pour chaque séquence (les corrections de stockage sont expliquées dans la Partie 2 2.4).

Tableau 3-5 : Valeurs moyenne de MES, de DCO dans les ERU et dans le perméat (campagne 1)

| Séquence | MES (g.L <sup>-1</sup> ) | DCO ERU<br>(correction stockage)<br>(mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) | DCO ERU (sans correction stockage) (mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) | DCO perméat (mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) |
|----------|--------------------------|--|---|--|
| 1        | $9,4 \pm 0,6$            | $764 \pm 156$  | $696 \pm 208$   | $24 \pm 4$                                       |
| 2        | $10,4 \pm 0,3$           | $722 \pm 108$  | $617 \pm 205$   | 24 ± 9   |
| 3        | $8,5 \pm 0,6$            | $661 \pm 112$  | $661 \pm 112$   | $22 \pm 5$                                       |
| 4        | $9,1 \pm 1,0$            | $560 \pm 55$   | $560 \pm 55$  | $20 \pm 5$                                       |

La qualité de l'eau d'entrée varie au cours de la campagne et les propriétés des boues évoluent en conséquence ; cela sera à prendre en compte dans la comparaison de l'efficacité des différents réglages de paramètres opératoires, mais permet aussi de rester au plus proche de la réalité industrielle. Ainsi les séquences 1 et 4 sont opérées à même réglages de paramètres opératoires mais décalées dans le temps (fin mars 2011 et fin mai 2011). Le fonctionnement se fera donc potentiellement avec des boues aux propriétés différentes. La comparaison des résultats de ces séquences permettra une première estimation des impacts respectifs de l'aération et de la qualité d'eaux usées sur le milieu biologique sur le long terme et sur la filtration.

### 2.2. Campagne 2

Sur cette campagne une très forte modification de l'eau d'entrée a entraîné un changement important du milieu biologique (l'eau est collectée à l'entrée de la station d'épuration et nous subissons donc ses fluctuations). La DCO d'entrée est passée à 1290 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> alors qu'elle était de l'ordre de 800 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> sur le début de la campagne. En plus de cette DCO élevée, l'eau a présenté un caractère très colmatant lors du tamisage. Cela a entraîné une augmentation conséquente des MES (Figure 3-6). Cette eau a été rajoutée le 28 novembre 2011. Alors que la concentration en MES était stabilisée aux alentours de 9 g.L<sup>-1</sup> jusqu'au 28 novembre elle est passée à 12 g.L<sup>-1</sup> par la suite.

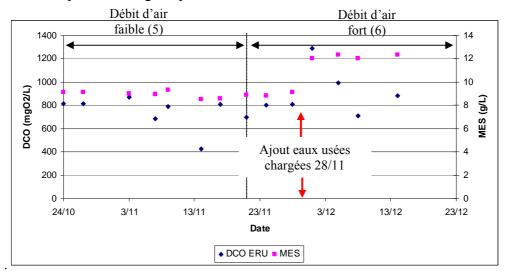


Figure 3-6 : Variations de MES et de DCO d'entrée (campagne 2)

1000 100 MES et MVS (mg/L) 800 80 ◆ MES ERU 600 60 MVS ERU 40 400 MVS/MES 200 20 0 n 14/10 24/10 3/11 13/11 23/11 3/12 13/12 23/12 Date

Les variations de la qualité de l'eau d'entrée (MES, MVS, fraction organique) sont présentées sur la Figure 3-7.

Figure 3-7 : MVS et MES dans l'eau d'entrée (campagne 2)

L'ERU présente une qualité constante sur l'ensemble de la campagne mis à part au point de forte charge. Elle présente des valeurs moyennes respectives de MES, MVS et fraction organique de 377 ± 25 g.L<sup>-1</sup>; 352 ± 26 g.L<sup>-1</sup> et 93 ± 2 % alors que l'ERU particulière présentait pour ces paramètres des valeurs de 986 g.L<sup>-1</sup>; 769 g.L<sup>-1</sup> et une forte teneur minérale de 22%. Cette modification de la qualité a été rapidement lissée par la dilution avec des ERU « normales » et elle ne constitue donc qu'un pic. Elle a toutefois eu un impact plus durable, sur la concentration en MES (Figure 3-6) qui est restée stabilisée à 12 g.L<sup>-1</sup> jusqu'à la fin de la campagne (du 01 au 13 décembre 2011), mais aussi sur d'autres propriétés des boues dont les évolutions sont décrites dans les parties suivantes.

Malgré ces variations de charge la qualité de traitement de la DCO est restée constante avec une moyenne d'abattement élevée de  $97 \pm 1$  %, ce qui montre bien la capacité du procédé à encaisser de fortes variations de la nature de l'ERU d'entrée. Cependant cela aura des effets sur les performances de filtration (Partie 3 3.2).

Les valeurs de MES, de DCO en entrée et en sortie sont récapitulées dans le Tableau 3-6. La séparation a été faite entre le début de la séquence 6 (6-1) avant apport de l'eau chargée et modification des boues et la fin de la séquence 6 après modification des boues (6-2).

Tableau 3-6 : Valeurs moyenne de MES, de DCO dans les ERU et dans le perméat (campagne 2)

| Séquence | MES (g.L <sup>-1</sup> ) | DCO ERU<br>(correction stockage)<br>(mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) | DCO ERU (sans correction stockage) (mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) | DCO perméat (mg <sub>O2</sub> .L <sup>-1</sup> ) |
|----------|--------------------------|--|---|--|
| 5        | $8,9 \pm 0,3$            | $796 \pm 56$   | $743 \pm 139$   | $26 \pm 4$                                       |
| 6-1      | $8,9 \pm 0,1$            | $770 \pm 50$   | $770 \pm 50$  | $26 \pm 10$                                      |
| 6-2      | $12,2 \pm 0,2$           | $967 \pm 212$  | $967 \pm 212$   | $23 \pm 8$                                       |

La forte modification de qualité d'ERU observée dans cette campagne a perturbé notre estimation de l'adaptation du milieu biologique aux conditions d'aération. Ce type de variations fait toutefois partie des conditions réelles et doit être pris en compte. Cela a finalement renforcé notre comparaison en élargissant la gamme d'étude. Dans ce qui suit l'apport en eaux chargées sera indiqué par une flèche rouge sur les graphes présentant les résultats de la seconde campagne.

#### 3. Dérives de PTM

Cette partie présente les dérives de PTM qui caractérisent les performances du procédé vis-àvis de la filtration.

## 3.1. Campagne 1

Les variations de PTM correspondant aux débits d'air moyen (112,5 L.h<sup>-1</sup>), faible (75 L.h<sup>-1</sup>) et fort (225 L.h<sup>-1</sup>) sont présentées respectivement en vert, bleu et rouge sur la Figure 3-8.

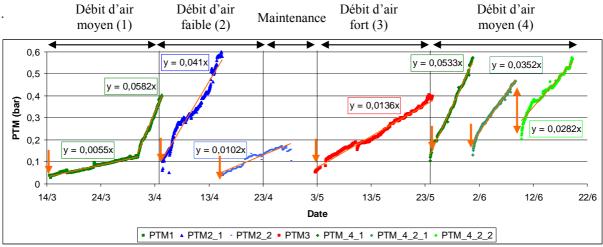


Figure 3-8 : Evolution de la PTM en fonction du temps et dérives de PTM (campagne 1)

Les flèches verticales représentent des changements de module (sauf la double flèche verticale dans la séquence 4 qui représente un simple rinçage, sans changement de module), soit un départ des tests de filtration avec des modules à perméabilité « élevée ». Les dérives de PTM données dans les cadres sont en bar.j<sup>-1</sup> pour chaque zone de dérive (palier, saut de PTM) pour chaque module.

Les perméabilités initiales des modules sont récapitulées dans le Tableau 3-7. Dans la première colonne, le premier nombre correspond à la séquence et le second à la position du module dans la séquence. Par exemple 2\_2 correspond au second module utilisé pour la deuxième séquence.

Tableau 3-7 : Perméabilité des modules utilisés (campagne 1)

|          |        |             |                              | g/                        |
|----------|--------|-------------|------------------------------|---------------------------|
| Numéro   | Numéro | Date        | Perméabilité module          | Pourcentage de la         |
| séquence | module | utilisation | $(L.h^{-1}.m^{-2}.bar^{-1})$ | perméabilité initiale (%) |
| 1        | 5      | 14/03       | 66                           | 20                        |
| 2_1      | 4      | 04/04       | 70                           | 28                        |
| 2_2      | 5      | 15/04       | 102                          | 32                        |
| 3        | 3      | 02/05       | 80                           | 27                        |
| 4_1      | 4      | 23/05       | 64                           | 26                        |
| 4_2      | 3      | 01/06       | 98                           | 33                        |

Comme précisé dans le chapitre 2, le nettoyage des modules ne permet pas de récupérer un pourcentage élevé de leur perméabilité initiale, avec ici un maximum de 33 %. De plus il est difficile d'obtenir des perméabilités proches entre les différents modules et il est impossible de travailler à conditions initiales identiques, deux modules présentant la même perméabilité n'ayant pas forcément la même répartition de colmatage. Nous avons sélectionnés des modules présentant des écarts de perméabilité les plus faibles possibles en fonction des

modules disponibles. Ainsi les modules utilisés vont présenter une perméabilité moyenne initiale de l'ordre de 100 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.bar<sup>-1</sup>

La Figure 3-8 illustre une allure de dérive de PTM typique pour la séquence 1. Elle présente une zone de pseudo-palier correspondant à une augmentation de PTM de 0,0055 bar.j<sup>-1</sup> alors que cette dérive est environ 10 fois plus importante lors du saut de PTM par rapport au palier (ici 0,0582 bar.j<sup>-1</sup>). Pour les autres séquences il est délicat de faire la différence entre ces deux zones.

Plusieurs remarques peuvent être faites sur l'ensemble de la campagne :

- Le seul réglage pour lequel il n'y aucun saut de PTM est celui au plus fort débit d'aération. Pour éviter les sauts de PTM, et donc d'atteindre les pressions nécessitant un remplacement du module trop rapidement, il serait préférable d'imposer de forts débits d'air, 225 L.h<sup>-1</sup> dans notre cas. Il faut préciser que des prises en masse du faisceau de fibres, notamment du côté où elles étaient appuyées sur le carter, ont souvent été observées lors de ces sauts de PTM. Dans ces zones l'espace entre fibres et carter est faible. Il ne favorise pas le passage des bulles et le fort encombrement est propice à des zones stagnantes, ce qui facilite le développement du gâteau de filtration à cet endroit. C'est un phénomène qui est probablement lié à la petite échelle de nos modules.
- La séquence 4 devait servir de base de répétabilité et de comparaison par rapport à la séquence 1. Nous pouvons voir que les comportements de filtration sont radicalement différents alors que les perméabilités des 2 modules utilisés sont très proches. Le fait qu'il n'y ait pas de répétabilité sur les dérives PTM montre que la qualité des boues et de l'eau d'entrée ont un effet prépondérant sur les performances du BAM par rapport aux paramètres opératoires que nous pouvons régler (séquençage et débit de filtration et d'aération).
- Lors de changement de réglage de paramètres opératoires de moins bonnes performances sont observées lorsque le débit d'air est diminué et le flux de filtration augmenté (en valeur instantanées pour les 2) :
  - O Séquence 1 -> Séquence 2 : le module « neuf » utilisé lors du réglage à débit d'air faible présente une dérive de PTM de l'ordre de celle observée lors du saut de PTM pour la séquence 1 à débit d'air moyen, survenu après deux semaines de tests de filtration.
  - O Séquence 3 -> Séquence 4 : lors du passage de débit d'air fort à moyen le module « neuf » utilisé présente une dérive de PTM quatre fois plus importante que lors du réglage à fort débit d'air.

Ainsi, pour des boues de qualités similaires (du fait de la proximité des manipulations dans le temps) deux hypothèses peuvent être faites :

- o Le flux de filtration a une importance prépondérante. Il vaut mieux travailler à flux instantané plus faible mais augmenter le temps de filtration.
- O L'aération est le facteur influent et la diminution du débit d'air instantané est toujours défavorable. Les moins bonnes performances à plus faible débit d'air pourraient être expliquées par le fait que les boues, déstructurées dans la séquence précédente (moyen à long terme), n'ont pas eu le temps de se restructurer

Etant donné que nous avons choisi de travailler à flux de filtration et à débit d'air moyens constants (la dépense énergétique en air ramenée à la production d'eau est la même pour tous les réglages), les paramètres de filtration dépendent de ceux d'aération et peuvent donc interférer. La campagne 2 a été menée dans le but de s'affranchir de l'influence des paramètres de filtration pour faciliter l'analyse.

## 3.2. Campagne 2

Dans la seconde campagne, l'augmentation importante de MES (combinée à l'augmentation de concentrations en SPE solubles comme nous le verrons dans la prochaine partie) due à la modification de l'eau d'entrée induit un colmatage bien plus rapide (Figure 3-9). Les courbes sont bleues pour la séquence 5 à faible débit d'air et rouge/orange pour la séquence 6 à fort débit d'air. Les flèches indiquent les changements de module. Les dérives de PTM sont données en bar.j<sup>-1</sup>.

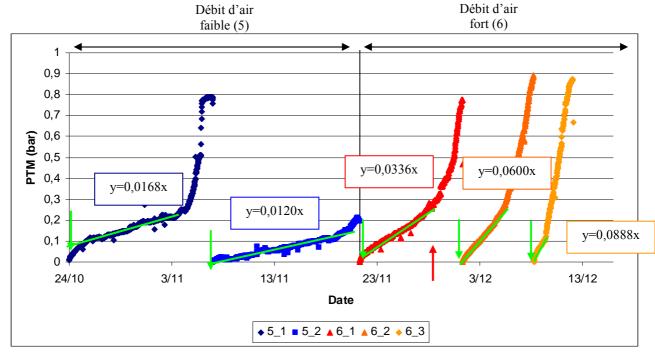


Figure 3-9 : Dérives de PTM (campagne 2)

Le choix avait été fait d'utiliser deux modules pour chaque séquence : un premier déjà utilisé avec une perméabilité de l'ordre du tiers de sa perméabilité initiale soit environ 130 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.bar<sup>-1</sup> (modules 5\_1 et 6-1\_1 respectivement pour les séquences 5 et 6-1) et un module neuf avec une perméabilité initiale supérieure à 300 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.bar<sup>-1</sup> (modules 5\_2 et 6-2\_1 respectivement pour les séquences 5 et 6-2). Les valeurs sont récapitulées dans le Tableau 3-8.

Tableau 3-8 : Perméabilités des modules utilisés campagne 2

|          | 1 11010111 | • o t i ei iiieusiii | tes des modules demses eding | , ug                      |
|----------|------------|----------------------|------------------------------|---------------------------|
| Numéro   | Numéro     | Date                 | Perméabilité module          | Pourcentage de la         |
| séquence | module     | utilisation          | $(L.h^{-1}.m^{-2}.bar^{-1})$ | perméabilité initiale (%) |
| 5_1      | 5          | 24/10                | 138                          | 43                        |
| 5_2      | 7          | 07/11                | 306                          | 100                       |
| 6-1_1    | 2          | 21/11                | 125                          | 38                        |
| 6-2_1    | 8          | 01/12                | 415                          | 100                       |
| 6-2_2    | 7          | 08/12                | 139                          | 45                        |

Du fait de la modification de la nature de la boue la comparaison entre les 2 séquences, dans leur ensemble, est délicate. Elle est cependant possible entre le premier module de la séquence 5 et le premier de la séquence 6 (Figure 3-10), ces deux modules ayant des perméabilités initiales similaires.

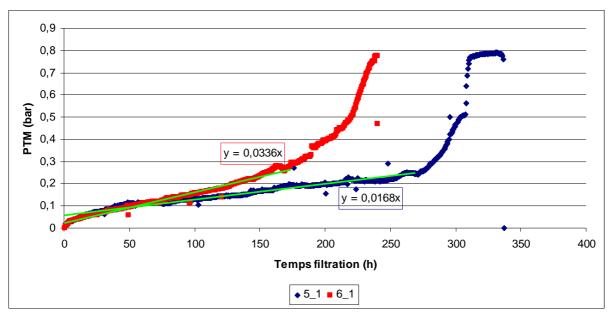


Figure 3-10 : Comparaison de dérives de PTM pour deux débits d'air différents avec des modules à même perméabilité initiale (campagne 2)

L'estimation des dérives de PTM sur les paliers a été faite avant que la variation de l'eau d'entrée n'ait eu lieu pour le module de la séquence 6, soit sur les 170 premières heures de filtration. La valeur de dérive sur le palier est bien plus faible pour le faible débit d'aération (0,0168 bar.j<sup>-1</sup> contre 0,0336 bar.j<sup>-1</sup> pour le fort débit). Ainsi une trop forte aération n'améliore pas forcément les performances de filtration dans la configuration testée.

La forte variation de charge, ayant entraîné une modification conséquente des propriétés des boues, confirme que la qualité de celles-ci est bien plus importante envers les performances de filtration que les réglages de paramètres opératoires ou même de la qualité du module. Au cours de la séquence 6 le module neuf (6-2\_1) s'est colmaté bien plus rapidement à même réglages d'aération que le module déjà utilisé (6-1\_1) alors qu'il avait une perméabilité initiale plus de trois fois supérieure (dérives de PTM respectives de 0,0600 et 0,0336 bar.j<sup>-1</sup>,).

#### 3.3. Bilan sur les dérives de PTM

Il n'y a pas de répétabilité sur les comportements de filtration lorsque les mêmes réglages d'aération et de filtration sont imposés. Cette observation a été faite avec la comparaison des séquences 1 et 4 de la première campagne. Elle est confirmée grâce aux résultats de la séquence 5 de la seconde campagne, comparables à ceux de la séquence 2. Les dérives de PTM sont plus élevées pour le module 5\_1 (0,0168 bar.j<sup>-1</sup>) que pour le module 2\_2 (0,0102 bar.j<sup>-1</sup>) alors que sa perméabilité initiale était plus élevée (138 et 102 L.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.bar<sup>-1</sup> respectivement pour les module 5\_1 et 2\_2). Les différences importantes de dérives de PTM montrent d'une part que ce sont à priori les propriétés des boues qui sont déterminantes par rapport à la filtration et d'autre part qu'il est nécessaire d'adapter l'aération (ou la filtration) en fonction de leur évolution en opérant un contrôle dynamique.

Lors de la campagne 1, la diminution du débit d'aération instantanée accompagnée d'une augmentation de flux de filtration instantané amène de moins bonnes performances. Ces

résultats ayant été observés lors de changement de séquence, nous pouvons considérer la qualité de boues comme ayant peu évolué, et donc peu influencé les dérives de PTM. La campagne 2 pour laquelle les paramètres de filtration ont été fixés a permis d'apporter un élément de réponse sur l'influence de l'aération seule: les dérives de PTM sont plus fortes à fort débit d'aération qu'à faible débit pour les même temps d'aération (la qualité de boue a peu évolué sur ces expériences comme nous le verrons par la suite). En considérant que nous pouvons nous affranchir de l'évolution des propriétés des boues sur le long terme, ces résultats amènent à deux conclusions :

- Les observations faites dans la campagne 2 montrent qu'une aération trop forte peut avoir un effet négatif sur la filtration. En revenant sur les effets de l'aération à l'échelle locale décrits dans la bibliographie, deux mécanismes peuvent être proposés :
  - O Les conditions hydrodynamiques induites par le fort débit d'air ne sont pas favorables à la filtration. Dans la bibliographie un palier d'efficacité du débit d'aération par rapport aux phénomènes hydrodynamiques locaux favorables à la filtration a été mis en évidence. Dans notre cas, il est possible que nous ayons même un impact négatif après un optimum de débit d'air du fait du confinement de notre configuration. En effet, compte tenu des taux de rétention d'air importants (20 %) induits par le fort débit d'aération, une quantité de liquide moindre, entraînant un cisaillement liquide moindre, pourrait expliquer les moins bonnes performances obtenues.
  - O Le plus fort cisaillement imposé par le fort débit d'air entraîne une déstructuration du milieu biologique sur le court terme au détriment de la filtration. Le chapitre 4 présente les travaux réalisés dans le but de déterminer si dans la gamme opératoire étudiée cette déstructuration a lieu.
- Comme à même réglage de filtration l'aération trop forte est préjudiciable au colmatage (point précédent), les résultats de la campagne 1 (plus forte dérive de PTM au changement de réglages de paramètres opératoires) s'expliquent par l'impact prépondérant du flux de filtration instantané sur les performances du procédé par rapport à l'aération. Il est donc préférable d'allonger les temps de filtration afin de diminuer les flux instantanés.

Ces observations et l'interprétation des phénomènes proposée vont être confirmées par la description de l'évolution des propriétés des boues qui suit.

#### 4. Concentrations en SPE

Les SPE sont considérées comme un facteur important influençant le colmatage bien que leur effet n'ait pas été déterminé avec précision (Partie 1 4.3.3). Cette partie présente les variations des concentrations de ces substances pour les différentes séquences. En général nous considèrerons d'une part les SPE liées aux flocs et solubles qui caractérisent plus particulièrement les boues d'une part et d'autre part les SPE présentes dans les ERU d'entrée.

#### 4.1. Campagne 1

La Figure 3-11 montre les variations de concentrations en SPE liées au cours de la campagne 1.

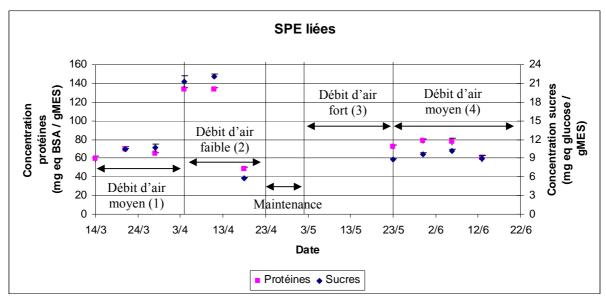


Figure 3-11 : Variations de SPE liées (campagne 1)

Suite à un problème d'approvisionnement les mesures réalisées entre le 18 avril et le 23 mai ont été faite avec du matériel différent (filtres de séparation du surnageant) et les résultats ne sont donc pas présentés. Le point réalisé le 23 mai a été fait avant le changement de séquence d'aération dans le but de caractériser l'état de la boue à la fin de la séquence à fort débit d'air. L'objectif initial de notre étude étant d'observer l'éventuelle adaptation physiologique des boues en fonction de l'aération, le plus important était de caractériser les boues en fin de séquence au moment où elles sont à priori le plus stabilisées. Nous avons donc pu réaliser le point correspondant à la séquence 3 malgré tout et avoir un point considéré comme caractéristique pour chaque réglage aération/filtration.

Les sauts de PTM observés en fin de séquence 1 et début de séquence 2 (Figure 3-8) correspondent à une augmentation des concentrations en sucre et en protéine dans les SPE liées. Alors qu'elles sont respectivement d'environ 10 mg<sub>eqglucose</sub>.g<sup>-1</sup><sub>MES</sub> et 60 mg<sub>eqBSA</sub>.g<sup>-1</sup><sub>MES</sub> sur les paliers, elles augmentent de plus du double au moment des sauts de PTM, étant approximativement de 25 mg<sub>eqglucose</sub>.g<sup>-1</sup><sub>MES</sub> et 130 mg<sub>eqBSA</sub>.g<sup>-1</sup><sub>MES</sub>. Ces variations ne semblent toutefois pas liées à une modification des réglages d'aération. En revanche des valeurs particulièrement fortes de DCO de l'ERU (1020 et 942 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> respectivement les 31 mars et 07 avril) précèdent légèrement ces mesures élevées de SPE liées (les deux points remarquables ont été obtenus les 04 et 11 avril).

Pour l'ensemble des mesures, les valeurs de SPE solubles sont proches de la limite basse de dosage. Cela est d'autant plus vrai pour les valeurs de SPE dans le perméat qui sont présentées en Annexe 1.3. Les concentrations en SPE solubles sont présentées sur la Figure 3-12.

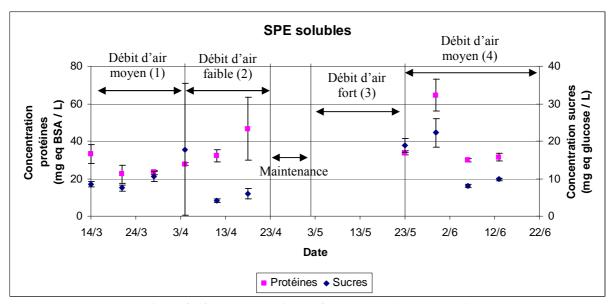


Figure 3-12: concentration en SPE solubles (campagne 1)

Les zones de fort colmatage (Figure 3-8) correspondent aux plus fortes concentrations en sucres dans les SPE solubles avec une valeur de concentration en sucres dans les SPE solubles de 18 mg<sub>eqglucose</sub>.L<sup>-1</sup> au 04 avril et respectivement de 19 et de 22 mg<sub>eqglucose</sub>.L<sup>-1</sup> pour le 23 mai et le 30 mai alors que la quasi-totalité des autres mesures sont inférieures à 10 mg<sub>eqglucose</sub>.L<sup>-1</sup>. Le fort colmatage observé en début de séquence 4 semble également dû à une valeur de concentrations en protéines dans les SPE solubles particulièrement élevée au 30 mai (65 mg<sub>eqBSA</sub>.L<sup>-1</sup>).

Les concentrations en SPE dans les eaux usées (Figure 3-13) sont présentées ci-dessous.

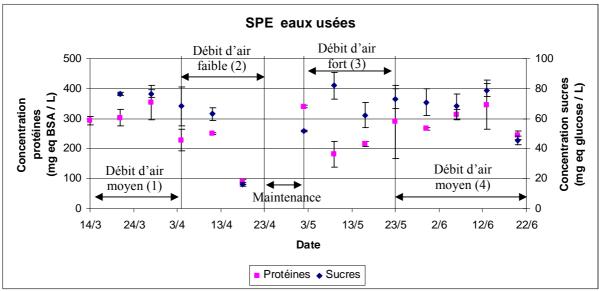


Figure 3-13 : Variations de SPE dans les eaux usées (campagne1)

La composition des eaux usées est relativement stable mis à part un point pour lequel il apparait une incohérence expérimentale avec des valeurs très faibles (au 18 avril). Les valeurs moyennes respectivement en protéines et en sucres sont de  $267 \pm 72 \, \text{mg}_{\text{eqBSA}}.\text{L}^{-1}$  et  $66 \pm 17 \, \text{mg}_{\text{eqglucose}}.\text{L}^{-1}$  ce qui représente des variations de  $25 \, \%$ . Les variations en SPE liées et solubles ne semblent pas suivre celles des SPE des eaux usées. Les valeurs moyennes sur les

différentes séquences sont récapitulées dans le Tableau 3-9, le point aberrant n'ayant pas été pris en compte.

| Tableau 3-9 : SPE dans les eaux usées (campagne 1 | eaux usées (campagne 1) | SPE dans les | Tableau 3-9 |
|---|-------------------------|--------------|-------------|
|---|-------------------------|--------------|-------------|

| Séquence | Protéines (mg eq BSA.L-1) | Sucres (mg eq glucose.L <sup>-1</sup> ) |
|----------|---------------------------|---|
| 1        | $316 \pm 27$              | $77 \pm 0$                              |
| 2        | $239 \pm 11$              | $66 \pm 3$                              |
| 3        | $246 \pm 70$              | $65 \pm 13$                             |
| 4        | $304 \pm 72$              | $73 \pm 17$                             |

## 4.2. Campagne 2

Les Figures 3-14 et 3-15 montrent respectivement les évolutions de SPE liées et de SPE solubles dans les boues du BAM.

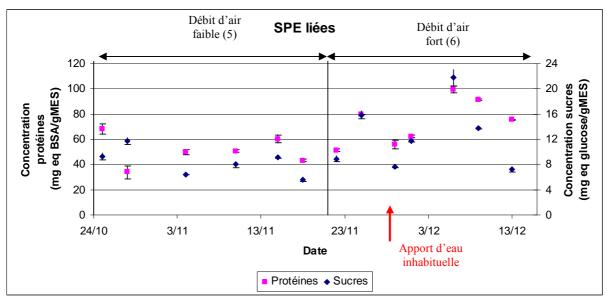


Figure 3-14 : Variations des concentrations en SPE liées (campagne 2)

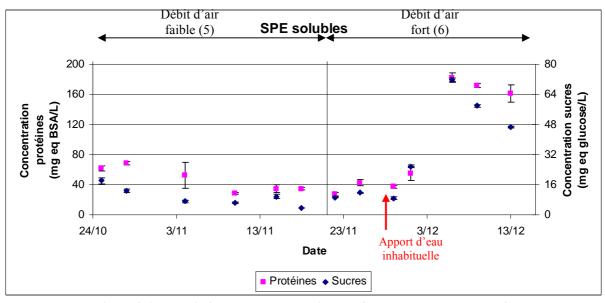


Figure 3-15: Variations des concentrations en SPE solubles (campagne 2)

Comme sur la première campagne, l'aération n'a pas une influence importante sur les concentrations en SPE liées et solubles des boues sur le long terme. Le changement de débit d'aération n'entraîne pas de variation de ces paramètres.

En revanche une forte augmentation des SPE solubles, et dans une moindre mesure des SPE liées, est observée lors de la deuxième séquence qui correspond à la forte modification de la nature de l'eau d'entrée. Les SPE solubles s'accumulent rapidement (rétention de la membrane) et un temps important est nécessaire pour les éliminer (biodégradation), de l'ordre de plusieurs jours. Il faut également noter un décalage de quelques jours de la modification de nature des boues par rapport à l'apport d'eaux particulières : celles—ci ont été ajoutées le 28 novembre mais l'augmentation en SPE liées et solubles n'a été observée qu'à partir du 6 décembre.

Cette forte variation de charge met bien en évidence l'influence des eaux usées sur la composition des boues avec, cette fois, un effet des concentrations en SPE dans les ERU. Celles-ci ont presque doublé lors du rajout de l'eau particulière le 28 novembre (Figure 3-16).

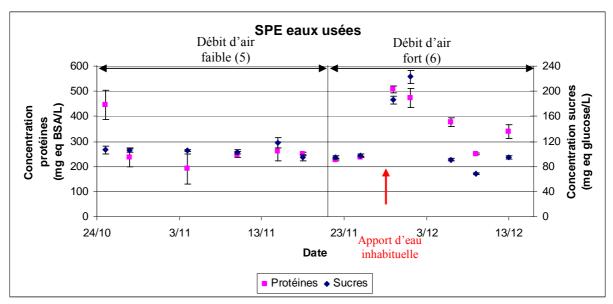


Figure 3-16 : Variations de SPE dans les eaux usées (campagne2)

Pour être plus explicite les valeurs moyennes calculées sur l'eau hors points singuliers (29 novembre et 01 décembre) sont de  $204 \pm 19 \, mg_{eqBSA}.L^{-1}$  et  $98 \pm 12 \, mg_{eqglucose}.L^{-1}$  pour les protéines et les sucres alors que pour ces deux points elles sont de  $491 \pm 18 \, mg_{eqBSA}.L^{-1}$  et  $204 \pm 18 \, mg_{eqglucose}.L^{-1}$ . Par la suite ces concentrations chutent par dilution jusqu'à revenir à des valeurs proches de celles avant changement radical, bien que légèrement plus élevées en ce qui concerne les protéines.

Les valeurs moyennes de concentration en SPE sur les différentes séquences sont récapitulées dans le Tableau 3-10.

Tableau 3-10 : SPE dans les eaux usées (campagne 2)

| Séquence | Protéines (mg <sub>eq BSA</sub> .L <sup>-1</sup> ) | Sucres (mg eq glucose.L <sup>-1</sup> ) |
|----------|--|---|
| 5        | $272 \pm 88$                                       | $105 \pm 7$                             |
| 6-1      | $233 \pm 5$  | $96 \pm 2$                              |
| 6-2      | $399 \pm 93$                                       | $133 \pm 60$                            |

Bien que ces comparaisons directes entre séquences aient moins de sens que la comparaison eau singulière/eau normale (peu de valeurs prises en compte, influence de la charge sur la fin de la séquence 6), les valeurs moyennes fournies serviront de base de comparaison avec la campagne 1.

Les forts écarts types sur les protéines de la séquence 5 sont dus à un point singulier (premier point de mesure) à 444 mg.L<sup>-1</sup>. Les autres écarts types sont très faibles pour l'eau « normale » et très élevés pour l'eau « particulière ».

#### 4.3. Bilan sur les SPE

Les observations suivantes peuvent être faites sur les impacts respectifs de la qualité des eaux en entrée et des réglages d'aération sur les SPE:

- Les variations de concentration en SPE des boues n'évoluent pas en suivant les changements de réglages de paramètres opératoires. Aucune corrélation entre les valeurs de concentrations en SPE des boues en fin de séquence et les paramètres d'aération n'est mise en évidence. Les expériences réalisées ne montrent donc pas une adaptation du milieu biologique sur le long terme en fonction des conditions d'aération dans la gamme de débits d'air considérée.
- Dans la campagne 1 de fortes charges en DCO d'entrée entraînent une augmentation de concentration en SPE liées, sans qu'il n'y ait d'apport de SPE par les eaux usées. Dans la campagne 2 nous avons eu une variation importante de la nature de l'eau d'entrée avec une forte augmentation de la DCO mais aussi des concentrations en SPE des ERU. Les conséquences pour les SPE des boues ont été une augmentation en SPE liées d'environ 50 % et une augmentation en SPE solubles de l'ordre de 300 %.

Les concentrations en SPE des boues sont donc beaucoup plus fortement influencées par les variations de l'eau d'entrée que par les différents réglages d'aération. Cela est probablement dû à une combinaison de production accrue de SPE par les boues avec un apport physique de SPE par les ERU et leur rétention par la membrane.

Le second point de cette conclusion concerne le lien entre propriétés des boues et colmatage :

- Dans la campagne 1 les sauts de PTM en fin de séquence 1 et début de séquence 2 correspondent à des valeurs élevées de SPE liées. De plus les fortes dérives de PTM de cette campagne coïncident avec des valeurs importantes de SPE solubles.
- Les dérives de PTM observées en fin de campagne 2 avaient été expliquées par la forte variation de charge (partie 3.2). Les résultats sur les SPE amènent plus de détails : les concentrations en SPE des boues, en particulier solubles, ont fortement augmenté et ont mis du temps à diminuer ce qui semble ici à l'origine du très fort colmatage observé.

De manière plus générale aussi bien les SPE liées que solubles paraissent favoriser un plus fort colmatage. Ce dernier n'étant pas maitrisé par le seul paramètre « aération », il reste nécessaire de prendre en compte les autres propriétés des boues qui peuvent interagir avec les SPE et impacter le colmatage pour une meilleure compréhension du phénomène.

## 5. Caractéristiques physico-chimiques : tailles de flocs, résistance spécifique et DCO du surnageant

Après les variations de concentrations en SPE dans la partie précédente, cette partie s'attache à d'autres propriétés, spécifiques des boues, susceptibles d'évoluer avec les modifications de réglage d'aération et pouvant influer sur le colmatage : les tailles de flocs. En parallèle les évolutions de la résistance spécifique et de la DCO dans le surnageant seront détaillées.

Les mesures faites pour caractériser la rhéologie des boues sont présentées en Annexe 1.7. Des observations particulières ont également été faites au morpho-granulomètre. Toutefois ces analyses n'ont pu être faites que sur la seconde campagne et la comparaison ne pourra être faite sur l'ensemble des séquences. Les résultats sont donc également présentés en Annexe (1.4).

## 5.1. Campagne 1

Le suivi de la taille de flocs sur cette campagne confirme le fait que dans notre gamme d'étude l'aération n'a pas d'impact significatif à long terme sur les propriétés des boues (Figure 3-17).

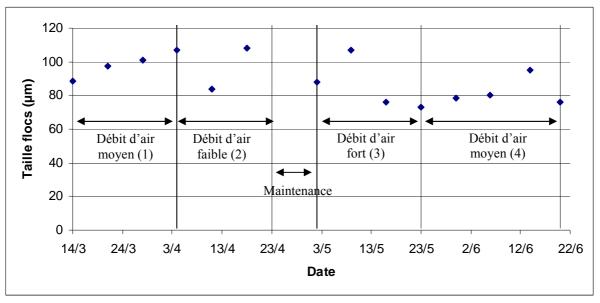


Figure 3-17: Variation de la taille de flocs (campagne 1)

De la même manière que pour les SPE, les évolutions de tailles de flocs au sein des séquences ne suivent pas une tendance nette, ce qui écarte le mécanisme d'adaptation physiologique des boues en fonction de l'aération comme mécanisme principal expliquant l'évolution des propriétés des boues.

Le colmatage important en début de séquence 2 coïncide avec une diminution de la taille de flocs. La même remarque peut être faite pour la séquence 4 au cours de laquelle le colmatage est particulièrement fort alors que les tailles de flocs ont les valeurs les plus faibles de cette campagne. Celles-ci ré-augmentent au cours de la séquence et le colmatage diminue dans le même temps, les dérives de PTM diminuant de 0,0533 à 0,0352 puis 0,0282 bar.j<sup>-1</sup> pour les différents modules utilisés.

Les valeurs de résistance spécifique et de DCO du surnageant évoluent de manière inverse aux tailles de flocs (Figure 3-18).

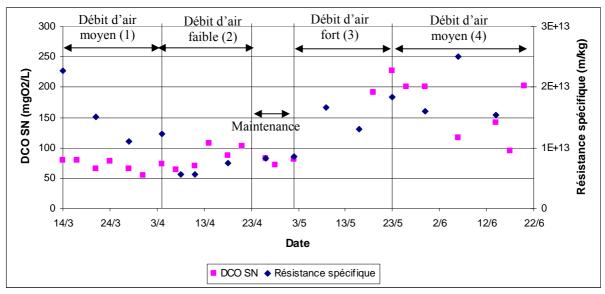


Figure 3-18 : Variation de résistance spécifique et de DCO du surnageant (campagne 1)

Paradoxalement les valeurs de résistance spécifique décroissent sur la séquence 1 et sont les plus faibles lors des sauts de PTM. La tendance est plus logique sur les séquences 2,3 et 4 où l'augmentation de résistance spécifique est concomitante à un plus fort colmatage. Mis à part pour la séquence 1 l'évolution de la résistance spécifique coïncide avec celle de la DCO du surnageant.

Bien que ces évolutions ne soient pas tout à fait synchrones elles suivent les mêmes tendances. Sur cette campagne nous pouvons différencier deux zones concernant ces deux paramètres, pour lesquels les valeurs sont relativement stables : sur les deux premières séquences les valeurs sont relativement faibles ( $<1,5.10^{13}$  m.kg<sup>-1</sup> pour la résistance spécifique et <100 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> pour la DCO du surnageant) alors que sur les deux dernières sont élevées (>1,5.1013 m.kg<sup>-1</sup> pour la résistance spécifique et >100 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> pour la DCO du surnageant). Les tailles de flocs moyennes sur ces deux ensembles sont de  $98 \pm 9$  et  $85 \pm 11$  µm et suivent des variations opposées. Dans l'ensemble le colmatage est plus fort lorsque la taille de floc diminue et que la résistance spécifique ainsi que la DCO dans le surnageant augmente

## 5.2. Campagne 2

La taille de flocs a diminué constamment au cours de la seconde campagne (Figure 3-19).

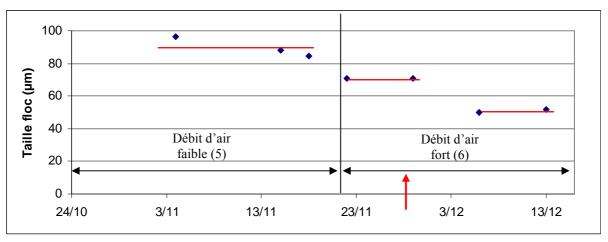


Figure 3-19: Variation de la taille de flocs (campagne 2)

Cette diminution se fait de manière constante jusqu'au changement de réglage d'aération, après lequel elle se stabilise, puis une nette diminution est observée après ajout des eaux particulièrement chargées (Figure 3-19). Comme dans la campagne 1 les valeurs les plus faibles de tailles de flocs correspondent au plus fort colmatage.

Les résistances spécifiques sont plus élevées que dans la campagne précédente avec une valeur minimale de 6,18.10<sup>13</sup> m.kg<sup>-1</sup> et la plupart des valeurs au-dessus de 10<sup>14</sup> m.kg<sup>-1</sup> (Figure 3-20) alors que dans la campagne 1, elles n'ont pas dépassé 3.10<sup>13</sup> m.kg<sup>-1</sup> (Figure 3-18).

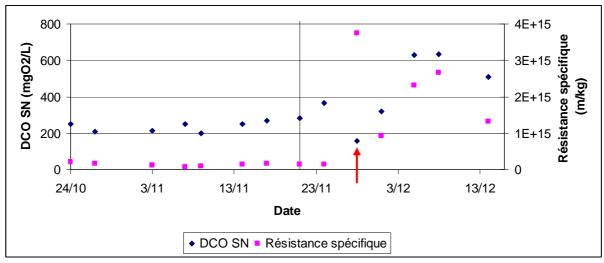


Figure 3-20 : Variation de résistance spécifique et de DCO du surnageant (campagne 2)

Cette augmentation de résistance spécifique coïncide avec un plus fort colmatage, notamment après ajout des eaux usées chargées avec un passage des valeurs au-delà de 10<sup>15</sup> m.kg<sup>-1</sup>. Les variations de résistance spécifique et de DCO dans le surnageant sont similaires.

De la même manière que pour la première campagne, nous pouvons distinguer deux « paliers » de résistance spécifique et de DCO dans le surnageant, mais avec des valeurs plus élevées, ce qui se traduit par un plus fort colmatage dans cette campagne. Cette fois cette variation peut être attribuée à l'augmentation de charge et à son accumulation dans le surnageant des boues. Les valeurs des paliers sont d'environ 0,15.10<sup>15</sup> m.kg<sup>-1</sup> pour la résistance spécifique et 300 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup> pour la DCO du surnageant avant apport d'eaux usées chargées, ils passent après respectivement au-delà de 10<sup>15</sup> m.kg<sup>-1</sup> et à 550 mg<sub>02</sub>.L<sup>-1</sup>.

## 5.3. Bilan sur les caractéristiques physico-chimiques

Dans l'ensemble une diminution de la taille de flocs semble concomitante avec une augmentation de la résistance spécifique et de la DCO dans le surnageant. Nous remarquons aussi que le colmatage suit ces variations et augmente lorsque les tailles de flocs diminuent. Toutefois ces similarités d'évolution restent à un stade de tendance, et comme pour les SPE, il reste délicat d'énoncer une conclusion strictement généralisable.

Une des limitations du procédé est également mise en évidence : un colmatage très fort est observé dans la seconde campagne, correspondant à une accumulation de charge dans le surnageant des boues avec des valeurs de DCO extrêmement élevées (500 mg<sub>O2</sub>.L<sup>-1</sup> <). Bien que le BAMI permette de conserver une qualité d'eaux de sortie élevée et constante par rapport à un BA, la charge s'accumule ce qui a une forte répercussion sur le colmatage, alors

la conservation de la qualité de production se fait au détriment de la performance énergétique et de la maintenance sur le procédé.

#### 6. Conclusions

Les effets des réglages d'aération et de filtration sur les performances du procédé ont pu être estimés dans des gammes de paramètres opératoires proches de celles utilisées sur station. Dans le même temps les évolutions des propriétés des boues ont été évaluées ainsi que celles de l'effluent d'entrée. Il a donc été possible d'établir des relations entre paramètres opératoires, caractéristiques des boues, de l'eau d'entrée et dérives de PTM. Les conclusions suivantes peuvent être tirées des résultats présentés :

- Le fait qu'il n'y ait pas de répétabilité sur les dérives de PTM à mêmes réglages de paramètres opératoires montre que c'est la qualité des eaux usées, et celle des boues qui en découle, qui régit majoritairement les performances du procédé, et non les réglages de filtration et d'aération.
- L'aération n'a pas un effet significatif sur le long terme sur les paramètres du milieu biologique mesurés (tailles de flocs et SPE) dans la gamme d'aération étudiée (SAD<sub>m</sub> instantanée 0,33-1 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>, SAD<sub>m</sub> moyenne 0,25-0,75 m<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>). Le mécanisme d'adaptation physiologique des boues au cisaillement peut être écarté comme phénomène majeur à l'origine de l'évolution des propriétés des boues.
- Les caractéristiques des eaux d'entrée ont un effet plus marqué sur les propriétés des boues, et donc sur le colmatage. Des analyses statistiques ont été réalisées par Analyses en Composantes Principales (bien que cette méthode soit discutable; les résultats sont présentés en Annexe 2) ce qui a permis de quantifier les corrélations entre paramètres et confirme les tendances observées : en général une augmentation de charge entraine une augmentation des concentrations en SPE dans les boues et une diminution des tailles de flocs ce qui a des conséquences négatives pour la filtration. Cela est d'autant plus marqué lors des fortes variations (pics de charge). Il faut tout de même relativiser cette remarque en prenant en considération l'échelle de nos expériences : étant donné que la même ERU alimente notre pilote pendant trois à quatre jours, un pic de DCO sur quelques heures sur station se transforme en un pic sur plusieurs jours pour notre pilote. Cet aspect temporel équivaut à un aspect quantitatif: nous alimentons notre pilote avec de l'eau « pic » en quantité 10 fois supérieures au volume du réacteur, ce qui n'est généralement pas le cas sur station lors des pics de charge. Cela montre également la limitation de ces expériences pilotes avec une évolution discrète de la charge, et non une évolution continue comme c'est le cas sur station, ce qui entraine de plus forts déséquilibres.
- Les paramètres de filtration ont un impact prépondérant sur les performances du procédé par rapport à ceux de l'aération à caractéristiques de boues proches. Il est préférable de diminuer le flux instantané en opérant sur des temps de filtration plus longs.
- A paramètres de filtration fixés et qualité de boues similaires une augmentation trop forte d'aération entraine une diminution des performances du BAMI. Cet impact négatif peut être dû à des mécanismes hydrodynamique ou biologique (observables à court terme).

Sur ce dernier point certains détails sont à fournir. L'impact négatif de l'aération peut être expliqué par deux mécanismes :

- Hydrodynamique sur la membrane : l'augmentation du débit d'air de 75 à 112,5 L.h<sup>-1</sup> permet d'améliorer les effets de l'hydrodynamique et crée des conditions plus favorables au décolmatage (cisaillement à la membrane, turbulences, mouvement de fibres). Avec une augmentation supplémentaire du débit d'air à 225 L.h<sup>-1</sup> les performances de filtration deviennent moins bonnes. Il y aurait un seuil entre 112,5 et 225 L.h<sup>-1</sup> à partir duquel l'hydrodynamique crée par l'injection d'air est moins efficace au décolmatage. Cette valeur de seuil d'efficacité de l'aération par rapport à la filtration a souvent été citée dans la littérature et reliée au fonctionnement par des grandeurs hydrodynamiques comme la turbulence (Ueda et al., 1997), ou le cisaillement à la membrane (Yeo et al., 2007). L'augmentation du débit d'air entraîne une augmentation de ces paramètres jusqu'à une certaine valeur à partir de laquelle un palier est atteint. Dans le même temps l'augmentation de PTM diminue puis atteint une valeur limite. Toutefois dans les travaux cités, une fois le seuil atteint les performances de filtration stagnent mais ne diminuent pas comme cela est le cas dans notre étude (sans que cela soit en contradiction avec nos travaux, en effet, la configuration utilisée permettait de confiner l'écoulement gaz/liquide à proximité des membranes ce qui pouvait causer des taux de rétention importants pour le fort débit d'air, et donc des cisaillements de liquide moins grands et un colmatage plus rapide).
- Hydrodynamique sur le milieu biologique : il est possible que l'aération induise une déstructuration des boues sur le court terme, mais nous n'avons pas pu l'estimer ici. L'aération aurait donc un effet sur la filtration via une influence de l'hydrodynamique (contraintes de cisaillement dans les boues) sur le milieu biologique. Jusqu'à un certain débit (ici entre 112,5 et 225 L.h<sup>-1</sup>) l'aération n'a pas d'effet sur le milieu biologique ou cet effet est compensé par les meilleures conditions hydrodynamiques. Passée cette valeur de débit d'air les contraintes imposées aux boues amènent à sa déstructuration et un colmatage plus rapide. Cette déstructuration potentielle avait été mise en avant via des tests pilotes visant à évaluer l'impact d'une aération intermittente et des simulations rhéologiques (Van Kaam *et al.*, 2008). Cette tendance a été retrouvée ultérieurement sur des tests pilotes ayant pour but d'évaluer cette déstructuration sur le long terme (Meng *et al.*, 2008) : à trop faible débit l'aération n'est pas suffisante pour décolmater mais à trop fort débit d'air la déstructuration du milieu biologique entraîne de forts taux de colmatage.

Les Figures 3-21 (mécanisme purement hydrodynamique) et 3-22 (mécanisme de déstructuration du milieu biologique) montrent les effets potentiels de l'aération sur le milieu biologique et sur l'hydrodynamique pour chaque hypothèse de mécanisme. Cumulées, ces contributions donnent les impacts globaux sur la filtration obtenus dans ce travail pour les différents débits d'air. Les quantifications de chaque contribution sont totalement arbitraires, le but étant de donner les tendances. Le terme « hydrodynamique » rassemble les phénomènes purement liés à l'aération que sont les contraintes de cisaillement à la paroi membranaire, les mouvements de fibres et les turbulences. Une valeur fortement négative d'augmentation de PTM associée à ce terme signifie que les conditions hydrodynamiques sont favorables au décolmatage i.e à priori fortes contraintes de cisaillement à la membrane, forts mouvements de fibres et fortes turbulences. Le terme biologie regroupe les paramètres des boues (taille de floc et concentrations en SPE). Dans les figures ci-dessous une faible valeur d'augmentation

de PTM liée à ce terme signifie que l'intégrité du milieu biologique est préservée à i.e à priori taille de floc maintenue et faibles concentrations en SPE.

## Mécanisme purement hydrodynamique

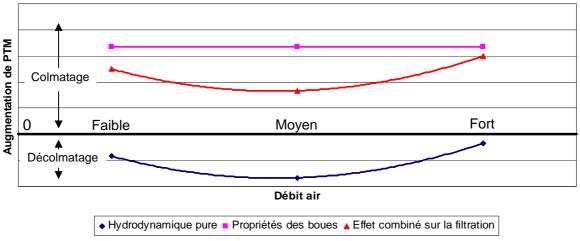


Figure 3-21 : Effet potentiel de l'aération sur la filtration via l'hydrodynamique et la biologie pour une hypothèse de mécanisme purement hydrodynamique

#### Mécanisme de déstructuration du milieu biologique

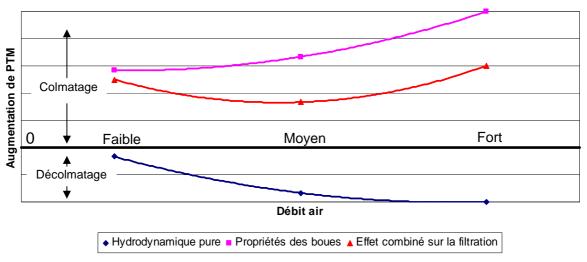


Figure 3-22 : Effet potentiel de l'aération sur la filtration via l'hydrodynamique et la biologie pour une hypothèse de mécanisme de déstructuration du milieu biologique

L'étude de l'éventuelle déstructuration des boues par le cisaillement induit par l'aération fait l'objet du chapitre 4.

Les conclusions de cette étude pilote conduisent à proposer le classement d'ordre d'importance suivant : qualité d'eau / boues > filtration > aération. Plutôt que de chercher des conditions optimales d'aération il semblerait judicieux de se focaliser sur les tendances de colmatage et adapter par un jeu de paramètres à déterminer l'aération en fonction des caractéristiques des eaux d'entrée et des boues.

La gestion des boues apparaît primordiale. Comme ce sont les pics de charge qui ont entraîné les phénomènes de colmatage les plus marqués, il est important de limiter le plus possible ces fortes variations (tamponnage, écrêtage...). Le contrôle des paramètres opératoires s'effectuera dans un second en temps. Il est possible d'envisager pour cela un contrôle dynamique

- De la filtration, dans la mesure du possible et en conservant les objectifs de production
- De l'aération, paramètre sur lequel les restrictions sont de l'ordre de la dépense énergétique et donc plus adaptable. Des algorithmes du type de celui présenté dans la bibliographie basé sur les variations de PTM semblent adaptés (en bornant les débits d'air imposables).

## Partie 4 Etude hydrodynamique

Ce chapitre décrit la démarche qui a été adoptée pour évaluer la déstructuration potentielle des boues sur le court terme, émise comme hypothèse permettant d'expliquer les plus fortes dérives de PTM observées sur le pilote à plus fort débit d'aération décrites dans le chapitre précédent. Les orientations suivies pour l'étude présentée dans ce chapitre ainsi que les paramètres étudiés sont représentés en rouge sur la Figure 4-1 récapitulant la démarche globale suivie dans la thèse.

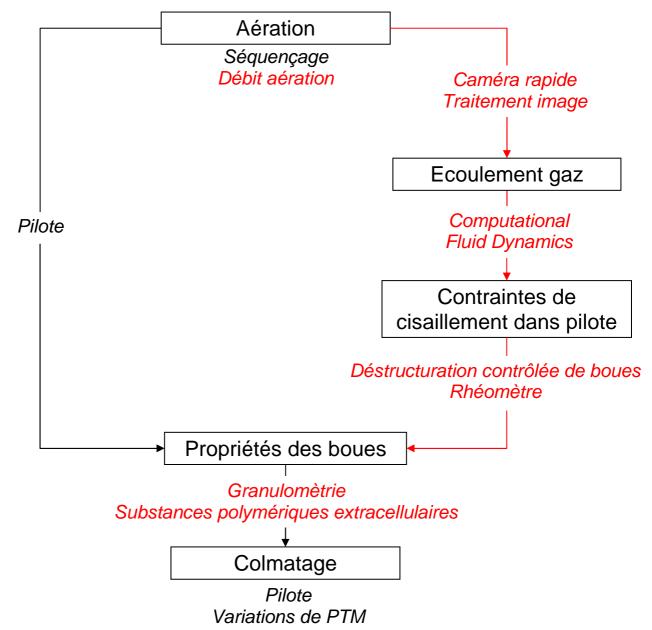


Figure 4-1 : Etude de l'influence de l'hydrodynamique sur les propriétés des boues

Cette démarche se décompose en trois étapes principales :

- Caractérisation de l'écoulement gaz/liquide dans le module membranaire en se focalisant sur la phase gaz : acquisition et traitement d'image pour obtenir des données sur les bulles (taille, vitesse) en fonction des paramètres opératoires imposées (débit d'air).
- Quantification des contraintes de cisaillement auxquelles les boues sont soumises lors des séquences d'aération grosses bulles : simulations CFD en écoulement air/eau dans un premier temps puis en prenant en compte les propriétés rhéologiques des boues. La

- validation de ces simulations s'est appuyée sur les résultats expérimentaux obtenus dans l'étape précédente.
- Simulations rhéologiques de déstructuration contrôlée des boues : évaluation des propriétés des boues (tailles de flocs et SPE solubles) après paliers de contrainte de cisaillement constante imposée durant un temps correspondant aux séquences d'aération. La comparaison avec les valeurs de contraintes obtenues par simulations permettra d'évaluer la déstructuration potentielle de l'aération sur le court terme.

## 1. Caractérisation expérimentale

Cette partie présente les résultats expérimentaux obtenus sur maquette froide pour l'étude de l'hydrodynamique dans nos modules membranaires. Nous avons vu dans la bibliographie que dans les configurations confinées, les grosses bulles (ou poches) jouent un rôle prépondérant vis-à-vis de la filtration. La configuration des modules que nous utilisons se rapproche de ce cas de figure avec le confinement de l'écoulement gaz/liquide autour des fibres creuses grâce à un carter cylindrique. Le choix a donc été fait de caractériser les plus grosses bulles, qui ont des dimensions proches de celle de la conduite. Nous avons considéré qu'elles étaient responsables des principaux phénomènes en jeu, notamment en ce qui concerne le cisaillement. Les paramètres étudiés seront les vitesses de bulles et leur taille.

### 1.1. Caractérisation expérimentale en eau

Les premières observations ont été réalisées en eau pour plusieurs raisons :

- Les observations sont plus faciles avec la possibilité de rétro-éclairer à l'aide d'un panneau de LEDs, ce qui n'est pas le cas en boue
- Il existe des travaux concernant l'hydrodynamique gaz/liquide dans des configurations proches de la nôtre qui nous serviront de référence et de comparaison.

Cette partie s'attache donc à la présentation des résultats obtenus sur la maquette froide en eau, qui serviront dans les premières étapes de validation de nos simulations et permettront également de réaliser la comparaison de l'hydrodynamique en eau et en boues.

#### 1.1.1. Vitesse d'ascension des bulles en eau

La vitesse d'ascension varie d'une bulle à l'autre et dépend fortement de l'hydrodynamique engendrée par les bulles qui précèdent. Dans les discussions qui suivent nous assimilerons la « première » bulle d'un train de bulles à une bulle en fluide stagnant, soit une bulle seule en ascension dans un fluide qui n'est pas en mouvement. Cette bulle a une vitesse plus faible que la plupart de celles qui suivent. Ces dernières sont en effet accélérées par l'écoulement induit par celles qui les précèdent. Ainsi la vitesse dans un train de bulles (ou dans un fluide en écoulement) va être plus importante que pour une bulle en fluide stagnant. Nicklin *et al.* (1962) donnent la formule suivante pour une bulle dans un tube avec écoulement liquide forcé ou induit par d'autres bulles :

$$U = C_0 U_m + U_{\infty}$$
 Équation 4-1

où  $C_0$  est un coefficient variant entre 1,2 (écoulement turbulent) et 2 (écoulement laminaire),  $U_m$  est la vitesse de mélange du fluide (m.s<sup>-1</sup>) et  $U_\infty$  est la vitesse d'une bulle dans un fluide stagnant (m.s<sup>-1</sup>). La vitesse de mélange  $U_m$  est égale à

$$U_m = \alpha_l U_l + \alpha_g U_g$$
 Équation 4-2

où  $U_l$  et  $U_g$  sont respectivement les vitesses superficielles de liquide et d'air (m.s<sup>-1</sup>) et  $\alpha_l$  et  $\alpha_g$  sont respectivement les fractions volumiques en liquide et en air.

La vitesse en fluide stagnant  $U_{\infty}$  peut être estimée par la formule suivante (Dumitrescu, 1943):

$$U_{\scriptscriptstyle \infty} = 0.351 \sqrt{g \, \frac{\rho_l - \rho_g}{\rho_l} \, D} \, \, \, \, {
m \acute{E}quation} \, \, \, \, {
m 4-3}$$

où g est l'accélération gravitationnelle (m.s<sup>-2</sup>),  $\rho_l$  et  $\rho_g$  sont les masses volumiques du liquide et du gaz (kg.m<sup>-3</sup>) et D est le diamètre de la conduite (m).

Cette présentation des vitesses est intéressante car elle permet d'illustrer les différences entre le cas du fluide stagnant et celui du train de bulles à travers des formules établies pour la configuration de la conduite cylindrique, ce type de formule n'étant pas disponible pour notre configuration. La formule de Nicklin *et al.* (1962) donne un ordre de grandeur de vitesse moyenne mais en pratique les vitesses de bulles dans un train de bulles varient sensiblement. Elles interagissent les unes avec les autres et leurs vitesses dépendent de nombreux paramètres (coalescence, taille de la bulle qui précède et sillage induit...). Dans ce cas là, la caractérisation de l'écoulement de gaz devra nécessairement se faire de manière statistique car une vitesse moyenne seule ne permet pas de rendre compte de l'écoulement. Le cas du fluide stagnant est plus simple à traiter car la vitesse de bulle ne dépend que des dimensions de conduite et des masses volumiques des différents fluides comme nous l'avons vu dans le cas de la conduite cylindrique.

L'étude en fluide stagnant avec l'observation de la première bulle pour chaque débit d'air testé a pour objectif de faire le lien entre les simulations numériques, les expériences et les lois connues dans la littérature. Cela permettra de valider les simulations et certaines hypothèses de modélisation telles que la simulation du faisceau de fibres creuses comme un cylindre plein. Dans un second temps, les observations de bulles en écoulement nous permettront de déterminer une gamme de vitesses correspondant à la gamme de paramètres opératoires imposés sur le pilote. Nous nous servirons ensuite de ces valeurs comme référence pour estimer la gamme de contrainte de cisaillement correspondante.

#### 1.1.1.1. Premières bulles en eau

Pour trouver un point de comparaison à nos résultats expérimentaux, nous avons cherché à nous rapprocher d'études génériques existantes. La configuration qui nous a semblé la plus proche de la nôtre est celle de l'écoulement annulaire. En effet, bien que cela soit simplificateur, le faisceau de membrane peut être apparenté à un mur non poreux et fixe. Les premières observations ont montré que la plupart des poches de gaz restaient entre le carter et le faisceau de fibres. Peu de bulles passaient à travers celui-ci et cette simplification n'est donc pas dénuée de sens physique.

Une corrélation a été donnée par Das *et al.* (1998) pour les vitesses d'ascension de bulle en fluide stagnant (eau) dans un espace annulaire :

$$U_{bulle\ annulaire} = 0.323\sqrt{g(D_1 + D_2)}$$
 Équation 4-4

g étant l'accélération gravitationnelle (9,81 m.s<sup>-2</sup>) et  $D_1$  et  $D_2$  les diamètres interne et externe (m). Comme pour le cas de la conduite cylindrique, cette vitesse ne dépend que des dimensions de la géométrie et vaut 0,252 m.s<sup>-1</sup> pour notre module ( $D_1 = 0,025$  m et  $D_2 = 0,037$  m). Les dimensions des configurations testées dans l'étude précitée (Das *et al.*, 1998) sont relativement proches de la nôtre avec trois géométries annulaires de diamètres interne/externe respectifs de 0,0254/0,0508 m, 0,0127/0,0381 m et 0,0127/0,0254 m. Bien que le ratio des diamètres dans notre géométrie ( $D_{int}/D_{ext} = 0,676$ ) soit légèrement plus grand que ceux des géométries testées par Das *et al.* (1998), compris entre 0,33 et 0,5, nous choisissons cette corrélation comme une base de comparaison. De plus les bulles ont tendance à s'appuyer

sur les fibres et s'écoulent donc dans un espace annulaire plus important que celui fixé. Cela rapproche des configurations étudiées par Das *et al.* (1998) avec un rapport D<sub>int</sub>/D<sub>ext</sub> qui va avoir tendance à diminuer mais peut aussi être source d'écart potentiel entre les vitesses mesurées en maquette froide, celles données par la corrélation et celles estimées par simulation.

La première bulle a été observée et sa vitesse mesurée pour chaque débit d'air testé sur l'installation pilote (Figure 4-2).

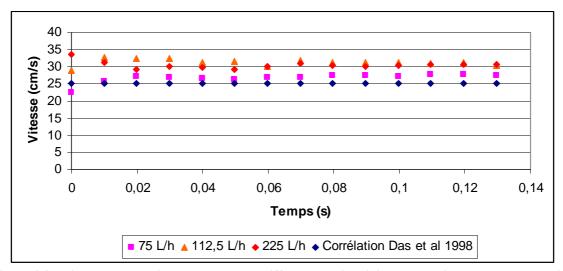


Figure 4-2 : Vitesses de première bulle pour les différents débits d'air, comparaison avec la corrélation proposée

Les vitesses de premières bulles sont très stables, ce qui ne sera pas le cas dans un train de bulles en écoulement établi.

Pour pouvoir réaliser la comparaison avec la corrélation en fluide stagnant donnée par Das *et al.* (1998), aucune vitesse de circulation liquide n'a été imposée et les vitesses sont mesurées suffisamment loin de la sortie pour ne pas être influencées par la remise à l'air. Les vitesses mesurées augmentent légèrement avec le débit d'air. Elles sont supérieures à celle donnée par la corrélation de Das *et al.* (1998) avec des valeurs de 0,274; 0,303 et 0,307 m.s<sup>-1</sup> respectivement pour les débits faible, moyen et fort ce qui correspond à des écarts par rapport à la corrélation de 8,7 %, 20,2 % et 21,8 %.

Cet écart peut s'expliquer par le fait que notre dispositif ne permettait pas de contrôler l'injection d'air de manière précise (vanne manuelle). Cela entraîne un mouvement global ascendant du mélange liquide/gaz (de forts taux de rétention étant observés à cause du confinement de notre configuration), et l'écoulement sera donc légèrement différent par rapport au cas d'une bulle seule en fluide stagnant.

Nous avons considéré ces résultats suffisamment corrects pour modéliser le module membranaire comme une géométrie annulaire et donc le faisceau de fibres creuses comme un cylindre plein. Cette simplification ne permettra pas d'évaluer l'hydrodynamique au sein du faisceau mais l'objectif des simulations est d'estimer les contraintes de cisaillement au sein des boues. Cela n'est pas remis en cause par ce choix de modélisation qui a permis de gagner un temps de calcul important.

#### 1.1.1.2. Train de bulles en eau

La Figure 4-3 présente la distribution de vitesses de bulles pour les différents débits d'aération. Pour chacun d'entre eux plus de trente bulles ont été suivies.

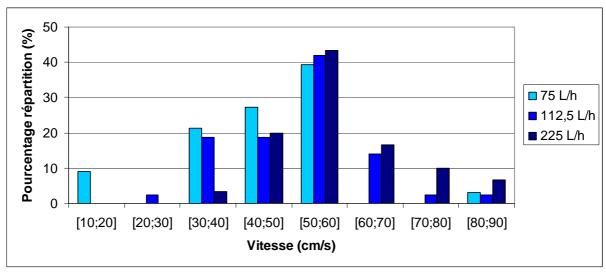


Figure 4-3 : Distribution de vitesses de bulles en eau pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

Pour un même débit d'aération, ces vitesses sont relativement variables bien que le régime soit établi. Les différences de vitesse entre les bulles dépendent probablement des variations de configurations d'écoulement engendrées par les bulles qui précèdent (taille de sillage, vitesse de bulle...) mais nous ne nous sommes pas attachés à les expliquer, considérant que cela sortait du cadre de notre étude.

Pour les débits moyen et fort, les distributions présentent la même allure : elles sont relativement étalées avec des valeurs centrées sur la valeur moyenne, celle-ci augmentant avec le débit d'air. La distribution est différente pour le faible débit. Si nous considérons à part les valeurs extrêmes, le nombre de bulles augmente avec la vitesse. Le Tableau 4-1 récapitule les caractéristiques mesurées entre les différents écoulements.

Tableau 4-1: Vitesses de bulles en eau en fonction du débit d'air

| Débit        | V moyenne    | Ecart typeV  | Ecart type V |
|--------------|--------------|--------------|--------------|
| $(L.h^{-1})$ | $(m.s^{-1})$ | $(m.s^{-1})$ | (%)          |
| 75           | 0,45         | 0,12         | 28           |
| 112,5        | 0,51         | 0,11         | 22           |
| 225          | 0,58         | 0,11         | 20           |

La Figure 4-3 montre des distributions de vitesse étalées. Cela est confirmé par les forts écarts types calculés pour les vitesses de l'ensemble des bulles pour chaque débit d'air, avec des valeurs supérieures à 20 % (Tableau 4-1). Les valeurs moyennes nous serviront pour décrire le cisaillement moyen perçu par les boues que nous estimons ici comme suffisamment représentatif pour notre étude. Les valeurs maximales de vitesses, que nous supposons liées aux plus forts cisaillements, nous permettront de borner le cisaillement imposé aux boues.

#### 1.1.2. Tailles de bulles en eau

L'étude des tailles de bulles présente un intérêt car la longueur de leur sillage, et donc à priori leur zone d'influence, dépend de celles-ci. Les tailles varient sensiblement d'une bulle à l'autre et tout comme pour la vitesse, il n'est pas possible de caractériser un débit d'air par une seule taille de bulle. Les distributions de tailles obtenues sont présentées sur la Figure 4-4.

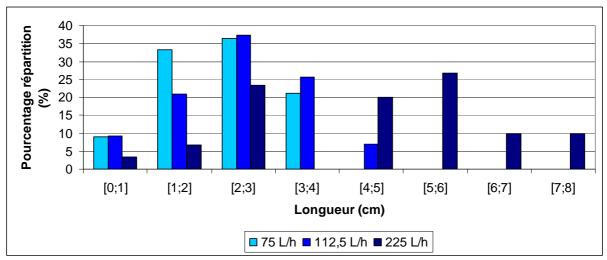


Figure 4-4 : Distributions de tailles de bulles en eau pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

De plus, il existe des variations de taille pour une même bulle. Cela peut être lié à deux facteurs :

- Accélération / décélération de la bulle et étirement/rétrécissement résultant
- Déformation de la bulle : étant donné que les bulles peuvent se déformer et que nos mesures sont faites en 2D certaines variations peuvent être dues à un changement de plan de profondeur des bulles que nous ne pouvons pas prendre en compte.

C'est pourquoi les valeurs présentées sont les valeurs moyennées sur le passage de la bulle.

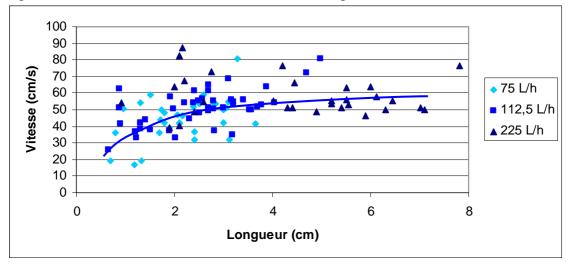
Les tailles de bulles sont centrées sur la valeur moyenne pour les débits d'air faible (75 L.h<sup>-1</sup>) et moyen (112,5 L.h<sup>-1</sup>). Un comportement différent est observé à fort débit (225 L.h<sup>-1</sup>) pour lequel la probabilité de présence de bulle est similaire de 2 à 6 cm avec une distribution très répartie mis à part un trou pour les tailles comprises entre 3 et 4 cm. Bien que nous ayons pris le même nombre de bulles que pour les expériences aux débits plus faibles, il est difficile de conclure si ces résultats sont représentatifs d'une réelle discontinuité ou s'ils sont la conséquence d'une nécessité d'un plus grand nombre de valeurs.

Le Tableau 4-2 récapitule les tailles moyennes de bulles et les écarts type en fonction du débit d'aération.

| Tableau 4-2 : Ta | illes moyennes et écarts types | de bulles en fonction du c | debit d'air en eau |
|------------------|--------------------------------|----------------------------|--------------------|
|                  | _                              | ,                          | 1                  |

| Débit        | Longueur moyenne | Ecart type | Ecart type |
|--------------|------------------|------------|------------|
| $(L.h^{-1})$ | (cm)             | (cm)       | (%)        |
| 75           | 2,2              | 0,8        | 35         |
| 112,5        | 2,5              | 1,0        | 40         |
| 225          | 4,4              | 1,8        | 42         |

Ce tableau permet de quantifier l'étendue des distributions et les écarts type sont très élevés avec des valeurs supérieures à 35 % pour tous les débits d'air. La caractérisation du cisaillement sera d'autant plus complexe.



La Figure 4-5 fait le lien entre taille et vitesse de bulles pour les différents débits d'air testés.

Figure 4-5 : Vitesse de bulle en fonction de la taille en eau pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

Dans l'ensemble (tendance représentée par la courbe bleue sur la Figure 4-5), la vitesse de bulle augmente avec la taille dans un premier temps. A partir d'une taille d'environ 2,5 cm un palier est atteint et la vitesse maximale terminale (dans l'ensemble, hors vitesses extrêmes) est de l'ordre de 0.55 m.s<sup>-1</sup>. Nous retrouvons les paliers mentionnés dans la bibliographie, ici concernant un paramètre hydrodynamique (la vitesse de bulle) en fonction d'un autre paramètre hydrodynamique (taille de bulle) influencé par un paramètre opératoire (le débit d'aération). Ce résultat est similaire en tendance à ceux obtenus par Nguyen Cong Duc et al. (2008) : dans un BAMI à fibres creuses, la vitesse des bulles d'air a augmenté de 34 % quand le débit d'air a été augmenté de 20 à 50 Nm<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> et de seulement 6 % quand il est passé de 50 à 90 Nm<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup>. Pour donner les gammes de fonctionnement de ce travail les vitesses mesurées ont été de 1,14 et 1,80 m.s<sup>-1</sup> pour des débits d'air de 20 et 90 Nm<sup>3</sup>.h<sup>-1</sup> respectivement, correspondant à des SAD<sub>m</sub> de 0,21 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> et 0,95 m<sup>3</sup>.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>, valeurs correspondant à notre gamme d'étude. Les différences de vitesse par rapport à notre étude peuvent venir de la différence de configuration et d'échelle : ce sont des cassettes de fibres immergées utilisées sur stations réelles qui ont été employées dans le travail de Nguyen Cong Duc et al. (2008). Il faut également remarquer que les vitesses les plus importantes ne sont pas obtenues pour les bulles les plus grandes mais correspondent tout de même au débit d'aération le plus fort. Il est probable qu'il s'agisse de « petites » bulles entraînées dans le sillage de bulles de taille plus importante.

# 1.2. Caractérisation expérimentale en boues

Nous souhaitons rappeler que la précision des mesures faites en boues est grandement discutable. Elle fournit toutefois une estimation des vitesses de bulles en boues or très peu de résultats sur ce sujet sont fournis dans la littérature.

Les résultats présentés dans cette partie ont été obtenus sur une boue prélevée à la STEP BAMI de Nailloux. Elle a été caractérisée rhéologiquement (Partie 4 2.2.1) pour la prise en compte de sa nature dans les simulations CFD. Nous n'avons pu réaliser ces mesures sur les boues de notre pilote, mais les résultats obtenus donnent les tendances et les différences principales entre hydrodynamique en boues et en eau.

#### 1.2.1. Vitesse d'ascension de bulles en boues

Etant donné les difficultés liées à la mesure de vitesse en boues et à son caractère aléatoire puisqu'il est nécessaire que la bulle passe entre le faisceau de fibres et le carter du côté de la

caméra, les vitesses de premières bulles n'ont pu être mesurées et les résultats présentés concernent uniquement les trains de bulles (Figure 4-6).

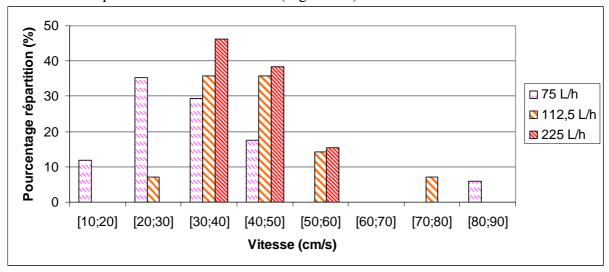


Figure 4-6 : Distribution de vitesses en boues pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

Mises à part quelques valeurs extrêmes, les distributions de vitesses sont centrées sur les valeurs moyennes. Le Tableau 4-3 récapitule les caractéristiques mesurées pour les différents débits d'air.

|  | Tableau 4-3: | Vitesses de | e bulles en | fonction du | débit d'air | en boues |
|--|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|----------|
|--|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|----------|

| Débit        | V moyenne    | Ecart typeV           | Ecart type V |
|--------------|--------------|-----------------------|--------------|
| $(L.h^{-1})$ | $(m.s^{-1})$ | (cm.s <sup>-1</sup> ) | (%)          |
| 75           | 0,33         | 0,15                  | 45           |
| 112,5        | 0,42         | 0,11                  | 27           |
| 225          | 0,43         | 0,08                  | 18           |

Les distributions sont encore relativement étalées mais avec des écarts types qui diminuent lorsque le débit d'air augmente. Les vitesses moyennes sont proches pour les débits d'air moyen et fort.

#### 1.2.2. Tailles de bulles en boues

Les distributions de tailles obtenues en boues sont présentées sur la Figure 4-7.

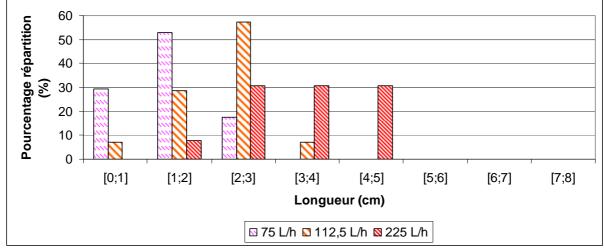


Figure 4-7: Distribution de tailles de bulles en boues pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

Le comportement est similaire à celui observé en eau avec des distributions centrées pour les débits d'air faible et moyen et une distribution très répartie pour le plus fort débit d'air. Les tailles trouvées sont plus faibles que celles mesurées en eau mais cette comparaison est délicate car l'ensemble de la bulle n'est pas toujours visible. En effet, si les imprécisions dans la détermination des contours ont un impact limité sur les valeurs des vitesses dans la mesure où ces dernières sont le résultat d'une moyenne pour laquelle les biais sont aléatoires, ce n'est pas le cas en ce qui concerne la taille où le biais va à priori toujours dans le sens d'une sous-évaluation.

Le Tableau 4-4 récapitule les tailles et écarts types mesurés.

| Tableau 4-4 · Tailles movenne | s et écarts tynes de hulles | s en fonction du débit d'air en boue     | 26       |
|-------------------------------|-----------------------------|--|----------|
| Tableau 4-4 . Tames movemes   | ti ecar is types de bunes   | i chi iviictivii uu ucbit u aii chi bvuc | <b>.</b> |

| Débit        | Longueur moyenne | Ecart type | Ecart type |
|--------------|------------------|------------|------------|
| $(L.h^{-1})$ | (cm)             | (cm)       | (%)        |
| 75           | 1,4              | 0,5        | 34         |
| 112,5        | 2,1              | 0,7        | 34         |
| 225          | 3,4              | 0,9        | 26         |

Les vitesses en fonction des tailles de bulles sont présentées sur la Figure 4-8.

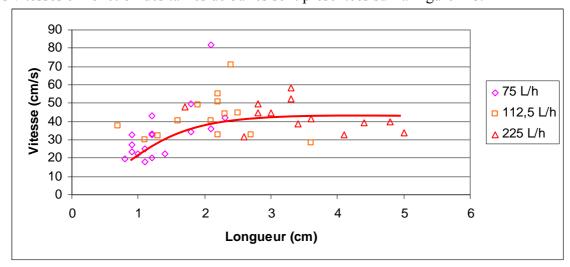


Figure 4-8 : Vitesse de bulle en fonction de la taille en boues pour les 3 débits d'air utilisés sur le pilote

De la même manière que pour l'hydrodynamique en eau, il semble y avoir un palier à partir duquel l'augmentation de la taille de bulle n'implique pas augmentation de sa vitesse. Le lien avec le débit d'aération est plus marqué que pour l'eau, la différence de vitesse moyenne entre débit moyen et fort étant très faible en boues. Ces remarques corroborent les observations faites sur le pilote : elles mettent en évidence un palier de vitesse en fonction du débit d'air. Si la vitesse de bulle est le critère important par rapport au décolmatage (via un lien avec le cisaillement à la membrane), la moins bonne efficacité de la forte aération prend du sens compte tenu des taux de rétention importants par rapport aux autres débits d'aération (valeurs présentées dans la Partie 2 3.1.1).

# 1.3. Comparaison entre hydrodynamique air/eau et air/boues

Les seuls résultats que nous avons trouvés concernant l'hydrodynamique gaz/liquide en boues sont ceux de Drews *et al.* (2010). Des mesures de vitesse d'ascension de bulles en boues ont été réalisées entre des membranes planes. Elles ont été faites à l'aide d'un chronomètre à cause de l'opacité des boues. Bien que, de la même manière que pour notre étude, la précision

de la mesure soit discutable, les manipulations ont permis d'avoir des ordres de grandeur et des tendances. Les résultats qu'ils ont obtenus sont présentés sur la Figure 4-9.

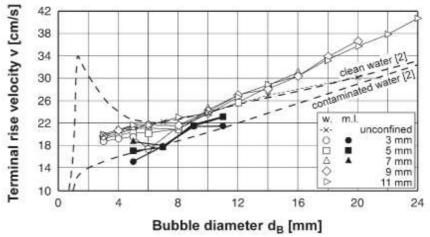


Figure 4-9 : Vitesses de bulles en eau (w) et en boues (m.l pour « mixed liquor ») pour différents espacements de membranes planes et tailles de bulles (Drews *et al.* (2010)

Les vitesses mesurées sont 15 à 20 % inférieures dans les boues. La tendance d'augmentation de la vitesse d'ascension en fonction du diamètre de bulles est similaire à celle observée en eau. Bien que les valeurs de vitesses de notre étude ne soient pas comparables avec les leurs car obtenues pour un train de bulles, la comparaison des écoulements air/eau et air/boues dans notre configuration donne des tendances similaires, que cela concerne la vitesse (Figure 4-10) ou la taille de bulles (Figure 4-11).

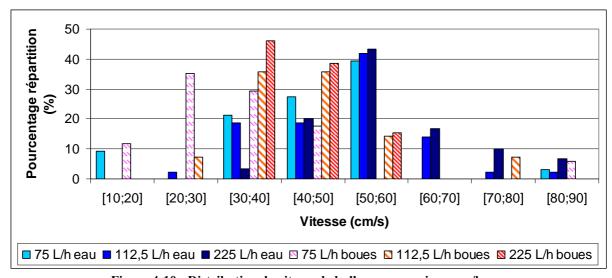


Figure 4-10 : Distribution de vitesse de bulles, comparaison eau/boues

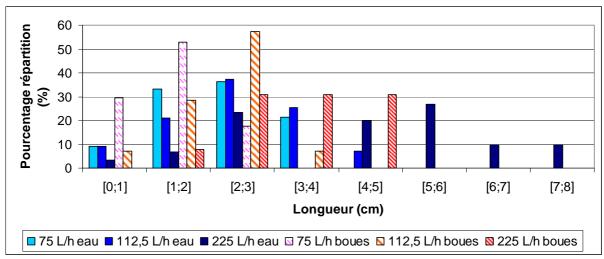


Figure 4-11: Distribution de tailles de bulles, comparaison eau/boues

En effet, les tendances sont très proches avec une augmentation des tailles et vitesses de bulles avec le débit d'air. De la même manière que Drews *et al.* (2010), les valeurs sont plus faibles en boues avec par exemple des vitesses moyennes 18-26 % inférieures à celles mesurées en eau.

La Figure 4-12 récapitule bien l'ensemble de ces résultats :

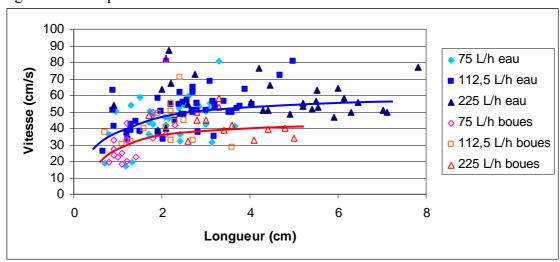


Figure 4-12: Vitesse de bulle en fonction de la taille, comparaison eau/boues

L'évolution des paramètres hydrodynamiques en fonction du débit d'air est similaire en eau et en boues avec une augmentation des valeurs de vitesse en fonction des tailles de bulles jusqu'à un palier, le tout avec des valeurs plus faibles en boues qu'en eau.

# 1.4. Récapitulatif sur l'hydrodynamique

Les manipulations réalisées sur la maquette froide dans le but de caractériser l'hydrodynamique en eau et en boues nous amènent aux conclusions suivantes :

• Les vitesses de bulles ont été estimées en fluide stagnant (« premières bulles »). Elles augmentent légèrement avec le débit d'air et ont des vitesses de l'ordre 0,27-0,31 m.s<sup>-1</sup>. Ces vitesses sont proches bien que légèrement supérieures à celle donnée par une corrélation proposée par Das *et al.* (1998) pour les conduites annulaires qui ne dépend que des dimensions de la géométrie dans laquelle a lieu

l'écoulement (0,25 m.s<sup>-1</sup> dans notre configuration). Etant donné que leur gamme d'étude (dimension de géométrie, taille de bulles...) est proche de la nôtre et que les vitesses de bulles mesurées sont probablement surestimées par rapport à des bulles en fluide stagnant, simuler le faisceau de membrane comme un cylindre plein et donc le module membranaire comme une géométrie annulaire semble une simplification correcte. Ces valeurs de vitesse de fluide stagnant seront les bases de validation de nos simulations numériques.

- En écoulement permanent, les vitesses sont plus élevées et augmentent avec le débit d'air. Elles présentent une distribution relativement large centrée sur la valeur moyenne d'écoulement pour les débits moyen et fort. Les vitesses moyennes en eau sont dans une gamme comprise entre 0,45 m.s<sup>-1</sup> et 0,58 m.s<sup>-1</sup>. Les tailles de bulles augmentent également avec le débit d'air avec des longueurs moyennes comprises entre 2,2 et 4,4 cm. Une tendance générale observée est l'augmentation de la vitesse en fonction de la taille de bulles jusqu'à une certaine taille. Au-dessus de celle-ci aucune augmentation supplémentaire n'est observée (phénomène de palier fréquemment référencé dans la littérature, cf Partie 1 3.2.1).
- Les tendances en boues sont similaires à celles observées en eau, que cela concerne l'évolution de la vitesse ou de la taille de bulles en fonction du débit d'air. Les vitesses obtenues en boues sont plus faibles de 18 à 26 % par rapport à celles trouvées en eau. Bien que les estimations faites en boues soient sujettes à discussion étant donnée la précision de la mesure, les résultats présentés sont en accord avec ceux trouvés dans la littérature et serviront de comparaison et de validation pour les simulations en boues.
- L'étendue des distributions de taille et de vitesse montre bien la difficulté de caractériser l'écoulement gaz/liquide de manière simple, difficulté qui va se propager sur la caractérisation du cisaillement. Ces valeurs obtenues en écoulement établi donnent des gammes de vitesses et de tailles sur lesquelles nous nous appuierons pour déterminer une gamme de cisaillement correspondante.

# 2. Simulations numériques

Cette partie présente les simulations de CFD réalisées pour quantifier les contraintes de cisaillement dans les boues en se basant sur les valeurs expérimentales déterminées dans la partie précédente. Les premiers résultats présentés concernent des simulations réalisées en écoulement air/eau dans un but de validation. Le comportement rhéologique des boues de BAM est ensuite pris en compte. La détermination des paramètres du modèle rhéologique retenu est détaillée. Puis les résultats des simulations menées en boues sont décrits avec une comparaison par rapport aux simulations air/eau et une quantification de la gamme de contrainte de cisaillement imposée sur le pilote dans les expériences présentées dans le chapitre précédent.

#### 2.1. Simulations air/eau

#### 2.1.1. Validation des simulations air/eau

Les simulations seront validées grâce aux vitesses de bulles en fluide stagnant pour lesquelles nous avons comme référence la corrélation proposée en géométrie annulaire et les valeurs expérimentales présentées dans la partie précédente.

Nous avons testé des tailles de bulles de 1, 2 et 3 cm de longueur. Nous ne sommes pas parvenus en fluide stagnant à simuler des bulles plus longues. Les vitesses terminales respectives ont été de 0,24 ; 0,27 et 0,28 m.s<sup>-1</sup>.

La comparaison avec la valeur de 0,25 m.s<sup>-1</sup> fournie par la corrélation de Das *et al.* (1998) est satisfaisante. Les vitesses expérimentales sont légèrement sous-estimées par les simulations numériques. Cela peut provenir du fait que nous n'avons pas réellement observé une bulle unique, et donc pas en fluide parfaitement stagnant, comme décrit dans la partie précédente. Malgré cela l'adéquation entre résultats numériques et expérimentaux est satisfaisante.

Nous avons considéré ces résultats suffisants pour valider les simulations CFD; ceci compte tenu de la précision attendue, proche d'un ordre de grandeur, pour donner une estimation de la gamme de contrainte de cisaillement.

#### 2.1.2. Profils de vitesses en eau

Les résultats présentés dans cette partie ont un but qualitatif : ils donnent un aperçu des configurations d'écoulement dans le cas du fluide stagnant et du train de bulles (ici limité à deux bulles).

#### 2.1.2.1. Première bulle en eau

Les vitesses ascensionnelles côté bulle estimées sur le profil middle 0 (Figure 4-13) et de recirculation (Figure 4-14) estimée sur le profil middle 180 sont présentées ci-dessous dans le cas d'une bulle seule de 2 cm en eau. Les différentes courbes correspondent à des temps de simulations.

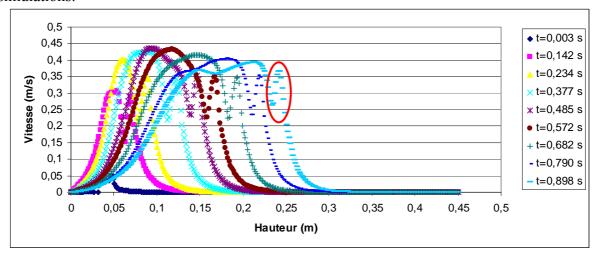


Figure 4-13 : Vitesses sur le profil middle 0 de en fonction de la hauteur pour différents temps dans le cas d'une bulle seule de 2 cm en eau

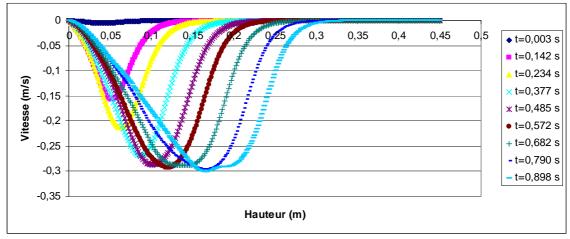


Figure 4-14 : Vitesses sur le profil middle 180 de en fonction de la hauteur pour différents temps dans le cas d'une bulle seule de 2 cm en eau

Côté bulle nous avons un premier pic de vitesse (entourés en rouge sur la Figure 4-13 pour le pas de temps le plus avancé) qui correspond à la bulle et un plateau de vitesse qui est le sillage de la bulle. Le profil de vitesse au niveau de la bulle est dû aux recirculations d'air qui ont lieu au sein de celle-ci. Des exemples sont présentés sur la Figure 4-15.

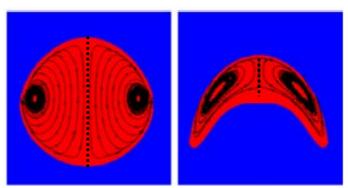


Figure 4-15: Exemples de recirculation au sein d'une bulle (Ansari et Nimvari, 2011)

Les vitesses présentées sur la Figure 4-13 ont été estimées sur le profil middle 0 qui passe au sein de la bulle. Il correspondrait aux traits en pointillé sur les exemples de la Figure 4-15. Les recirculations d'air à l'intérieur de la bulle expliquent l'aspect pic de vitesse observé mais aussi le fait que les vitesses sur le profil middle 0 (jusqu'à 0.4 m.s<sup>-1</sup> sur la Figure 4-13) sont plus élevées que la vitesse moyennée sur l'ensemble de la bulle (0.27 m.s<sup>-1</sup>).

Les vitesses de recirculation de liquide obtenues sont de l'ordre de grandeur des vitesses d'ascension simulée côté bulle avec un maximum de 0,3 m.s<sup>-1</sup>.

Ces profils mettent bien en évidence un écoulement de type airlift lors du passage d'une poche de gaz avec du côté bulle (majeure partie de la phase gazeuse) un écoulement ascendant et du côté opposé, où la phase gazeuse est peu présente, un écoulement descendant. La configuration des écoulements peut être visualisée sur la Figure 4-16 avec le côté bulle à gauche et le côté recirculation à droite pour une bulle de 2cm à un temps de simulation de 0,898 s sur une surface cylindrique au centre de l'espace annulaire.

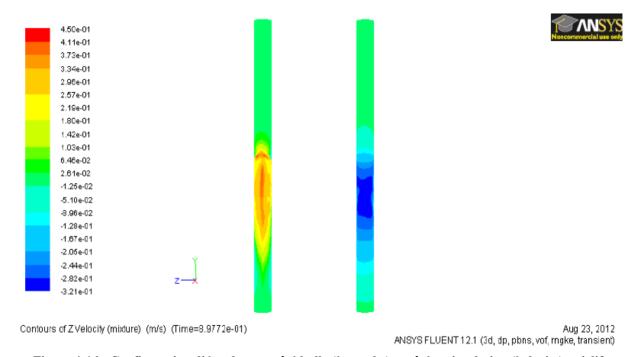


Figure 4-16 : Configuration d'écoulement côté bulle (à gauche) et côté recirculation (à droite) : airlift

#### 2.1.2.2. Bulles suivantes en eau

Les vitesses ascensionnelles (Figure 4-17) et de recirculation (Figure 4-18) dans le cas d'une bulle de 3 cm initialisée dans le sillage d'une bulle de 2 cm sont présentées ci-dessous pour différents temps :

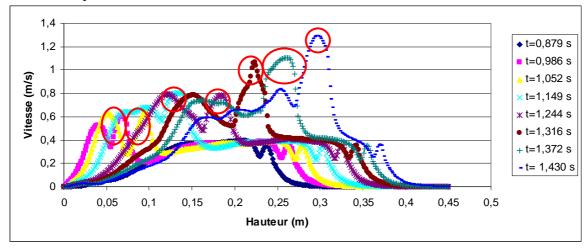


Figure 4-17 : Vitesses sur le profil middle 0 de en fonction de la hauteur pour différents temps dans le cas d'une bulle de 3 cm initialisée dans le sillage d'une bulle de 2 cm en eau

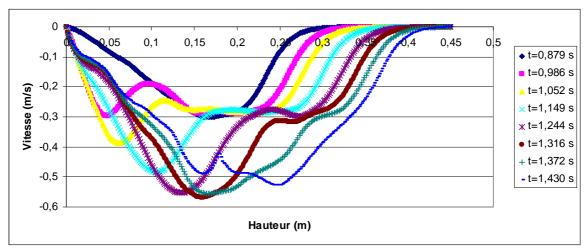


Figure 4-18 : Vitesses sur le profil middle 180 de en fonction de la hauteur pour différents temps dans le cas d'une bulle de 3 cm initialisée dans le sillage d'une bulle de 2 cm en eau

La vitesse de la première bulle ne varie pas sensiblement. Cela ne remet pas en cause l'hypothèse selon laquelle les vitesses de « premières bulles » mesurées expérimentalement sont influencées par le débit d'air et le mouvement global ascendant causé par l'importante fraction de gaz injectée. En effet, dans cette simulation, l'ajout d'une seule bulle dans le sillage de la «première bulle» ne représente pas une quantité significative de fraction volumique de gaz. Celle-ci passe de 1,3 % pour une bulle de 2 cm seule à 3,8 % avec l'ajout d'une bulle de 3 cm ce qui est deux fois moins que le taux de rétention mesuré à plus faible débit d'air expérimentalement. Cette faible différence de taux de rétention pour les simulations numériques explique que dans celles-ci la première bulle n'est pas prise dans un mouvement global de fluide ascendant. Comme nous l'avons supposé précédemment, c'est probablement le confinement de la configuration et les taux de rétention importants qui en résultent qui peuvent expliquer les plus fortes vitesses expérimentales de bulles et leur augmentation avec le débit de gaz.

La vitesse de la bulle initialisée dans le sillage augmente au fur et à mesure qu'elle est entraînée dans le sillage de la première bulle. C'est une des limitations de nos simulations : nous ne sommes par parvenus à simuler un écoulement établi de trains de bulles. Dans toutes les simulations de deux bulles, la seconde bulle accélère jusqu'à coalescer avec la première. Les observations expérimentales montrent que cela peut arriver mais que ce n'est pas le cas de la plupart des bulles. Pour représenter les caractéristiques des écoulements de train de bulles observés expérimentalement nous proposons de considérer les caractéristiques obtenues par simulation de bulles de taille et de vitesse correspondantes à celles mesurées.

La seconde bulle (zones correspondantes entourées en rouge sur la Figure 4-17) atteint des vitesses beaucoup plus importantes que la première, ce qui est en accord avec les observations expérimentales. Nous retrouvons la configuration d'écoulement de type airlift mise en évidence sur les simulations en fluide stagnant. Les vitesses de recirculation atteintes sont également plus importantes qu'avec une seule bulle. Elles sont de l'ordre de 0,5-0,6 m.s<sup>-1</sup>.

La série d'images présentée sur la Figure 4-19 représente l'évolution des fractions volumiques lors de la simulation de l'ascension de deux bulles pour les temps qui correspondent à ceux des graphes présentés dans les Figures 4-17 et 4-18:

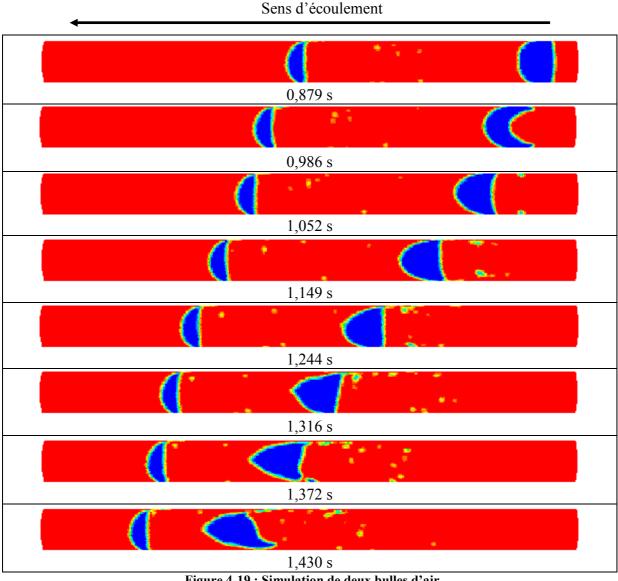


Figure 4-19: Simulation de deux bulles d'air

Le temps de simulation de la première image présentée correspond au temps écoulé sur la simulation de la première bulle et au temps initial de la simulation avec la seconde bulle. La seconde bulle subit dans un premier temps une très forte accélération et une déformation importante (temps 0,986 s). Ce phénomène vient de la façon dont la simulation est réalisée et particulièrement des conditions initiales que nous imposons. Ce point ne correspond pas à une réalité physique et il faudra prendre les résultats des premiers pas de temps pour les simulations de deux bulles avec précaution. La bulle prend ensuite une forme plus stable en « balle de fusil » qui correspond plus à ce que nous avons observé expérimentalement. Les déformations importantes qu'elle subit lorsqu'elle accélère en se rapprochant de la première bulle ont, elles, bien tout leur sens physique.

#### 2.1.3. Contraintes de cisaillement estimées en eau

Les valeurs présentées ici serviront de comparaison par rapport aux simulations en boues et aux résultats disponibles dans la littérature.

### 2.1.3.1. Contraintes moyennes et maximales en eau

Les valeurs de contraintes moyenne et maximale sont présentées dans les Tableaux 4-5, 4-6 et 4-7 en fonction du temps de simulation et de la vitesse pour des bulles de tailles respectives de 1, 3 et 5 cm initialisées dans le sillage d'une bulle de 2 cm.

Tableau 4-5 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 1 cm accélérant derrière une bulle de 2 cm en eau

|           | Première bulle (2 cm) |                 |          | Second        | cm)             | Contrainte |             |
|-----------|-----------------------|-----------------|----------|---------------|-----------------|------------|-------------|
|           | Vitesse (m/s)         | Contrainte (Pa) |          | Vitosso (m/s) | Contrainte (Pa) |            | moyenne     |
| Temps (s) | vitesse (III/s)       | Moyenne         | Maximale | Vitesse (m/s) | Moyenne         | Maximale   | module (Pa) |
| 0,981     | 0,27                  | 0,05            | 1,0      | 0,29          | 0,04            | 0,7        | 0,05        |
| 1,031     | 0,27                  | 0,05            | 0,8      | 0,30          | 0,04            | 0,7        | 0,05        |
| 1,115     | 0,27                  | 0,06            | 0,9      | 0,34          | 0,05            | 0,8        | 0,06        |
| 1,194     | 0,27                  | 0,06            | 0,8      | 0,40          | 0,05            | 1,0        | 0,06        |

Tableau 4-6 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 3 cm accélérant derrière une bulle de 2 cm en eau

|           | Première bulle (2 cm) |                 |          | Seconde bulle (3 cm)         |                 |          | Contrainte  |
|-----------|-----------------------|-----------------|----------|------------------------------|-----------------|----------|-------------|
|           | Vitesse (m/s)         | Contrainte (Pa) |          | Vitosso (m/s)                | Contrainte (Pa) |          | moyenne     |
| Temps (s) | vitesse (III/s)       | Moyenne         | Maximale | (Pa)<br>ximale Vitesse (m/s) | Moyenne         | Maximale | module (Pa) |
| 0,985     | 0,27                  | 0,05            | 1,3      | 0,35                         | 0,09            | 1,1      | 0,06        |
| 1,051     | 0,27                  | 0,05            | 0,9      | 0,46                         | 0,11            | 1,3      | 0,07        |
| 1,149     | 0,27                  | 0,06            | 1,0      | 0,56                         | 0,13            | 1,4      | 0,08        |
| 1,316     | 0,27                  | 0,06            | 1,0      | 0,62                         | 0,14            | 1,5      | 0,10        |
| 1,430     | 0,27                  | 0,05            | 1,1      | 0,73                         | 0,14            | 1,4      | 0,10        |

Tableau 4-7 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 5 cm accélérant derrière une bulle de 2 cm en eau

|           | Première bulle (2 cm) |                 |          | Seconde bulle (5 cm)                       |         |                 | Contrainte  |         |
|-----------|-----------------------|-----------------|----------|--|---------|-----------------|-------------|---------|
|           | Vitesse (m/s)         | Contrainte (Pa) |          | itesse (m/s) Contrainte (Pa) Vitesse (m/s) |         | Contrainte (Pa) |             | moyenne |
| Temps (s) | vitesse (III/s)       | Moyenne         | Maximale | vitesse (III/s)                            | Moyenne | Maximale        | module (Pa) |         |
| 0,985     | 0,27                  | 0,05            | 1,2      | 0,51                                       | 0,11    | 1,4             | 0,06        |         |
| 1,121     | 0,27                  | 0,05            | 1,1      | 0,58                                       | 0,15    | 1,6             | 0,09        |         |
| 1,164     | 0,27                  | 0,05            | 1,0      | 0,62                                       | 0,16    | 1,6             | 0,10        |         |

Les résultats de ces tableaux sont récapitulés dans la Figure 4-20 qui présente les contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse et de la taille de bulle.

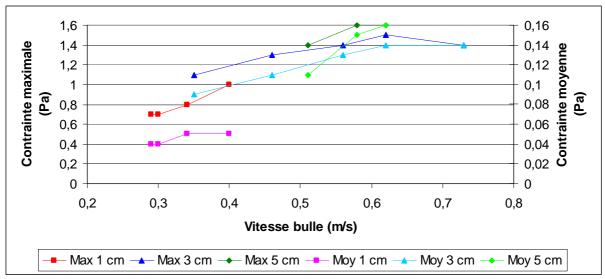


Figure 4-20 : Contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse et de la taille de bulle en eau

Mises à part quelques valeurs extrêmes, les gammes de vitesse observées expérimentalement pour les différents débits d'air sont atteintes par nos simulations avec une vitesse maximale de 0,73 m.s<sup>-1</sup> pour la bulle de 3 cm. Le fait qu'une vitesse plus importante soit atteinte avec cette taille de bulle qu'avec une bulle plus grosse (5 cm) vient du fait qu'elle ait accéléré plus lentement et donc mis plus de temps à coalescer.

De manière générale les contraintes moyennes ainsi que maximales dans la zone de la bulle augmentent lorsque la vitesse et la taille de la bulle augmentent. Nous retiendrons une gamme de contrainte moyenne de 0-0,15 Pa, et de 0-1,5 Pa pour les valeurs maximales, soit un ordre de grandeur de différence. Ces valeurs sont en accord avec celles présentées dans la bibliographie (Partie 1 4.3.1) : des contraintes de cisaillement maximales de 0,7 à 4 Pa ont été estimées numériquement pour des simulations d'écoulements air/eau en membranes planes et les mesures directes par la méthode électrochimique donnent des valeurs maximales de contrainte à la membrane comprises entre 1,5 et 3 Pa (Figures 1-35 et 1-38).

# 2.1.3.2. Profils de contraintes de cisaillement pour les simulations air/eau

Les Figures 4-21, 4-22 et 4-23 représentent les contraintes de cisaillement à la membrane, au centre de l'espace annulaire et au carter pour différente position angulaire par rapport à une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée (respectivement au niveau de la bulle, à 90° et à 180° de celle-ci).

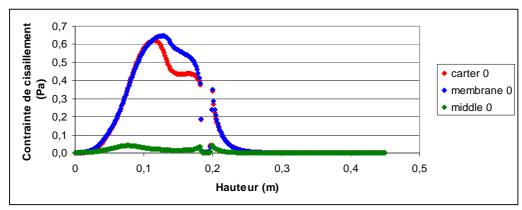


Figure 4-21 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 0, membrane 0 et carter 0 pour une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée

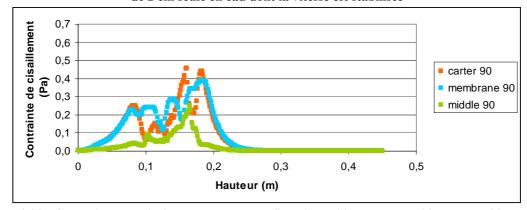


Figure 4-22 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 90, membrane 90 et carter 90 pour une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée

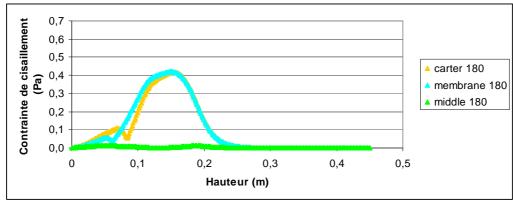


Figure 4-23 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 180, membrane 180 et carter 180 pour une bulle de 2 cm seule en eau dont la vitesse est stabilisée

Les discontinuités de contrainte sur les Figures 4-21 et 4-22 peuvent être expliquées par le fait que nous n'avons pas pu saisir le film liquide entre la bulle et les parois. Le cisaillement est donc quasi nul à ce niveau car nous sommes en présence d'air et non de liquide. Ces figures permettent de se faire une idée de la répartition des contraintes dans le module membranaire. Deux remarques peuvent être faites :

• Le cisaillement est le plus fort en proche paroi ce qui est logique. Cela apparaît clairement pour les positions angulaires de 0° et 180° par rapport à la bulle. Les plus faibles différences observées pour une position de 90° sont dues aux écoulements liquides sur les côtés de la bulle ce qui induit un cisaillement également au centre de l'espace annulaire.

• Le cisaillement est le plus fort au niveau de la bulle avec des contraintes maximales atteignant presque 0,65 Pa. Elles sont de 0,5 à 90° de la bulle et de 0,4 du côté opposé. Cette observation montre le rôle de décolmatage que peut avoir l'injection d'air. Dans notre configuration les contraintes du côté opposé à la bulle restent du même ordre de grandeur, bien que légèrement plus faibles, grâce aux recirculations de liquide rendues possibles par le confinement des membranes dans un carter.

## 2.1.3.3. Contraintes perçues par les particules en eau

L'objectif de cette partie est de mettre en relation le couple contrainte de cisaillement/temps. La Figure 4-24 présente les valeurs de contraintes au cours du temps pour les 10 particules situées initialement sur le profil middle 0 dans le cas de l'ascension d'une bulle de 2 cm en eau ce qui permet de se faire une idée de la répartition du cisaillement sur la hauteur du module.

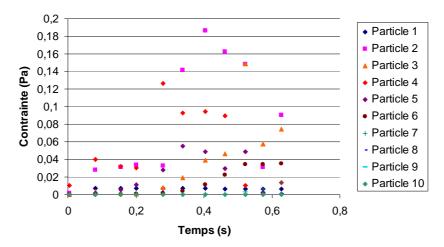


Figure 4-24 : Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules initialisées sur le profil middle 0 en fonction du temps

Ces observations amènent plusieurs remarques qui bien qu'intéressantes, nous serviront plutôt d'ouverture à la réflexion que de résultat validé :

- Les particules initialisées sur une même verticale ne perçoivent pas le même cisaillement. Dans le cas présenté, les particules 7 à 10 ont été initialisées tout en haut du module ce qui explique le faible cisaillement perçu : au temps de simulation considéré la bulle n'a pas atteint les particules et étant donné la zone où elles se trouvent n'ayant pas été atteinte par le mouvement, elles n'ont pas pu bouger dans la zone d'influence de la bulle. Mais pour les particules influencées par le passage de la bulle les contraintes perçues varient considérablement d'un agrégat à l'autre. Cela met en évidence la difficulté de quantifier le cisaillement perçu par les flocs : quelles valeurs faut-il considérer? Comment le quantifier pour être représentatif de la réalité? Rappelons que la précision de nos simulations est limitée et qu'elles reposent sur un grand nombre de simplifications, ce qui impacte les contraintes estimées et présentées ici. A ces difficultés vient s'ajouter celle de la caractérisation de l'hydrodynamique déjà présentée.
- Une évolution temporelle des contraintes est bien mise en évidence. Cela apparaît de manière plus évidente si nous nous focalisons sur seulement deux particules (Figure 4-25):

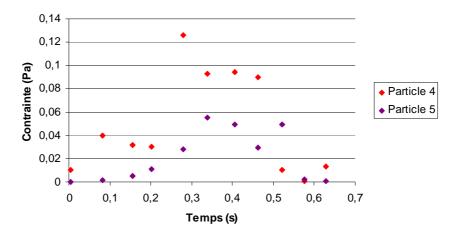


Figure 4-25 : Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules 4 et 5 initialement situées sur le profile middle0 à mi-hauteur du module, en fonction du temps

Pour chaque particule, les contraintes augmentent lors du passage de la bulle puis diminuent lorsqu'elle s'éloigne et que les particules sortent de la zone d'influence de la bulle. Cette dimension temporelle doit être prise en compte et c'est un facteur de plus à considérer dans la quantification du cisaillement pour la transposition sur l'outil rhéologique dans le cadre de nos simulations de déstructuration contrôlée. La Figure 4-25 renforce le point précédent : deux particules initialisées à des positions très proches (environ 4 cm de différence de hauteur) subissent des contraintes qui vont du simple au double. Il faut tout de même rappeler que les valeurs sont évaluées ici sur des simulations durant 1 s alors que les flocs restent en moyenne 20 jours dans le réacteur.

Il peut également être intéressant de voir comment le cisaillement évolue en fonction de la position des particules dans l'ensemble du module. La Figure 4-26 présente les valeurs de contraintes au cours du temps pour les 5 injections (définies dans la Partie 2 3.2.6) pour une particule située à mi-hauteur des profils pour chaque injection lors de la simulation d'une bulle de 2 cm seule.

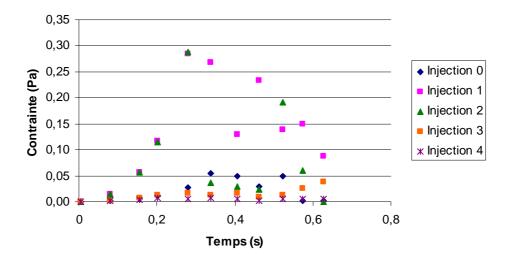


Figure 4-26 : Evolution des contraintes de cisaillement perçues par les particules initialement situées sur les profils middle0, membrane0, carter 0, middle90 et middle 180 à mi-hauteur du module, en fonction du temps

Les particules initialisées proches des parois (Figure 4-26 – Injections 1 et 2) subissent les plus fortes contraintes. Il est notable que les contraintes de cisaillement sur les particules sont très fluctuantes, quelle que soit leur position par rapport à la bulle.

#### 2.2. Simulations air/boues

Ces simulations ont nécessité la caractérisation préalable du comportement rhéologique des boues. Le calage a été fait sur les différents modèles proposés par Fluent. Les simulations ont été réalisées avec des paramètres calculés à partir des rhéogrammes faits sur deux boues :

- Les boues de BAM de la station de Nailloux, (concentration en MES de 5 g.L<sup>-1</sup>), pour lesquelles les observations de vitesses ont été faites.
- Les boues du pilote (séquence 5 considérée comme caractéristique avec une concentration en MES de 8,6 g.L<sup>-1</sup>).

Les données de cisaillement obtenues seront comparées avec celles des simulations air/eau mais également avec les données expérimentales présentées dans la dernière partie de ce chapitre sur les tests de déstructuration contrôlée des boues.

# 2.2.1. Calage du modèle rhéologique

Les premiers résultats présentés sont tirés d'un rhéogramme réalisé le 17 novembre 2011 (concentration en MES de 8,6 g.L<sup>-1</sup>). Le but est de trouver le modèle qui correspond le mieux aux propriétés des boues pour déterminer les paramètres à utiliser pour les simulations avec Fluent. Le même modèle a été appliqué aux autres rhéogrammes (réalisation en triplica) pour avoir des valeurs moyennes et des écarts types sur les paramètres du modèle. Un exemple de rhéogramme obtenu est présenté sur la Figure 4-27.

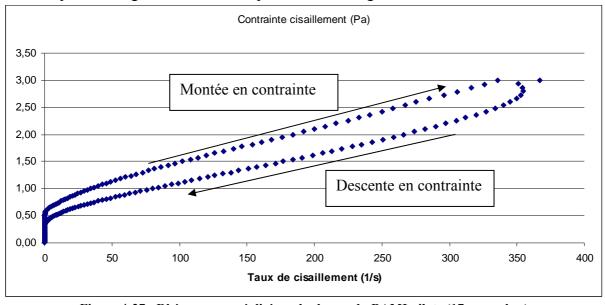


Figure 4-27 : Rhéogramme réalisé sur les boues du BAMI pilote (17 novembre)

Deux points sont particulièrement remarquables :

• Le fluide est thixotrope : la contrainte de cisaillement n'est pas la même pour un même taux de cisaillement en montée et en descente en contrainte. Les modèles proposés par Fluent ne prennent pas en compte ce caractère thixotrope des boues. Pour caler un modèle sur nos résultats, nous avons choisi de ne travailler que sur la montée en contrainte. Il sera possible dans un second temps de travailler sur la redescente en contrainte pour comparer les paramètres et éventuellement les adapter.

• Comme mentionné dans la littérature (voir par exemple la revue de Seyssiecq *et al.* 2003), la boue est un fluide à seuil. Le seuil de notre boue se situe aux alentours de 0,4 Pa, c'est-à-dire au-dessus des contraintes moyennes calculées dans les simulations air/eau présentées précédemment, ce qui montre l'intérêt de prendre en compte ce comportement rhéologique dans nos simulations.

Les différents modèles proposés par Fluent (loi puissance, Carreau, Cross) sont décrits en Annexe 4.5. Chaque modèle a été calé sur les valeurs expérimentales avec un ajustement de ses paramètres (réalisé avec le solveur EXCEL). Le paramètre à minimiser choisi pour l'ajustement des courbes, ou critère d'erreur, est le suivant :

$$R = \Sigma \frac{\left| \mu_{\text{exp}} - \mu_{\text{simu}} \right|}{\mu_{\text{exp}}} \text{ Équation 4-5}$$

Ce paramètre divisé par le nombre de points traités et multiplié par 100 donne l'erreur relative moyenne en % qui pourra être comparée à d'autres travaux. Les résultats des différents modèles sont comparés avec les valeurs expérimentales sur la Figure 4-28.

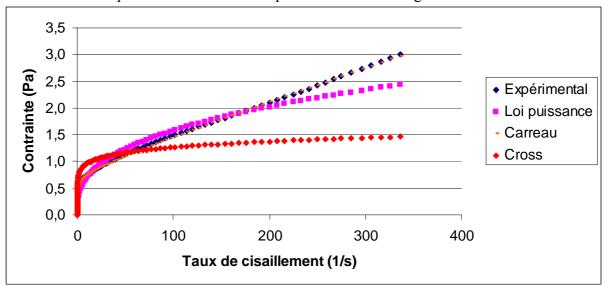


Figure 4-28 : Comparaison des différents modèles avec les résultats expérimentaux

Le modèle de Carreau semble le mieux correspondre ce qui est quantifié dans le Tableau 4-8 qui récapitule les résultats des différents modèles.

Tableau 4-8 : Comparaison des différents modèles testés

| Modèle        | Critère erreur | Erreur relative moyenne (%) |
|---------------|----------------|-----------------------------|
| Loi puissance | 95,5           | 39,8                        |
| Carreau       | 43,1           | 17,9                        |
| Cross         | 62,8           | 26,1                        |

Les paramètres du modèle de Carreau ont donc été calculés pour les trois rhéogrammes réalisés ce jour là. Les valeurs moyennes et les écarts type sont présentés dans le Tableau 4-9.

Tableau 4-9: Paramètres pour le modèle de Carreau, MES=8,6 g.L<sup>-1</sup>

|                     | Moyenne | Ecart type | Ecart type (%) |
|---------------------|---------|------------|----------------|
| $\mu_0$             | 23,2    | 2,5        | 11             |
| $\mu_{\infty}$      | 0,0059  | 0,0001     | 1,8            |
| λ                   | 62,7    | 7,9        | 13             |
| n                   | 0,10    | 0,01       | 11             |
| Critère erreur      | 45,7    | 2,3        | 5,1            |
| Erreur relative (%) | 19,0    | 1,0        | 5,1            |

Les écarts type sont de l'ordre de 10 % ce qui semble satisfaisant et l'erreur relative moyenne par rapport aux valeurs expérimentales est de moins de 20 % ce qui est correct, étant donné les imprécisions de mesure en faible cisaillement.

Dans le but d'estimer l'influence de la concentration en MES, le modèle de Carreau a été calé sur les rhéogrammes réalisés le 15 décembre, en fin de séquence 6, pour laquelle le débit d'air fixé était plus important qu'en séquence 5 (225 au lieu de 75 L.h<sup>-1</sup>). Rappelons qu'au cours de cette séquence nous avons eu un problème avec l'eau d'alimentation (Partie 3 2.2). La concentration en MES mesurée la plus proche en date est celle du 14 décembre avec une valeur de 12,32 g.L<sup>-1</sup>.

Tableau 4-10 : Paramètres pour le modèle de Carreau, boues concentrées, MES=12,3 g.L<sup>-1</sup>

|                     | Moyenne | Ecart type | Ecart type (%) |
|---------------------|---------|------------|----------------|
| $\mu_0$             | 28,1    | 0,9        | 3,1            |
| $\mu_{\infty}$      | 0,0069  | 0,0001     | 2,0            |
| λ                   | 68,8    | 4,8        | 6,9            |
| n                   | 0,11    | 0,01       | 8,7            |
| Critère erreur      | 48,7    | 3,9        | 8,1            |
| Erreur relative (%) | 20,3    | 1,6        | 8,1            |

Les valeurs sont du même ordre de grandeur que celles estimées avec les boues du 17 novembre (concentration en MES de 8,6g.L<sup>-1</sup>) avec une augmentation des viscosités à cisaillement nul et infini qui passent respectivement de 23,2 à 28,1 Pa.s (+21 %) et de 0,0059 à 0,0069 Pa.s (+17 %).

Les valeurs ont aussi été estimées pour les boues de Nailloux sur lesquelles les visualisations ont été faites. Elles sont plus diluées (5 g.L<sup>-1</sup>) et présentent des valeurs de viscosité plus faibles (Tableau 4-11).

Tableau 4-11: Paramètres pour le modèle de Carreau, boues peu concentrées, Nailloux, MES=5,00 g.L<sup>-1</sup>

|                     | Moyenne | Ecart type | Ecart type (%) |
|---------------------|---------|------------|----------------|
| $\mu_0$             | 5,4     | 0,6        | 11,9           |
| $\mu_{\infty}$      | 0,0036  | 0,0005     | 12,7           |
| λ                   | 49,4    | 1,5        | 3,0            |
| n                   | 0,10    | 0,01       | 9,5            |
| Critère erreur      | 46,6    | 2,3        | 5,0            |
| Erreur relative (%) | 19,4    | 1,0        | 5,0            |

Les mesures réalisées sur ces trois boues différentes donnent comme tendance une augmentation de la viscosité avec la concentration en MES. Les valeurs qui seront utilisées pour les simulations seront celles des boues de Nailloux (observation caméra) dans un but de

validation et celles des boues du pilote au 17 novembre (considérées comme les plus représentatives) dans un but de comparaison avec les résultats expérimentaux obtenus sur pilote.

Les modalités des simulations présentées par la suite sont similaires à celles réalisées en eau : vitesse de bulle seule comme base de comparaison, vitesse de bulles en écoulement pour différentes tailles de bulles.

## 2.2.2. Vitesses en boues

### 2.2.2.1. Comparaison boues de Nailloux / eau

La Figure 4-29 compare les profils de vitesse côté bulle et côté recirculation obtenus pour les boues de Nailloux et l'eau pour la simulation d'une bulle de 2 cm en fluide stagnant pour des temps de simulation proches (respectivement 0,430 et 0,485 s).

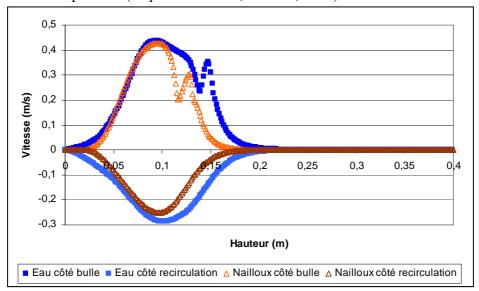


Figure 4-29 : Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obtenues pour les boues de Nailloux et en eau lors de la simulation de l'ascension d'une bulle de 2 cm en fluide stagnant

Le Tableau 4-12 récapitule les valeurs de vitesse et de contraintes de cisaillement obtenues pour des bulles de 2 cm en fluide stagnant dans les boues de Nailloux et dans l'eau.

Tableau 4-12 : Comparaison des vitesses et des contraintes de cisaillement obtenues pour l'eau et les boues de Nailloux pour une bulle de 2 cm en fluide stagnant

|           | E                     | au              |          |           | Boues Nailloux        |                |          |  |
|-----------|-----------------------|-----------------|----------|-----------|-----------------------|----------------|----------|--|
| Temps (s) | Vitesse bulle (m/s)   | Contrainte (Pa) |          | Temps (s) | Vitesse bulle (m/s)   | Contrainte(Pa) |          |  |
|           | vitesse buile (III/s) | Moyenne         | Maximale |           | vitesse buile (III/s) | Moyene         | Maximale |  |
| 0,142     | 0,30                  | 0,01            | 0,7      | 0,178     | 0,26                  | 0,11           | 4,4      |  |
| 0,234     | 0,26                  | 0,02            | 0,8      | 0,244     | 0,23                  | 0,13           | 3,1      |  |
| 0,378     | 0,27                  | 0,02            | 0,8      | 0,386     | 0,23                  | 0,15           | 5,0      |  |
| 0,485     | 0,28                  | 0,03            | 1,3      | 0,430     | 0,23                  | 0,16           | 3,5      |  |

Ces résultats mettent en évidence des différences importantes entre hydrodynamique en eau et en boues :

- Les vitesses de bulles sont plus élevées pour les simulations en eau. En considérant des vitesses d'ascension de 0,23 et 0,27 m.s<sup>-1</sup> respectivement en boues et en eau, nous trouvons un écart de 15 %. Cette différence correspond aux tendances observées expérimentalement à la caméra rapide. Nous considérerons les simulations menées en boues comme valides suivant ce critère.
- Cette différence de vitesse est également observée côté recirculation, les valeurs étant du même ordre de grandeur dans le sillage des bulles.
- Le sillage de la bulle est plus long en eau, ce qui est également le cas de la zone de recirculation. La zone d'influence de la bulle est beaucoup plus restreinte en boues avec une atténuation rapide de l'influence de la bulle.
- Les valeurs de contrainte sont environ un ordre de grandeur plus importantes en boues qu'en eau, que cela concerne les valeurs moyennes (malgré la zone d'influence plus limitée observée en boues) ou maximales.

# 2.2.2.2. Comparaison boues de Nailloux / boues du pilote

Une comparaison similaire peut être faite entre les simulations réalisées avec des paramètres rhéologiques de deux boues différentes estimés dans la partie 3.4.1. Les profils de vitesse côté bulle et côté recirculation obtenus pour les boues de Nailloux et celles du pilote sont présentés sur la Figure 4-30 pour la simulation d'une bulle de 2 cm en fluide stagnant pour des temps de simulation proches (respectivement 0,430 et 0,440 s).

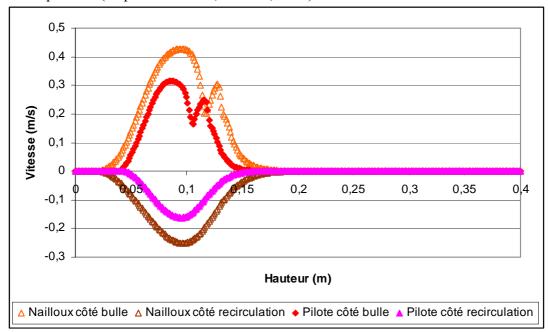


Figure 4-30 : Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obtenues pour les boues de Nailloux et celles du pilote lors de la simulation de l'ascension d'une bulle de 2 cm en fluide stagnant

Le Tableau 4-13 récapitule les valeurs de vitesse et de contrainte de cisaillement obtenues pour des bulles de 2 cm en fluide stagnant dans les boues de Nailloux (5,0 g.L<sup>-1</sup>) et celle du pilote (8,6 g.L<sup>-1</sup>).

Tableau 4-13 : Comparaison des vitesses et contraintes de cisaillement obtenues pour deux boues différentes pour une bulle de 2 cm en fluide stagnant

|           | Boues Pilo            | te (8.6 g.L     | ·1)      |           | Boues Nailloux (5.0 g.L <sup>-1</sup> ) |                 |          |  |
|-----------|-----------------------|-----------------|----------|-----------|---|-----------------|----------|--|
| Temps (s) | Vitesse bulle (m/s)   | Contrainte (Pa) |          | Temps (s) | Vitesse bulle (m/s)                     | Contrainte (Pa) |          |  |
|           | vitesse buile (III/s) | Moyenne         | Maximale |           | vitesse buile (III/s)                   | Moyenne         | Maximale |  |
| 0,00      | 0,03                  | 0,14            | 2,5      | 0,004     | 0,03                                    | 0,05            | 1,4      |  |
| 0,067     | 0,20                  | 0,20            | 5,9      | 0,089     | 0,24                                    | 0,09            | 4,7      |  |
| 0,17      | 0,22                  | 0,26            | 5,7      | 0,178     | 0,26                                    | 0,12            | 4,4      |  |
| 0,23      | 0,19                  | 0,27            | 4,6      | 0,244     | 0,23                                    | 0,13            | 3,1      |  |
| 0,29      | 0,19                  | 0,28            | 5,7      | 0,318     | 0,23                                    | 0,14            | 3,7      |  |
| 0,36      | 0,19                  | 0,28            | 4,4      | 0,386     | 0,23                                    | 0,15            | 5,0      |  |
| 0,44      | 0,18                  | 0,29            | 4,5      | 0,430     | 0,23                                    | 0,16            | 3,5      |  |

Les propriétés des boues influent sur le comportement hydrodynamique des bulles :

• La vitesse est plus faible pour les boues du pilote que celles de Nailloux. Cette tendance est vraisemblable car les boues du pilote ont un seuil d'écoulement plus élevé (Figure 4-31) et sont plus visqueuses ce qui peut être dû à leur plus forte concentration (comparaison des paramètres Tableau 4-9 Tableau 4-11 et des rhéogrammes).

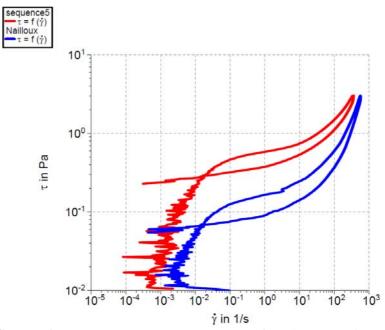


Figure 4-31 : Comparaison des rhéogrammes des boues du pilote (séquence 5) et de Nailloux

• Les cisaillements moyens sont plus élevés pour les boues pilotes que pour celles de Nailloux, les cisaillements maximaux sont du même ordre de grandeur, légèrement plus forts pour les boues du pilote.

La concentration en MES modifie les propriétés rhéologiques des boues (paramètres de la loi de Carreau) ce qui impacte sur les vitesses de bulles et le cisaillement moyen dans le module. Le comportement rhéologique évolue au cours des séquences (cf Annexe 1.7), ce qui est quantifiable dans la comparaison des paramètres estimés (Tableau 4-9, Tableau 4-10 et Tableau 4-11). Cette différence entre deux boues est plus importante qu'entre eau et boue de Nailloux (Figure 4-32) ce qui montre qu'il est nécessaire d'évaluer le comportement rhéologique des boues pour réaliser les simulations.

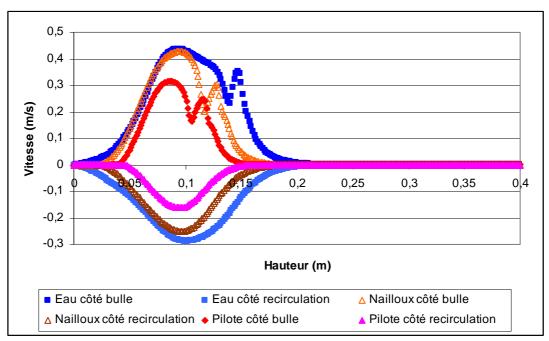


Figure 4-32 : Comparaison des vitesses axiales sur les profils middle0 et middle180 obtenues pour les boues de Nailloux et celles du pilote lors de la simulation de l'ascension d'une bulle de 2 cm en fluide stagnant

Etant donnés les temps de calcul importants nous n'avons toutefois pas pu réaliser les simulations pour toutes les boues étudiées. Par la suite les résultats présentés concerneront des simulations faites en prenant comme boue de référence celle de la séquence 5 avec les paramètres calculés et récapitulés dans le Tableau 4-9.

## 2.2.3. Contraintes de cisaillement estimées en boues

### 2.2.3.1. Contraintes moyennes et maximales en boues

Les valeurs de contraintes moyennes et maximales sont présentées dans les Tableaux 4-14, 4-15 et 4-16 en fonction du temps de simulation et de la vitesse pour des bulles de tailles respectives de 1, 3 et 5 cm initialisées dans le sillage d'une bulle de 2 cm.

Tableau 4-14 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 1 cm accélérant derrière une bulle de 2 cm en boues

|       | Première bulle (2 cm) |                 |          | Seconde       | Contrainte |          |             |
|-------|-----------------------|-----------------|----------|---------------|------------|----------|-------------|
| Temps | \/;tagaa (m/a)        | Contrainte (Pa) |          | Vitosso (m/s) | Contra     | inte(Pa) | moyenne     |
|       | Vitesse (m/s)         | Moyenne         | Maximale | Vitesse (m/s) | Moyenne    | Maximale | module (Pa) |
| 0,971 | 0,18                  | 0,41            | 4,3      | 0,24          | 0,37       | 4,4      | 0,40        |
| 1,125 | 0,18                  | 0,43            | 5,0      | 0,27          | 0,34       | 5,4      | 0,40        |
| 1,256 | 0,18                  | 0,45            | 4,7      | 0,32          | 0,34       | 6,2      | 0,40        |
| 1,33  | 0,18                  | 0,43            | 4,3      | 0,37          | 0,37       | 6,5      | 0,40        |
| 1,389 | 0,18                  | 0,43            | 4,5      | 0,42          | 0,36       | 6,9      | 0,40        |

| Tableau 4-15 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 3 cm accélérant derrière une bulle |  |  |  |  |  |  |
|---|--|--|--|--|--|--|
| de 2 cm en boues  |  |  |  |  |  |  |

|       | Première bulle (2 cm) |                 | Seconde  | Contrainte      |                 |          |             |
|-------|-----------------------|-----------------|----------|-----------------|-----------------|----------|-------------|
| Temps | Vitesse (m/s)         | Contrainte (Pa) |          | Vitesse (m/s)   | Contrainte (Pa) |          | moyenne     |
|       | Vitesse (III/s)       | Moyenne         | Maximale | VILESSE (111/S) | Moyenne         | Maximale | module (Pa) |
| 0,972 | 0,18                  | 0,37            | 4,9      | 0,27            | 0,82            | 7,0      | 0,51        |
| 1,094 | 0,18                  | 0,41            | 4,7      | 0,37            | 0,81            | 7,1      | 0,55        |
| 1,163 | 0,18                  | 0,39            | 4,5      | 0,46            | 0,84            | 9,5      | 0,58        |
| 1,261 | 0,19                  | 0,32            | 7,4      | 0,57            | 0,85            | 11,5     | 0,59        |

Tableau 4-16 : Vitesse et contrainte de cisaillement pour une bulle de 5 cm accélérant derrière une bulle de 2 cm en boues

| Première bulle (2 cm) |                 | Seconde | Contrainte |                  |                 |          |             |
|-----------------------|-----------------|---------|------------|------------------|-----------------|----------|-------------|
| Temps                 | Vitesse (m/s)   | Contrai | nte (Pa)   | Vitesse (m/s)    | Contrainte (Pa) |          | moyenne     |
|                       | VILESSE (III/S) | Moyenne | Maximale   | VII.6556 (111/5) | Moyenne         | Maximale | module (Pa) |
| 0,971                 | 0,18            | 0,40    | 5,0        | 0,28             | 0,98            | 8,9      | 0,56        |
| 1,091                 | 0,18            | 0,41    | 4,4        | 0,39             | 1,08            | 10,2     | 0,65        |
| 1,151                 | 0,18            | 0,38    | 4,7        | 0,46             | 1,09            | 9,8      | 0,68        |
| 1,205                 | 0,19            | 0,32    | 4,4        | 0,56             | 1,14            | 11,1     | 0,71        |

Les résultats de ces tableaux sont récapitulés dans la Figure 4-33 qui présente les contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse et de la taille de bulle.

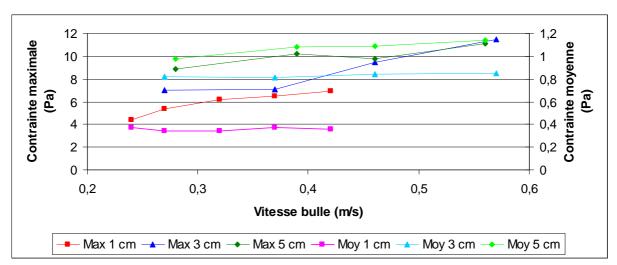


Figure 4-33 : Contraintes de cisaillement moyennes et maximales en fonction de la vitesse et de la taille de bulle en boues

Comme en eau, les caractéristiques de la zone correspondant à la première bulle ne varient pas sensiblement. En ce qui concerne les zones correspondant aux « secondes » bulles, dans le sillage de la première, une tendance globale est l'augmentation des valeurs moyennes et maximales de contraintes de cisaillement avec la taille et la vitesse de bulles. Deux remarques spécifiques peuvent être faites pour chacune de ces valeurs :

- L'augmentation de valeur moyenne semble due à l'augmentation de taille de bulle et n'est pas trop affectée par l'augmentation de vitesse. Cela peut être expliqué par le fait que la longueur de sillage d'une bulle (zone d'influence) augmente avec sa taille.
- Au contraire la contrainte de cisaillement maximale augmente plus spécifiquement avec la vitesse, et dans une moindre mesure avec la taille de bulle. Cette tendance semble logique : de plus grandes vitesses devraient induire de plus fort gradients de vitesse, et donc de plus fort taux de cisaillement.

Etant donné que de plus grandes vitesses et tailles de bulles ont été observées au plus fort débit d'air, l'augmentation de l'aération devrait conduire à de plus fortes contraintes dans les boues et ptentiellement à une plus déstructuration plus importante.

Nous retiendrons une gamme de contrainte de cisaillement moyenne de 0-1 Pa pour les et de 0-10 Pa pour les contraintes maximales, soit un ordre de grandeur de différence entre elles, mais aussi un ordre de grandeur de différence avec les simulations air/eau.

# 2.2.3.2. Profils de contraintes de cisaillement pour les simulations air/boues

Les Figures 4-34, 4-35 et 4-36 représentent les contraintes de cisaillement à la membrane, au centre de l'espace annulaire et au carter pour différente position angulaire par rapport à une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée (respectivement au niveau de la bulle, à 90° et à 180° de celle-ci).

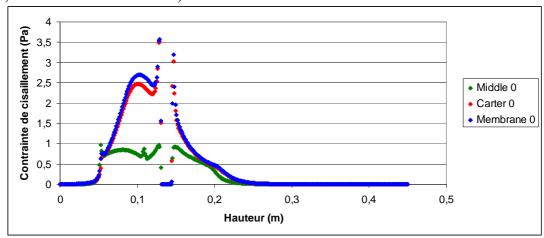


Figure 4-34 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 0, membrane 0 et carter 0 pour une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée

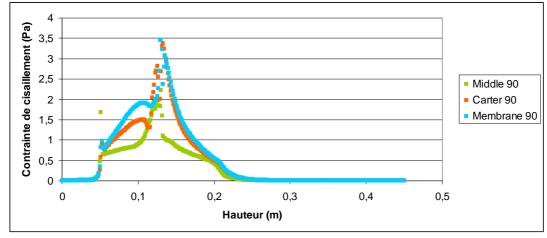


Figure 4-35 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 90, membrane 90 et carter 90 pour une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée

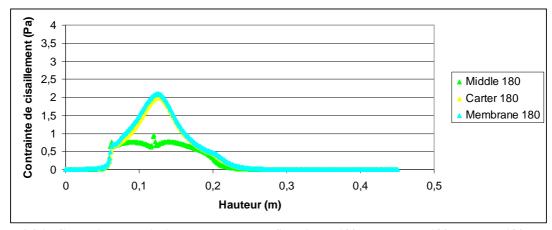


Figure 4-36 : Contraintes de cisaillement sur les profils middle 180, membrane 180 et carter 180 pour une bulle de 2 cm seule en boues dont la vitesse est stabilisée

Les profils de contraintes de cisaillement sont différents de ceux obtenus pour les simulations en eau. Les contraintes restent plus fortes aux parois mais la différence avec celles au centre de l'espace annulaire est moindre qu'en eau. Par ailleurs l'atténuation de l'influence de la bulle est plus grande en boues ce qui peut se voir sur les profils côtés recirculation (Figure 4-36) : la zone d'influence est plus petite qu'en eau et le cisaillement est quasiment divisé par deux par rapport au côté bulle.

## 2.2.3.3. Contraintes perçues par les particules en boues

La Figure 4-37 présente les valeurs de contraintes au cours du temps pour les 10 particules situées sur le profil middle 0 dans le cas de l'ascension d'une bulle de 2 cm en boues.

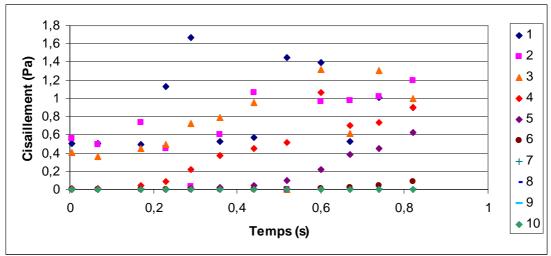


Figure 4-37 : Contraintes perçues par les particules pour une bulle de 2 cm en boues

Une différence peut être notée par rapport à ce qui a été observé en eau. Les temps pendant lesquels les agrégats sont soumis au cisaillement sont plus importants. Cela caractérise qualitativement l'écoulement en boues : il semblerait qu'il y ait un entrainement en masse dans le sillage de la bulle et que les particules subissent son influence plus longtemps. Au contraire l'écoulement en eau serait plus turbulent et les agrégats sont soumis moins longtemps au cisaillement, mais avec des variations plus fortes (Figure 4-24). Comme précisé précédemment, ces résultats obtenus avec les injections de particules constituent plutôt des pistes de réflexion et il sera notamment nécessaire de considérer également les variations de

position de ces particules en fonction du temps pour valider les hypothèses émises sur les configurations d'écoulement.

## 2.3. Récapitulatif sur les simulations numériques

Les travaux réalisés sur les simulations numériques ont permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- La validation des simulations a été faite pour considérer les résultats fournis par les simulations comme suffisamment fiables pour des tendances et ordre de grandeurs :
  - O Dans un premier temps avec les vitesses de première bulle en eau avec une précision satisfaisante. Simuler le faisceau de membrane comme un cylindre plein est une hypothèse correcte.
  - O La simulation d'une bulle en ascension dans le sillage d'une autre bulle rend compte des effets d'entraînements observés expérimentalement dans les trains de bulles. Les gammes de vitesse obtenues par simulation correspondent aux données expérimentales ce qui permet l'accès aux contraintes de cisaillement dans les trains de bulles.
  - O Les propriétés rhéologiques des boues ont ensuite été prises en compte, les vitesses simulées suivent les tendances observées expérimentalement.
- La comparaison entre écoulement en eau et boues a montré les différences suivantes :
  - o Les vitesses de bulles sont plus élevées pour les simulations en eau. Cette différence de vitesse est également observée côté recirculation.
  - o La zone d'influence de la bulle est beaucoup plus restreinte en boues.
  - Les contraintes de cisaillement sont environ un ordre de grandeur plus élevés en boues.
- Les caractéristiques des boues influencent les propriétés rhéologiques et par conséquent l'hydrodynamique engendrée par l'aération. Des différences sensibles ont pu être simulées, notamment en ce qui concerne les vitesses d'ascension et le cisaillement en fonction des paramètres de la loi rhéologique utilisée qui eux-mêmes varient en fonction de la concentration en MES des boues.
- Cette variation des propriétés rhéologiques des boues au cours du temps met en évidence la difficulté de quantifier les contraintes de cisaillement dans les BAMI. En effet, elle avait déjà été anticipée avec la difficulté de caractériser l'hydrodynamique en fonction du débit d'air. Il faut y rajouter l'évolution temporelle du cisaillement perçu par les agrégats et les variations des propriétés des boues au sein du pilote. Nos travaux constituent une première approche sur ce type de recherches et donnent des ordres de grandeur et des tendances mais le couplage des modèles CFD avec des modèles de filtration et des modèles biologiques dans le but de simuler les BAM et leurs performances d'ensemble reste une perspective à long terme.
- L'objectif de cette partie était de quantifier les valeurs de contrainte de cisaillement au sein des boues. Elles sont bien plus importantes qu'en eau, de l'ordre de 10 fois supérieures, que ce soit pour les valeurs moyennes ou maximales. Cette différence montre qu'il est primordial de prendre en compte le comportement rhéologique des boues dans les simulations CFD en BAMI. Nous retiendrons pour la comparaison avec les expériences de déstructuration contrôlée des gammes de :
  - o 0-1 Pa pour les valeurs moyennes de contrainte.
  - o 0-10 Pa pour les valeurs maximales de contrainte.

#### 3. Tests de déstructuration contrôlée des boues

Cette partie présente la dernière étape de notre démarche dans le but de déterminer l'influence potentielle de l'aération sur les propriétés des boues sur le court terme. Elle est composée dans un premier temps d'une courte étude bibliographique sur ce genre de manipulations et sur l'influence de l'hydrodynamique sur les agrégats microbiens. Ayant plutôt un intérêt technique que de compréhension des BAM, nous avons choisi de la placer ici dans un but de confrontation directe avec nos résultats. Les travaux expérimentaux sont ensuite détaillés avec des tests rhéologiques de déstructuration des boues à cisaillement contrôlé.

## 3.1. Bibliographie technique

Une revue concernant l'effet de l'hydrodynamique et des contraintes de cisaillement sur la formation de biofilms a été réalisée par Liu et Tay (2002). L'une des conclusions présentée est que l'augmentation des contraintes de cisaillement induit une production d'exopolysaccharides. La Figure 4-38 montre l'évolution du ratio polysaccharides/protéines en fonction de la vitesse superficielle de gaz dans un réacteur à lit fluidisé triphasique.

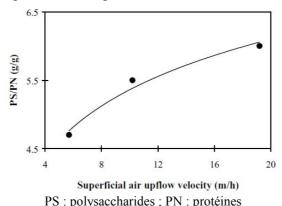
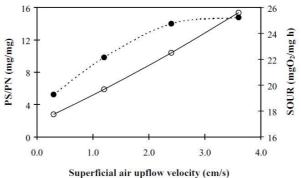


Figure 4-38 : Influence de la vitesse superficielle de gaz sur le ratio polysaccharide/protéine du biofilm dans un réacteur à lit fluidisé triphasique (Lertpocasombut, 1991 ; tiré de Liu et Tay (2002))

Nous pouvons noter qu'à la différence de la composition des agrégats « libres » que nous avons étudiés (ratio polysaccharide/protéine inférieurs à 1), les polysaccharides sont prédominants. Nous retrouvons toutefois la tendance selon laquelle sous conditions hydrodynamiques plus contraignantes la production de polysaccharides augmente.

Des résultats similaires ont été trouvés dans des réacteurs batch séquencés à courant ascendant (Figure 4-39).



PS: polysaccharides; PN: protéines

Figure 4-39 : Influence de la vitesse superficielle de gaz sur le ratio polysaccharides/protéines (•) de granules aérobies (Tay et al., 2001)

Dans ce travail aussi, la concentration en polysaccharides est plus grande que celle en protéines. Vandevivere et Kirchman (1993) avaient trouvé que le ratio

exopolysaccharides/protéines était 5 fois plus grand pour des cellules attachées que pour des cellules « libres ». L'ensemble de ces résultats impliquerait que les polysaccharides contribuent fortement aux processus d'attachement et d'immobilisation des bactéries, et que la contribution des protéines cellulaires à la structure et la stabilité des bactéries associées aux granules soit moins importante. De la même manière que pour les biofilms, l'augmentation de vitesse superficielle entraine une augmentation de la proportion de polysaccharides. Il semblerait donc que ceux-ci puissent améliorer la cohésion ainsi que l'adhésion des cellules et qu'ils jouent un rôle crucial dans le maintien de l'intégrité de la structure de la matrice du biofilm ou la stabilité des granules.

Yuan et Farnood (2010) ont estimé l'influence des contraintes de cisaillement sur la taille des flocs pour des boues de BA. Ils ont utilisé un dispositif annulaire pour lequel la vitesse de rotation de la géométrie leur permettait de contrôler le cisaillement imposé au milieu biologique. Les premiers résultats que les auteurs fournissent concernent la déstructuration des boues en fonction du temps de cisaillement (Figure 4-40).

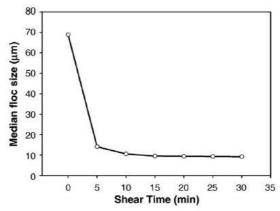


Figure 4-40: Taille moyenne de flocs en fonction du temps de cisaillement (Yuan et Farnood, 2010)

A une agitation de 1500 rpm, ce qui correspond à une contrainte de cisaillement comprise entre 2,1 et 5,0 Pa dans leur dispositif, ils ont estimé que le temps nécessaire pour atteindre un état stationnaire était de 15 min. Ils ont donc réalisé leur expérience avec des temps de cisaillement de 20 min. La suspension semble quasiment entièrement déstructurée après 5 min de cisaillement.

Ils comparent avec les résultats de Bache *et al.* (1999) obtenus avec du latex et de l'amidon (Figure 4-41), le ratio de cassage des agrégats étant défini ainsi :

$$b = \frac{N_0 - N_t}{N_0}$$
 Équation 4-6

où  $N_0$  et  $N_t$  sont respectivement les nombres de flocs ayant une taille supérieure au mode initial avant et après exposition au cisaillement.

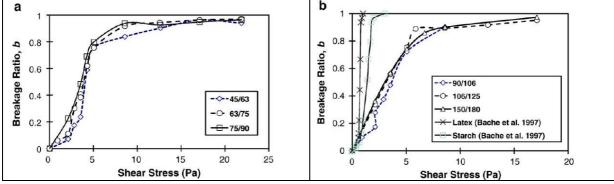


Figure 4-41 : Evolution du ratio de cassage des flocs en fonction des contraintes de cisaillement pour des boues tamisées, du latex et de l'amidon (Yuan et Farnood, 2010)

Les comportements sont sensiblement différents avec des contraintes de cisaillement nécessaires au cassage des flocs plus faibles pour le latex et l'amidon. Cela rappelle la différence entre suspensions simulées et boues activées ainsi que l'importance de travailler sur des boues pour avoir des caractérisations adéquates des phénomènes en BAMI. Pour les boues activées, quelle que soit la fraction de taille étudiée, il semblerait que les contraintes aient une influence sur une gamme comprise entre 0 et 5 Pa. Au-delà de cette contrainte aucune évolution supplémentaire n'est observée sur les tailles d'agrégats. Nous pouvons remarquer que ces valeurs font partie de la gamme de contrainte maximale que nous avons estimée en boues.

Wan *et al.* (2011) ont étudié la stabilité des granules aérobies. Ils ont évalué le cisaillement moyen pour caractériser l'hydrodynamique dans leur réacteur. Cela a permis de mettre au point un test de cohésion en passant d'une condition de faible agitation (45min, 300rpm, 250s<sup>-1</sup>) à une condition de forte agitation (45 min, 1700rpm, 3400s<sup>-1</sup>) puis en revenant à la condition initiale pendant 45 min. Ces deux conditions correspondent à des échelles de Kolmogorov de 62 et 17 µm respectivement pour les conditions de faible et forte agitation. Un test a été réalisé avec des flocs de réacteur batch airlift séquencé purement aérobie pour servir de référence. Les résultats au test de cohésion sont présentés sur la Figure 4-42.

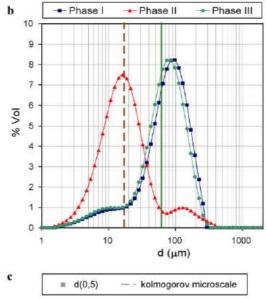


Figure 4-42: Influence de l'agitation sur la taille des agrégats biologiques (Wan et al., 2011)

La suspension est calibrée par les conditions hydrodynamiques, nous pouvons voir sur la Figure 4-42 que la taille moyenne des agrégats est de l'ordre de l'échelle de turbulence de Kolmogorov. Les auteurs précisent qu'il avait déjà été montré que la floculation chimique était contrôlée par la turbulence hydrodynamique dans les réacteurs agités pour la coagulation (Thomas *et al.*, 1999). Ils en déduisent que l'approche proposée pour les flocs physico chimiques est toujours valides pour des flocs biologiques obtenus à l'échelle laboratoire avec des substrats solubles synthétiques. Bien que dans notre cas l'effluent soit réel, une telle approche peut être intéressante pour caractériser l'hydrodynamique dans notre réacteur. Il est également intéressant de noter qu'après 45 min de remise sous conditions de cisaillement faible les flocs se sont restructurés. Cette restructuration pourrait expliquer le fait que nous n'ayons pas observé de modification sur le milieu biologique en fonction des conditions d'aération sur les résultats présentés dans la Partie 3. En effet ce sont les impacts à long terme qui ont été évalués, étant donné que nous réalisions les prélèvements dans notre bioréacteur. Or les boues sont soumises au cisaillement dans le module membranaire environ 5 min toutes les 3 h ce qui leur laisserait le temps de se restructurer.

Ces travaux présentent un intérêt car ils donnent des ordres de grandeurs sur les paramètres étudiés et les tendances observées. Nous retiendrons les éléments suivants :

- Augmentation du ratio polysaccharides/protéines lorsque les contraintes hydrodynamiques augmentent.
- Temps de déstructuration des boues inférieur ou égal à 5 min. Temps de restructuration inférieur ou égal à 45 min.
- Influence des contraintes de cisaillement sur les tailles de flocs de BA jusqu'à 5 Pa.

#### 3.2. Déstructuration contrôlée

Pour évaluer l'influence du cisaillement sur le court terme nous avons réalisé des manipulations proches de celles présentées dans la partie précédente réalisée par Yuan et Farnood (2010).

Les paramètres morphologiques ainsi que les concentrations en sucres et en protéines dans les SPE solubles ont été mesurés après soumission d'échantillons de boues au cisaillement sur des temps correspondant à nos séquences d'aération (225 s). Les boues utilisées ont été prélevées sur l'installation pilote le 30 novembre 2012 (transition des boues après ajout des ERU particulières, MES entre 8 et 12 g.L<sup>-1</sup>). D'après la Figure 4-40, ce temps semble suffisant à une déstructuration du milieu biologique. Il est important de réaliser les manipulations sur des temps relativement courts pour éviter que les boues ne passent en anaérobiose. Les échantillons ont été prélevés au même temps sur les séquences d'aération fines bulles (900 s soit milieu de la séquence d'aération). Nous avons à disposition un morpho-granulomètre et un rhéomètre l'un à côté de l'autre, également proche du pilote (~ 5 min entre le prélèvement et la soumission au cisaillement), ce qui a permis de réaliser des mesures de caractérisation de forme avec des temps très courts après le cisaillement (~1 min). Le temps entre la fin du cisaillement et la centrifugation pour la récupération des SPE solubles est du même ordre de grandeur (~ 1 min 30s – 2 min). Nous pouvons donc considérer qu'il n'y a pas eu restructuration des boues. Après centrifugation les échantillons pour mesures des SPE solubles ont été stockés à 4°C pour réaliser leur dosage le lendemain. Les tests ont été réalisés dans un ordre de contraintes aléatoire pour limiter un éventuel biais lié à l'influence du temps de stockage sur le dosage des SPE solubles. Cet ordre a été le suivant : 0,1; 1,1; 2,1; 3,1; 1,6; 10; 6; 4,4 Pa. Les Figures 4-43 et 4-44 montrent respectivement l'évolution de la taille de flocs et des concentrations en SPE solubles dans les boues de BAM en fonctions des contraintes de cisaillement auxquelles elles ont été soumises.

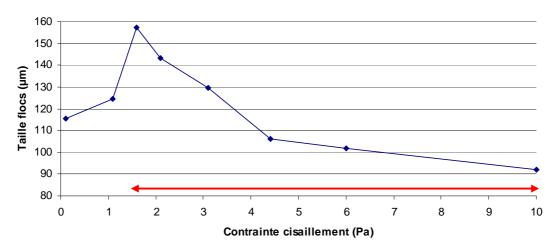


Figure 4-43 : Evolution des concentrations en SPE solubles et taille des flocs en fonction des contraintes de cisaillement

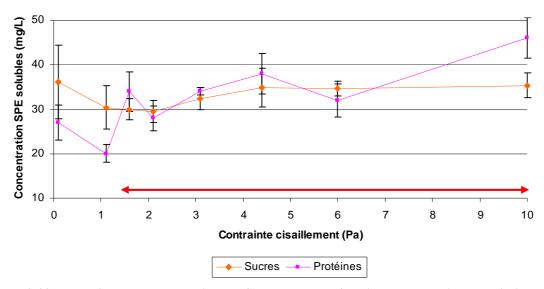


Figure 4-44: Evolution des concentrations en SPE solubles en fonction des contraintes de cisaillement

La contrainte seuil (1,6 Pa) correspond au maximum de taille de flocs. Le fait que cette contrainte soit plus élevée que les contraintes seuils trouvées sur les rhéogrammes en tests usuels (plutôt de l'ordre de 0.3-0.4 Pa, cf Figure 0-22 Annexe 1.7) peut venir du changement de rhéomètre et donc de configuration utilisée. Les tailles de flocs diminuent pour des contraintes supérieures à la contrainte seuil mais il faut également observer que les tailles étaient inférieures pour des contraintes égales à 0,1 et 1,1 Pa. La plus grande taille de particule obtenue pour la contrainte seuil d'écoulement peut s'expliquer par le fait que l'écoulement favorise dans un premier temps l'agrégation des particules. Lorsque le cisaillement devient trop fort, il entraîne leur déstructuration.

La concentration en protéines varie assez fortement comparée à celle en polysaccharides dans les SPE solubles. En supposant qu'il n'y ait pas de production de SPE au cours du test (pas d'apport de substrat, temps relativement cours), les concentrations en SPE totales (solubles et liées) resteraient constante. L'évolution en concentrations de SPE liées aux flocs suivrait donc une tendance inverse de celles en SPE solubles. Dans ce cas, les concentrations en sucres dans les SPE liées restent à priori constantes et celles en protéines diminuent avec l'augmentation de contrainte. Le ratio polysaccharides/protéines augmente donc au sein des agrégats avec un plus grand stress hydrodynamique ce qui correspond aux résultats mentionnés dans la bibliographie présentée précédemment. Ces résultats confirmeraient le rôle important des polysaccharides dans la structure des agrégats microbiens. Cette conclusion repose tout de même sur une hypothèse forte et nécessite des études plus poussées pour être confirmée.

Un impact du cisaillement sur les propriétés des boues, et plus particulièrement sur les tailles de flocs, est mis en évidence par ces manipulations dans une gamme de contrainte de 1,5-10 Pa (en rouge sur les Figures 4-43 et 4-44). Or il faut remarquer que cette gamme correspond à celle de valeurs maximales que nous avons estimée grâce aux simulations numériques. Le couplage de ces résultats montre donc que l'aération imposée lors des expériences sur l'installation pilote peut entrainer une déstructuration des boues sur le court terme.

# 4. Conclusion sur l'étude hydrodynamique

Ce chapitre a présenté l'étude de la déstructuration des agrégats microbiens des boues par le cisaillement induit par l 'aération. Les principales conclusions sont les suivantes :

- Les résultats de validation concernant les bulles en fluide stagnant en eau ont permis de montrer que la simulation d'un faisceau de fibres par un cylindre plein était une simplification correcte (au vu des résultats attendus). A plus long terme des simulations plus complètes en simulant le faisceau de fibres comme un milieu poreux et en prenant en compte les interactions fluide/structure permettront de prendre en compte l'ensemble des phénomènes en jeu (homogénéité des conditions hydrodynamiques dans l'ensemble du module, mouvement de fibres...). Les simulations de deux bulles en ascension ont permis de balayer les valeurs expérimentales mesurées et d'accéder aux contraintes de cisaillement caractérisant les trains de bulles. Enfin les simulations en boues ont donné des résultats en bonne adéquation avec les observations réalisées sur la maquette froide.
- La différence d'hydrodynamique entre les écoulements air/eau et air/boues a été mise en évidence :
  - o Expérimentalement : les vitesses de bulles sont plus faibles en boues qu'en eau (environ 18-26 %) dans la gamme de paramètres opératoires étudiée.
  - O Un pas de plus a été fait grâce aux simulations avec l'estimation des contraintes de cisaillement qui sont un ordre de grandeur plus importantes en boues qu'en eau (1 Pa pour les valeurs moyennes et 10 Pa pour les valeurs maximales en boues).

Ces considérations montrent qu'il est primordial de considérer le comportement rhéologique des boues dans les simulations CFD appliquées aux BAMI.

- L'obtention des contraintes de cisaillement au sein des boues par simulations numériques met en valeur l'intérêt que la modélisation peut avoir. En effet dans notre cas ces données ne sont pas accessibles expérimentalement : la mesure électrochimique pour la quantification des contraintes de cisaillement (à la membrane) nécessite l'utilisation d'une solution particulière et ne peut donc être faite en boues. De même la VIP ne peut se faire en milieu opaque.
- Si nous avons pu obtenir des ordres de grandeur, l'estimation précise des contraintes induites par l'injection d'air est plus délicate. D'autres travaux seront nécessaires notamment pour les raisons suivantes :
  - O La nécessité de caractériser l'hydrodynamique de manière statistique pour être représentatif. Notre traitement a été d'autant plus limité du fait que nous n'avons pas pris en compte les fréquences et zones de passage des bulles.
  - L'injection de particules pour simuler les agrégats a montré le caractère important de l'évolution temporelle du cisaillement perçu. Il est donc important de trouver des grandeurs caractéristiques supplémentaires aux seules valeurs moyennes et maximales.
  - Le comportement rhéologique des boues et donc l'hydrodynamique induite par l'injection d'air dépendent des propriétés des boues, et notamment des concentrations en MES. Il reste également à prendre leur caractère thixotrope en compte.
- Les tests de déstructuration contrôlée des boues ont montré que lorsque le seuil d'écoulement des boues était passé, l'augmentation des contraintes de cisaillement entrainait une diminution de la taille de flocs et dans une moindre mesure un relargage de SPE solubles. Les contraintes estimées numériquement pour les débits d'air utilisés lors des essais pilote sont dans cette zone de déstructuration potentielle, ce qui montre que l'aération peut avoir un effet sur le milieu biologique sur le court terme. Il faut

préciser qu'il reste délicat de coupler et comparer les contraintes estimées de manière numérique et celles imposées dans des tests de déstructuration contrôlée réalisés grâce à l'outil rhéologique.

Notre démarche fait le lien entre paramètre opératoires (débit d'aération), hydrodynamique à l'échelle macroscopique (tailles et vitesses de bulles observées à la caméra rapide), hydrodynamique à l'échelle locale (contraintes de cisaillement estimées numériquement) et propriétés du milieu biologique (taille de flocs et SPE solubles). Par ailleurs il a été vu dans la partie précédente que ces propriétés pouvaient avoir un impact sur le colmatage : lorsque les tailles de flocs diminuent ou que les concentrations en SPE solubles augmentent les dérives de PTM sont en général plus fortes. Le couplage de ces résultats permettrait d'expliquer les observations faites sur l'installation pilote quant aux performances du procédé qui ont mis en évidence une influence négative de l'aération à paramètres de filtration fixés et propriétés de boues proches : l'augmentation du débit d'air aurait augmenté le cisaillement dans les boues et entrainé la diminution de la taille de flocs et le relargage de SPE solubles. Nous n'avons pu vérifier cet impact sur le court terme dans le pilote car nous avons réalisé nos prélèvements directement dans le bioréacteur dans un objectif de caractérisation sur le long terme.

Cette mise en évidence de déstructuration potentielle présente un intérêt avec comme perspective l'étude du séquençage (étude du temps de relaxation) ainsi qu'une étude plus poussée de CFD pour mieux caractériser le cisaillement et améliorer la compréhension de l'impact de l'aération sur le milieu biologique.

# **Conclusions**

Le BAMI est un procédé de traitement des eaux usées qui connaît un fort essor, notamment grâce à la qualité de l'eau traitée qui permet sa réutilisation. Un des verrous à son développement reste le colmatage membranaire, impliquant des coûts opératoires élevés mais nécessaires pour le limiter.

Le travail présenté dans cette thèse concerne la compréhension de l'impact de l'injection d'air, principale solution retenue pour le décolmatage, sur les performances du procédé. Plus précisément l'étude menée a eu pour but de déterminer l'effet de l'aération sur le milieu biologique et la filtration dans les bioréacteurs à membranes immergées. Elle a été divisée en deux grandes parties :

- Une étude sur effluents réels à l'échelle pilote pour évaluer les phénomènes sur le procédé en fonctionnement, dans des conditions proches de celles utilisées sur des stations existantes.
- Une étude sur maquette froide pour la caractérisation de l'hydrodynamique à une échelle plus locale couplant étude expérimentale et simulations numériques, reliée à la réalisation de tests de déstructuration contrôlée des boues.

Les principales conclusions issues de ces travaux sont regroupées ci-après selon quatre grands axes :

- Différence entre hydrodynamique air/eau et hydrodynamique air/boues
- Effet de l'aération sur les propriétés des boues sur le court terme
- Effet de l'aération sur les propriétés des boues sur le long terme
- Influence de l'aération, de la filtration, et des propriétés des boues sur le colmatage

#### Différence entre hydrodynamique air/eau et hydrodynamique air/boues

Les simulations numériques entreprises, tenant compte du comportement rhéologique des boues (modèle de Carreau), et étayées par la caractérisation expérimentale de l'écoulement, montrent que :

- Les vitesses de bulles sont 15 à 25 % plus faibles en boues qu'en eau.
- Les contraintes de cisaillement sont un ordre de grandeur plus fortes en boues avec
  - o des valeurs moyennes de ~1 Pa contre ~0,1 Pa en eau
  - o des valeurs maximales de ~10 Pa contre ~1 Pa en eau

Ces différences mettent en évidence l'importance de prendre en compte le comportement rhéologique des boues. La plupart des simulations numériques en BAM s'attache à quantifier les contraintes de cisaillement à la surface membranaire. Ce paramètre est en effet un indicateur de l'impact potentiel de décolmatage dû à l'injection d'air. Les valeurs calculées seront donc probablement sous-estimées si elles sont obtenues à partir de simulations air/eau. Bien que les tendances entre simulations air/eau et air/boues soient similaires, cette quantification précise des contraintes de cisaillement est nécessaire pour une meilleure gestion de l'aération. Les valeurs de contraintes simulées pourront par exemple être comparées à celles estimées expérimentalement sur des dispositifs dédiés à la mesure de forces d'attachement des biofilms, qui est une thématique qui connaît récemment un fort développement.

#### Effet de l'aération sur les propriétés des boues sur le court terme

Des recherches réalisées précédemment dans l'équipe avaient mis en évidence une déstructuration possible des boues sous contraintes de cisaillement (Van Kaam, 2005). Nous avons complété cette étude par une quantification des contraintes de cisaillement imposées

aux boues lors des phases d'aération testées sur l'installation pilote. De plus nous avons évalué les propriétés des boues immédiatement après les séquences de cisaillement imposées. Ces tests ont montré une diminution des tailles de flocs, et, dans une moindre mesure, une augmentation des concentrations en protéines dans les SPE solubles lorsque la contrainte de cisaillement augmentait (au-delà de la contrainte seuil).

Cette gamme d'influence du cisaillement sur les propriétés des boues mise en évidence expérimentalement correspond aux valeurs de contrainte que nous avons évaluées numériquement. Une déstructuration des boues causée par l'aération sur le court terme est donc possible. Ce mécanisme permettrait d'expliquer les moins bonnes performances de filtration observées sur le pilote à plus fort débit d'air, pour des qualités de boues proches et des paramètres de filtration fixés. Toutefois une quantification des mécanismes purement hydrodynamiques (turbulences, contrainte de cisaillement à la membrane) est nécessaire pour valider totalement cette hypothèse.

#### Effet de l'aération sur les propriétés des boues sur le long terme

L'aération n'a pas un effet significatif sur les paramètres du milieu biologique mesurés (tailles de flocs et SPE) sur le long terme dans la gamme d'aération étudiée (SAD<sub>m</sub> instantanée 0,33-1 m³.h⁻¹.m⁻², SAD<sub>m</sub> moyenne 0,25-0,75 m³.h⁻¹.m⁻²). Le mécanisme d'adaptation physiologique des boues au cisaillement, qui était notre hypothèse de départ, peut être écarté comme phénomène majeur à l'origine de l'évolution des propriétés des boues.

#### Influence de l'aération, de la filtration, et des propriétés des boues sur le colmatage

Les paramètres de filtration ont un impact prépondérant sur les performances du procédé par rapport à ceux de l'aération à caractéristiques de boues proches. Il est préférable de diminuer le flux instantané en opérant sur des temps de filtration plus longs.

Nous avons également eu l'opportunité (malheureuse!) d'observer que les caractéristiques des eaux d'entrée ont un effet nettement plus marqué que l'aération sur les propriétés des boues, et donc sur le colmatage. En effet, une augmentation de charge entraîne généralement une augmentation des concentrations en SPE dans les boues ce qui a des conséquences négatives pour la filtration. Cela est d'autant plus marqué lors des pics de charge.

#### Pour récapituler sur ces quatre points :

- Notre étude hydrodynamique, et plus particulièrement nos modélisations, ont permis de quantifier les contraintes de cisaillement au sein des boues de BAMI ce qui était un challenge conséquent. En effet ce sont des données qui ne sont pas accessibles expérimentalement et peu de travaux concernent ce sujet. Bien que certains aspects techniques restent à améliorer dans un souci de précision quantitative, la démarche que nous avons mise en place permet de faire le lien entre paramètres opératoires/réglage utilisateur (débit d'aération) et propriétés du milieu biologique (taille de flocs et substances polymériques extracellulaires solubles) dans des conditions spécifiques. Ainsi la possible déstructuration des boues induite par l'aération sur le court terme mise en évidence permet d'expliquer des observations faites sur l'installation pilote. Cela laisse envisager un contrôle des performances du procédé grâce à l'adaptation de l'aération.
- L'étude pilote a tout de même montré que ce mécanisme n'était pas prépondérant dans la gestion du colmatage. Les eaux usées ont un effet plus important que l'aération sur

la qualité des boues et donc sur la filtration. Par ailleurs, en ce qui concerne les paramètres opératoires, à qualité de boues proches les paramètres de filtration supplantent ceux d'aération dans l'impact sur le colmatage. Les conclusions de cette étude conduisent donc au classement suivant concernant l'importance des conditions opératoires :

qualité d'eau/boues > filtration > aération

Ainsi nous pouvons fixer les priorités dans l'ordre suivant pour l'amélioration des performances de BAMI :

- La gestion de la qualité des boues est primordiale. Comme ce sont les pics de charge qui ont entraîné les phénomènes de colmatage les plus marqués, il est important de limiter le plus possible ces fortes variations (tamponnage, écrêtage...).
- Plutôt que de chercher des conditions universelles optimales d'aération il semblerait plus pertinent de se focaliser sur les tendances de colmatage et l'anticipation des variations fortes de qualité de boues. Le caractère difficilement prévisible des évolutions de boues pourrait être géré grâce à un contrôle dynamique de l'aération (et de la filtration si cela est possible) en fonction d'indicateur simple à évaluer (variations court et long terme de PTM par exemple). Un design judicieux, à échelle macroscopique, devrait également permettre de fournir des conditions hydrodynamiques les plus homogènes possibles et donc de limiter le colmatage par une approche relativement simple.
- Un réglage d'aération qui serait basé sur une quantification précise des phénomènes à l'échelle locale, qu'il soit d'ordre hydrodynamique ou biologique, viendrait, idéalement, dans un second temps.

#### **Perspectives**

En considérant les différents points proposés pour l'amélioration des BAMI dans la conclusion, de nombreuses perspectives à cette étude sont envisageables. Elles sont présentées par la suite et concernent principalement l'aspect de réglage poussé prenant en compte les phénomènes locaux qui est la thématique développée dans ce travail. Précisons qu'au-delà des BAM ce travail touche des domaines très variés dans lesquels les résultats trouvés pourront être applicables :

- Influence de l'hydrodynamique gaz/liquide sur la filtration dont les résultats peuvent être comparés aux systèmes membranaires immergés en général.
- Ecoulement de poches de gaz en conduite annulaire (applications dans les milieux pétrolier, nucléaire...).
- Couplage hydrodynamique/biologie (intérêt notamment pour des applications en agroalimentaire).

Une amélioration sur des points techniques est nécessaire à une meilleure quantification du cisaillement. Pour cela nous proposons de travailler sur :

- Un traitement automatisé des images qui permettrait de traiter un grand nombre d'acquisitions et d'avoir des données statistiques. La caractérisation que nous avons proposée pourrait être améliorée avec l'estimation de la fréquence des poches de gaz, la reconnaissance des zones dans lesquelles elles passent (homogénéité d'écoulement), la quantification du mouvement des fibres... Il est également envisageable de réaliser de la VIP pour avoir des données sur l'écoulement de liquide.
- La modélisation du faisceau de fibres comme un milieu poreux ainsi que la réalisation de simulations plus raffinées, avec notamment la prise en compte du film liquide aux

- parois membranaires. Ces améliorations du modèle CFD permettront de saisir l'ensemble des phénomènes en jeu.
- Certaines questions restent quant à la caractérisation du cisaillement : que faut-il évaluer : les valeurs moyennes, maximales, ou l'ensemble des variations subies par un agrégat au cours d'une séquence d'aération ? Ce dernier cas semble le plus pertinent. Nous pourrions envisager de donner une gamme perçue (valeurs minimales et maximales) avec une vitesse de fluctuations (via la quantification de la turbulence) mais un tel protocole semble difficile à transposer sur des rhéomètres classiques.

Ces étapes fourniront les données de bases nécessaires à un meilleur couplage entre caractérisation expérimentale (distributions de tailles et vitesses de bulles) et simulation numérique (quantification des contraintes de cisaillement à taille et vitesse de bulles données). Une caractérisation représentative du cisaillement subis par les flocs sera ainsi obtenue.

Un travail supplémentaire devra ensuite être fait pour adapter cette caractérisation à l'outil rhéologique qui permettra de réaliser les tests de déstructuration contrôlée :

- Dans ce cadre des dispositifs particuliers pourront être développés, notamment pour travailler sur des volumes d'échantillons plus grands dans le but de réaliser plus de mesures qualitativement et quantitativement.
- En plus d'évaluer les propriétés des boues en fonction des contraintes de cisaillement imposées il serait intéressant de suivre leur évolution en fonction du temps de restructuration et de quantifier de manière précise le temps au bout duquel ces propriétés ne varient plus.

Ce travail permettra dans l'ensemble de mieux comprendre les interactions entre conditions hydrodynamiques et réponse biologique.

Il faudra ensuite passer à l'échelle pilote pour déterminer le mécanisme prépondérant induit par l'aération à l'échelle locale, entre déstructuration du milieu biologique et effets purement hydrodynamiques, sur le procédé en fonctionnement. Etant donné que la restructuration des boues est rapide et que l'aération n'impacte pas les propriétés des boues sur le long terme, des tests de filtration simultanés sur plusieurs modules avec différents séquençage pourrait être réalisés. La configuration semi-externe est propice à ce genre de manipulation : plusieurs modules pouvant être alimentés avec le même bioréacteur. L'intérêt serait de pouvoir comparer des profils de filtration obtenus pour des réglages de paramètres opératoires différents mais avec une qualité de boues similaires. Une idée serait entre autres de tester des séquences avec des paramètres de filtration et d'aération proches (adaptés pour garder la même production de perméat et la même consommation d'air), avec des temps de relaxation différents après aération :

- Si ce temps n'a pas d'influence sur la filtration cela signifiera que la déstructuration du milieu biologique n'est pas le mécanisme à considérer pour optimiser les réglages d'aération.
- Si ce temps a une influence il faudra considérer cette restructuration des flocs. Il sera envisageable de déterminer un temps de relaxation/restructuration optimal dans le séquençage de la filtration. Le fait qu'un temps optimal (dépendant évidemment de la qualité des boues) existe est un résultat qui pourrait être applicable à toutes les installations à la condition que ce temps de relaxation s'avère suffisamment court pour ne pas induire des flux instantanés trop important pour maintenir la production de perméat.

En parallèle de ces tests pilotes, le développement des simulations de CFD amènera une quantification plus précise des phénomènes hydrodynamiques locaux, qui n'ont pas été

abordés dans cette thèse, en plus des contraintes de cisaillement dans les boues, avec notamment :

- Le mouvement du faisceau de fibres, qui pourrait être simulé grâce à la prise en compte des interactions fluide/structure.
- La quantification des turbulences
- Les contraintes de cisaillement à la paroi membranaire
- A une échelle un peu moins locale l'homogénéité de l'hydrodynamique au sein du faisceau de fibres, ce qui est un aspect fondamental vis-à-vis des performances de filtration comme nous l'avons vu dans la bibliographie.

La comparaison des ces paramètres pour une même configuration permettra de boucler l'étude sur l'effet de l'aération avec la prise en compte de l'ensemble des phénomènes qu'elle induit à l'échelle locale. Cette compréhension plus poussée donnera les bases à considérer pour réaliser le réglage secondaire d'aération évoqué dans les conclusions : par exemple des paliers, voire des optimums, de débit d'air par rapport aux turbulences pourront être évalués. L'étude donnera donc une borne maximale d'aération. Le réglage dynamique d'aération proposé pourra se faire dans la gamme ainsi déterminée au préalable.

Enfin il serait intéressant de quantifier la force d'attachement du gâteau de filtration aux membranes. Des essais ont déjà été faits, notamment par microscope à force atomique ou dans des dispositifs particulièrement développés pour cela. La comparaison avec les contraintes aux membranes estimées numériquement pour des écoulements air/boues seraient d'intérêt pour la gestion de l'aération pour le décolmatage à titre curatif.

Le passage à l'échelle supérieure sera enfin nécessaire dans le but de vérifier que les résultats trouvés sont transposables.

Toutes ces propositions mettent en jeu une évaluation de la « qualité de la boue ». A ce sujet et à une échelle plus grande qui dépasse le cadre du laboratoire, une standardisation des mesures de paramètres à évaluer et un consensus sur les méthodes de caractérisation doivent être mis en place. Même si des efforts ont déjà été faits dans ce sens là, cette réflexion globale semble nécessaire dans un but de comparaison plus aisée des nombreuses expériences et références existantes.

# Références bibliographiques

### $\boldsymbol{A}$

ADEME, Département Industrie et Agriculture (2006). Les techniques membranaires à gradient de pression.

FP6 Project Amedeus « Accelerate Membrane Development for Urban Sewage Purification », final activity report, version 1.0 (2010) p33-34.

M.R. Ansari, M.E. Nimvari, Bubble viscosity effect on internal circulation within the bubble risingdue to buoyancy using the level set method, Annals of Nuclear Energy 38 (2011) 2770-2778.

### B

- P. Bacchin, P. Aimar, R.W. Field, Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications, J. Membr. Sci. 281 (2006) 42-46.
- D.H. Bache, C. Johnson, J.F. McGilligan, E. Rasool, A conceptual view of floc structure in the sweep floc domain, Water Sci. Technol. 36 (1997), 40-56.
- P.R. Bérubé, E. Lei, The effect of hydrodynamic conditions and system configurations on the permeate flux in a submerged hollow fiber membrane system, J. Membr. Sci. 271 (2006) 29-37.
- P.R. Bérubé, G. Afonso, F. Taghipour, C.C.V. Chan, Quantifying the shear at the surface of submerged hollow fiber membranes, J. Membr. Sci. 279 (2006) 495-505.
- J.C. Boeglin, Traitements biologiques des eaux résiduaires, Techniques de l'Ingénieur J3942 (1998).
- M. Brannock, Y. Wang, G. Leslie, Mixing characterisation of full-scale membrane bioreactors: CFD modelling with experimental validation, Water Res. 44 (2010) 3181-3191.
- S. Buetehorn, D. Volmering, K. Vossenkaul, T. Wintgens, M. Wessling, T. Melin, CFD simulation of single- and multi-phase flows through submerged membrane units with irregular fiber arrangement, J. Membr. Sci. 384 (2011) 184–197.
- J. Busch, A. Cruse, W. Marquardt, Modeling submerged hollow-fiber membrane filtration for wastewater treatment, J. Membr. Sci. 288 (2007) 94–111.

### C

C. Cabassud, S. Laborie, J.M. Lainé, How slug flow can improve ultrafiltration flux in organic hollow fibres, J. Membr. Sci. 128 (1997) 93-101.

- J.B.L.M. Campos, J.R.F. Guedes de Carvalho, An experimental study of the wake of gas slugs rising in liquid, J. Fluid Mech. 196 (1988) 27-37.
- C.C.V. Chan, P.R. Berube, E.R. Hall, An investigation of the hydrodynamic conditions inside a submerged membrane module under aeration, in: British Columbia Water and Wastewater Association Annual General Meeting, Whistler, British Columbia, 2006.
- C.C.V. Chan, P.R. Bérubé, E.R. Hall, Shear profiles inside gas sparged submerged hollow fiber membrane modules, J. Membr. Sci. 297 (2007) 104-120.
- S. Chang, A.G. Fane, Filtration of biomass with axial inter-fibre upward slug flow: performance and mechanisms, J. Membr. Sci. 180 (2000) 57-69.
- S. Chang, A.G. Fane, The effect of fibre diameter on filtration and flux distribution relevance to submerged hollow fibre modules, J. Membr. Sci. 184 (2001) 221-231.
- S. Chang, A.G. Fane, S. Vigneswaran, Modeling and optimizing submerged hollow fiber membrane modules, AIChE J. 48 (2002a) 2203-2212.
- S. Chang, A.G. Fane, Filtration of biomass with lab-scale submerged hollow fibre membrane module: effect of operational conditions and module configuration, J. Chem. Technol. Biotechnol. 77 (2002) 1030–1038.
- P. Choksuchart Sridang, M. Heran, Grasmick A, Influence of module configuration and hydrodynamics in water clarification by immersed membrane systems, Water Sci. Technol. 51 (2005) 135-142.
- H.C. Chua, T.C. Arnot, J.A. Howell, Controlling fouling in membrane bioreactors operated with a variable throughput, Desalination 149 (2002) 225-229.
- P. Côté, S. Sivern, S. Monti, Comparison of Membrane-based Solutions for Water Reclamation and Desalination, Desalination 182 (2005) 251-257.
- Z.F. Cui, S. Chang, A.G. Fane, The use of gas bubbling to enhance membrane processes, J. Membr. Sci. 221 (2003) 1–35.

#### D

- G. Das, P.K. Das, N.K. Purohit, A.K. Mitra, Rise of a Taylor bubble through concentric annulus. Chemical Engineering Science 53 (1998) 977-993.
- S. Delgado, R. Villaroel, E. González, Effect on the shear intensity on fouling in submerged membrane bioreactor for wastewater treatment, J. Membr. Sci. 311 (2008) 173-181.
- C. Delporte, Traitements biologiques aérobies des effluents industriels, Techniques de l'Ingénieur G1300 (2007).
- H. De Wever, C. Brepols, B. Lesjean, Decision Tree for Full-scale Submerged MBR configurations. Final MBR-Network Workshop, 31 March-1 April 2009 (Berlin, Germany).

- A. Drews, C.H. Lee, M. Kraume, Membrane fouling a review on the role of EPS, Desalination 200 (2006) 186-188.
- A. Drews, Membrane fouling in membrane bioreactors Characterisation, contradictions, causes and cures, J. Membr. Sci. 363 (2010) 1-28.
- A. Drews, H. Prieske, E.L. Meyer, G. Senger, M. Kraume, Advantageous and detrimental effects of air sparging in membrane filtration: bubble movement, exerted shear and particle classification, Desalination 250 (2010) 1083-1086.
- G. Ducom, F.P. Puech, C. Cabassud, Air sparging with flat sheet nanofiltration: a link between wall shear stresses and flux enhancement, Desalination 145 (2002) 97-102.
- D.T. Dumitrescu, Strömung an einer Luftblase in senkrechten Rohr, Z. Angew. Math. Mech 23 (1943) 139-149.

### <u>E</u>

- M. Elskens, Analyse des eaux résiduaires, Techniques de l'Ingénieur P4200 (2010).
- K. Essemiani, G. Ducom, C. Cabassud, A. Liné, Spherical cap bubbles in a flat sheet nanofiltration module: experiments and numerical simulation, Chemical Engineering Science 56 (2001) 6321-6327.

Projet EUROMBRA "Membrane bioreactor technology (MBR) with an EU perspective for advanced municipal wastewater treatment strategies for the 21st century", rapport d'activité D1, Data acquisition and compilation, mars 2006.

### F

- F. Fan, H. Zhou, Interrelated effects of aeration and mixed liquor fractions on membrane fouling for submerged membrane bioreactor processes in wastewater treatment, Environ. Sci. Technol. 41 (2007) 2523-2528.
- A.G. Fane, A. Yeo, A. Law, K. Parameshwaran, F. Wicaksana, V. Chen, Low pressure membrane processes ~ doing more with less energy, Desalination 185 (2005) 159-165.
- A. Fenu, J. Roels, T. Wambecq, K. De Gussem, C. Thoeve, G. De Gueldre, B. Van De Steene, Energy audit of a full scale MBR system, Desalination 262 (2010a) 121-128.
- A. Fenu, G. Guglielmi, J. Jimenez, M. Spèrandio, D. Saroj, B. Lesjean, C. Brepols, C. Thoeye, N. Nopens, Activated sludge model (ASM) based modelling of membrane bioreactor (MBR) processes: A critical review with special regard to MBR specificities, Water Res. 44 (2010b) 4272-4294.

- G. Ferrero, H. Monclus, G. Buttiglieri, S. Gabarron, J. Comas, I. Rodriguez-Roda, Development of a control algorithm for air-scour reduction in membrane bioreactors for wastewater treatment, J. Chem. Technol. Biotechnol. 86 (2011) 784-789.
- R.W. Field, D. Wu, J.A. Howell, B.B. Gupta, Critical flux concept for microfiltration fouling, J. Membr. Sci. 100 (1995) 259-272.

Rapport FNDAE 28, Etude des pré-traitements compacts basés uniquement sur le tamisage fin (Cas du traitement des eaux résiduaires urbaines ou domestiques), Ministère de l'Agriculture et de la Pêche, CEMAGREF, (2004).

Rapport FNDAE 33, Dysfonctionnements biologiques des stations d'épuration : origine et solutions, Ministère de l'Agriculture et de la Pêche, CEMAGREF, GIS-BIOSTEP (2004).

B. Frolund, R. Palmgren, K. Keiding, P.H. Nielsen, Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin, Water Res. 30 (1996) 1749-1758.

Frost & Sullivan, MBR market worldwide is experiencing strong growth, Membr. Technol. (2008) 10-11.

### G

- M. Gander, B. Jefferson, S. Judd, Aerobic MBRs for domestic wastewater treatment: a review with cost considerations, Sep. Purif. Technol. 18 (2000) 119-130.
- C. Gaucher, P. Legentilhomme, P. Jaouen, J. Comiti, J. Pruvost, Hydrodynamics study in a plane ultrafiltration module using an electrochemical method and particle image velocimetry visualization, Experiments in Fluids 32 (2002) 283-293.
- G. Genkin, T.D. Waite, A.G. Fane, S. Chang, The effect of vibration and coagulant addition on the filtration performance of submerged hollow fibre membranes, J. Membr. Sci. 281 (2006) 726-734.
- E. Germain, T. Stephenson, P. Pearce, Biomass characteristics and membrane aeration: toward a better understanding of membrane fouling in submerged membrane bioreactors (MBRs), Biotechnol. Bioeng. 90 (2005) 316-322.
- R. Ghidossi, D. Veyret, P. Moulin, Computational fluid dynamics applied to membranes: State of the art and opportunities, Chem. Eng. Process. 45 (2006) 437-454.
- R. Ghosh, Enhancement of membrane permeability by gas-sparging in submerged hollow fibre ultrafiltration of macromolecular solutions: Role of module design, J. Membr. Sci. 274 (2006) 73-82.
- J.A. Gil, L. Túa, B. Montaño, M. Rodríguez, D. Prats, Monitoring and analysis of the energy cost of an MBR, Desalination 250 (2010) 997-1001.
- A. Grasmick, C. Cabassud, M. Spérandio, C. Wisniewski, Bioréacturs à membranes et traitement des eaux usées, Techniques de l'Ingénieur W4140 (2007).

- G. Guglielmi, D.P. Saroj, D. Chiarani, G. Andreottola, Sub-critical fouling in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment: Experimental investigation and mathematical modelling, Water Res. 41 (2007) 3903-3914.
- P. Gui, X. Huang, Y. Chen, Y. Qian, Effect of operational parameters on sludge accumulation on membrane surfaces in submerged membrane bioreactor, Desalination 151 (2002) 185-194.
- D. Guibert, R. Ben Aim, H. Rabie, P. Côté, Aeration performance of immersed hollow-fiber membranes in a bentonite suspension, Desalination 148 (2002) 395-400.
- J. Günther, P. Schmitz, C. Albasi, C. Lafforgue, A numerical approach to study the impact of packing density on fluid flow distribution in hollow fiber module, J. Membr. Sci. 348 (2010) 277-286.
- J. Günther, D. Anne-Archard, S. Schetrite, C. Guigui, C. Albasi, O. Lorain, C. Cabassud, M. Alliet-Gaubert, Rheological study of sludge of membranes bioreactors for water treatment: protocol, limitations and link with the filtration, Récents Progrès en Génie des Procédés 101 (2011).

### H

- S.P. Hong, T.H. Bae, T.M. Tak, S. Hong, A. Randall, Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors, Desalination 143 (2002) 219-228.
- J.A. Howell, H.C. Chua, T.C. Arnot, In situ manipulation of critical flux in a submerged membrane bioreactor using variable aeration rates, and effects of membrane history, J. Membr. Sci. 242 (2004) 13-19.
- E. Huisjes, K. Colombel, B. Lesjean B., The European MBR market: specificities and future trends, Final MBR-Network workshop "Salient outcomes of the European projects on MBR technology", 31 March-1 April 2009, Berlin, Germany.
- B.K Hwang, W.N. Lee, K.M. Yeon, P.K. Park, C.H. Lee, I.S. Chang, A. Drews, M. Kraume, Correlating TMP increases with microbial characteristics in the bio-cake on the membrane surface in a membrane bioreactor, Environ. Sci. Technol. 42 (2008) 3963-3968.

I. Ivanovic, T.O. Leiknes, Impact of aeration rates on particle colloidal fraction in the biofilm membrane bioreactor (BF-MBR), Desalination 231 (2008) 182-190.

### I

L. Ji, J. Zhou, Influence of aeration on microbial polymers and membrane fouling in submerged membrane bioreactors, J. Membr. Sci. 276 (2006) 168-177.

- S. Judd, The MBR book, Elsevier, Amsterdam (2006).
- S. Judd, The status of membrane bioreactor technology, Trends Biotechnol. 26 (2008) 109-116.

### <u>K</u>

- C.W. Kang, J. Hua, J. Lou, W. Liu, E. Jordan, Bridging the gap between membrane bioreactor (MBR) pilot and plant studies, J. Membr. Sci. 325 (2008) 861-871.
- W.Y. Kiat, K. Yamamoto, S. Ohgaki, Optimal fibre spacing in externally pressurized hollow fibre module for solid liquid separation, Water Sci. Technol. 26 (1992) 1245-1254.
- M. Kraume, A. Drews, Review-Membrane Bioreactors in Waste Water Treatment Status and Trends, Chemical Engineering and Technology 33 (2010) 1251-1259.

### L

- J. Lebegue, M. Heran, A. Grasmick, Membrane bioreactor: Distribution of critical flux throughout an immersed HF bundle, Desalination 231 (2008) 245-252.
- P. Le-Clech, V. Chen, T.A.G. Fane, Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment, J. Membr. Sci. 284 (2006) 17-53.
- K. Lertpocasombut, Epuration carbonée par film biologique mince dans un réacteur à lit fluidisé triphasique, Ph.D. Thesis, INSA-Toulouse, France, 1991.
- B. Lesjean, S. Rosenberger, J.C. Schrotter, Membrane aided biological wastewater treatment overview on applied systems and their fields of application, Membrane Technology, août 2004, 5-10.
- B. Lesjean, E.H. Huisjes, Survey of the European MBR market: trends and perspectives, Desalination 231 (2008) 71-81.
- B. Lesjean, A. Tazi-Pain, D. Thaure, H. Moeslang, H. Buisson, Ten persistent myths and the realities of membrane bioreactor technology for municipal applications, Water Sci. Technol. 63 (2011) 32-39.
- Q.Y Li, Z.F. Cui, D.S. Pepper, Effect of bubble size and frequency on the permeate flux of gas sparged ultrafiltration with tubular membranes, Chem. Eng. J. 67 (1997) 71-75.
- X. Li, X. Wang, Modelling of membrane fouling in a submerged membrane bioreactor, J. Membr. Sci. 278 (2006) 151-161.
- Y. Liu, J.H. Tay, Review The essential role of hydrodynamic shear force in the formation of biofilm and granular sludge, Water Res. 36 (2002) 1653-1665.
- N. Liu, Q. Zhang, G.L. Chin, E.H. Ong, J. Lou, C.W. Kang, W. Liu, E. Jordan, Experimental investigation of hydrodynamic behavior in a real membrane bio-reactor unit, J. Membr. Sci. (2010), 122-134.
- O. Lorain, P.E. Dufaye, W. Bosq, J.M. Espenan, A new membrane bioreactor generation for wastewater treatment application: Strategy of membrane aeration management by sequencing aeration cycles, Desalination 250 (2010) 639-643.
- Y. Lu, Z. Ding, L. Liu, Z. Wang, R. Ma, The influence of bubble characteristics on the performance of submerged hollow fiber membrane module used in microfiltration, Sep. Purif. Technol. 61 (2008) 89-95.

### $\underline{M}$

A. Massé, Bioréacteur à membranes immergées pour le traitement des eaux résiduaires urbaines : spécificité physico-chimiques du milieu biologique et colmatage, PhD Thesis, Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France (2004).

- T. Maere, B. Verrecht, S. Moerenhout, S. Judd, I. Nopens, BSM-MBR: A benchmark simulation model to compare control and operational strategies for membrane bioreactors, Water Res. 45 (2011) 2181-2190.
- Y. Manon, Etude de milieux de culture complexes et évolutifs par développement de mesures en ligne. PhD Thesis, Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France (2012).
- L. Martinelli, C. Guigui, A. Line, Characterisation of hydrodynamics induced by air injection related to membrane fouling behaviour, Desalination 250 (2010) 587-591.
- M. Mayer, R. Braun, W. Fuchs, Comparison of various aeration devices for air sparging in crossflow membrane filtration, J. Membr. Sci. 277 (2006) 258-269.
- T. Melin, B. Jefferson, D. Bixio, C. Thoeye, W. De Wilde, J. De Koning, J. van der Graaf, T. Wintgens, Membrane bioreactor technology for wastewater treatment and reuse, Desalination 187 (2006) 271-282.
- F. Meng, F. Yang, B. Shi, H. Zhang, A comprehensive study on membrane fouling in submerged membrane bioreactors operated under different aeration intensities, Sep. Purif. Technol. 59 (2008) 91-100.
- F. Meng, S.R. Chae, A. Drews, M. Kraume, H.S. Shin, F. Yang, Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material, Water Res. 43 (2009) 1489-1512.
- A. Menniti, S. Kang, M. Elimelech, E. Morgenroth, Influence of shear on the production of extracellular polymeric substances in membrane bioreactors, Water Res. 43 (2009) 4305-4315.
- A. Menniti, E. Morgenroth, The influence of aeration intensity on predation and EPS production in membrane bioreactors, Water Res. 44 (2010) 2541-2553.
- U. Metzger, P. Le-Clech, R.M. Stuetz, F.H. Frimmel, V. Chen, Characterisation of polymeric fouling in membrane bioreactors and the effect of different filtration modes, J. Membr. Sci. 301 (2007) 180-189.
- R.B. Mölhe, T. Langemann, M. Haesner, W. Augustin, S. Scholl, T.R. Neu, D.C. Hempel, H. Horn, Structure and shear strength of microbial biofilms as determinded with confocal laser scanning microscopy and fluid dynamic gauging using a novel rotating disc biofilm reactor, Biotechnology and Bioengineering 98 (2007) 747-755.

### N

- N.V. Ndinisa, A.G. Fane, D.E. Wiley, Fouling control in a submerged flat sheet membrane system: Part II Two phase flow characterization and CFD simulations, Sep. Sci. Technol. 41 (2006) 1383-1409.
- E. Nguyen Cong Duc, L. Fournier, C. Levecq, B. Lesjean, P. Grelier, A. Tazi-Pain, Local hydrodynamic investigation of the aeration in a submerged hollow fibre membrane cassette, J. Membr. Sci. 321 (2008) 264-271.
- D.J. Nicklin, J.O. Wilkes, J.F. Davidson, Two phase flow in vertical tubes, Trans. Inst. Chem. Eng. 40 (1962) 61-68.
- J.P. Nywening, H. Zhou, Influence of filtration conditions onmembrane fouling and scouring aeration effectiveness in submerged membrane bioreactors tot treat municipal wastewater, Water Res. 43 (2009) 3548-3558.

### <u>O</u>

J. Orantes, C. Wisniewski, M. Heran, A. Grasmick, The influence of operating conditions on permeability changes in a submerged membrane bioreactor, Sep. Purif. Technol. 52 (2006) 60-66.

### P

- J.S. Park, K.Y. Yeon, C.H. Lee, Hydrodynamics and microbial physiology affecting performance of a new MBR, membrane-coupled high-performance compact reactor, Desalination 172 (2005) 181-188.
- S. Pollet, Caractérisation du colmatage et de l'hydrodynamique dans les bioréacteurs à membranes : influence de la configuration d'un module et de l'aération, PhD Thesis, Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse, France (2009).
- A. Pollice, A. Brookes, B. Jefferson, S. Judd, Sub-critical flux fouling in membrane bioreactors a review of recent literature, Desalination 174 (2005) 221-230.
- A. Pollice, C. Giordano, G. Laera, D. Saturno, G. Mininni, Physical characteristics of the sludge in a complete retention membrane bioreactor, Water Res. 41 (2007) 1832-1840.
- H. Prieske, L. Bohm, A. Drews, M. Kraume, Optimised hydrodynamics for membrane bioreactors with immersed flat sheet membrane modules, Desalination Water Treatm. 18 (2010) 270–276.

### <u>R</u>

- N. Ratkovich, C.C.V. Chan, P.R. Berube, I. Nopens, Experimental study and CFD modelling of a two-phase slug flow for an airlift tubular membrane, Chemical Engineering Science 64 (2009) 3576-3584.
- Y. Racault, M. Sperandio, C. Albasi, Dépenses énergétiques des bioréacteurs à membranes pour le traitement des eaux résiduaires urbaines. In: Proceedings of Journées Techniques Eau et Déchets, Toulouse, France (2010). <a href="http://congres.insa-toulouse.fr/JTN2010/index.html">http://congres.insa-toulouse.fr/JTN2010/index.html</a>
- A. Rochex, J.J. Godon, N. Bernet, R. Escudié, Role of shear stress on composition, diversity and dynamics of biofilm bacterial communities, Water Res. 42 (2010) 4915-4922.
- J.D. Rodgers, R.L. Long Jr, Modeling hollow fiber membrane contactors using film theory, Voronoi tessellations, and facilitation factors for systems with interface reactions, J. Membr. Sci. 134 (1997) 1-17.

### <u>S</u>

- I. Seyssiecq, J.H. Ferrasse, N. Roche, State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge, Biochem. Eng. J. 16 (2003) 41-56.
- G.P. Sheng, H.Q. Yu, X.Y. Li, Stability of sludge flocs under shear conditions: Roles of Extracellular Polymeric Substances, Biotechnol. Bioeng. 93 (2006) 1095-1102.
- P.K. Smith R.I. Krohn, G.T. Hermanson, A.K. Mallia, F.H. Gartner, M.D. Provenzano, E.K. Fujimoto, N.M. Goeke, B.J. Olson, D.C. Klein, Measurement of protein using bicinchoninic acid, Analytical Biochemistry 150 (1985) 76-85.
- A. Sofia, W.J. Ng, S.L. Ong, Engineering design approaches for minimum fouling in submerged MBR, Desalination 160 (2004) 67-74.
- T. Stephenson, S. Judd, B. Jefferson, K. Brindle, Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. IWA Publishing, London, 2000.
- C. Suh, S. Lee, J. Cho, Investigation of the effects of membrane fouling control strategies with the integrated membrane bioreactor model, J. Membr. Sci. 429 (2013) 268-281.

### $\underline{T}$

- J.H. Tay, Q.S. Liu, Y. Liu, the effects of shear force on the formation, structure and metabolism of aerobic granules, Appl. Microbiol. Biotechnol. 57 (2001) 227-233.
- T. Taha, Z.F. Cui, CFD modelling of gas-sparged ultrafiltration in tubular membranes, J. Membr. Sci. 210 (2002) 13-27.

D.N. Thomas, S.J. Judd, N. Fawcett, Flocculation modelling: a review, Water Res. 33 (1999) 1579–1592.

### U

T. Ueda, K. Hata, Y. Kikuoka, O. Seino, Effects of aeration on suction pressure in a submerged membrane bioreactor, Water Res. 31 (1997) 489-494.

### V

- P. Van den Brink, O.A. Satpradit, A. Van Bentem, A. Zwijnenburg, H. Temmink, M. Van Loosdrecht, Effect of temperature shocks on membrane fouling in membrane bioreactors, Water Res. 45 (2011) 4491-4500.
- P. Vandevivere, D.L. Kirchman, Attachment stimulates exopolysaccharide synthesis by a bacteria, Appl. Environ. Microbiol. 59(1993) 3280–3286.
- R. Van Kaam, Bioréacteur à membranes immergées pour le traitement d'eaux usées domestiques : influence des conditions de filtration et de l'hydrodynamique sur les performances du procédé, PhD Thesis, Institut National polytechnique de Toulouse, France (2005).
- R. Van Kaam, D. Anne-Archard, M. Alliet, S. Lopez, C. Albasi, Aeration mode, shear stress and sludge rheology in a submerged membrane bioreactor: some keys of energy saving, Desalination 199 (2006) 482-484.
- R. Van Kaam, D. Anne-Archard, M. Alliet Gaubert, C. Albasi, Rheological characterization of mixed liquor in a submerged membrane bioreactor: Interest for process management, J. Membr. Sci. 317 (2008) 26-33.
- A.F. Van Nieuwenhuijzen, H. Evenblij, C.A. Uijterlinde, F.L. Schulting, Review on the state of science on membrane bioreactors for municipal wastewater treatment, Water Sci. Technol. 57(2008), 979-986.
- C. Vialle, Etude du comportement hydraulique, physico-chimique et microbiologique d'un système de recuperation des eaux de toiture et evaluation de l'empreinte environnementale, PhD Thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, France (2011).

### W

- J. Wan, I. Mozo, A. Filali, A. Liné, Y. Bessière, M. Spérandio, Evolution of bioaggregate strength during aerobic granular sludge formation, Biochem. Eng. J. 58-59 (2011) 69-78.
- Y. Wang, F. Chen, Y. Wang, G. Luo, Y. Dai, Effect of random packing on shell-side flow and mass transfer in hollow fiber module described by normal distribution function, J. Membr. Sci. 216 (2003) 81-93.

- Y. Wang, M. Brannock, S. Cox, G. Leslie, CFD simulations of membrane filtration zone in a submerged hollow fibre membrane bioreactor using a porous media approach, J. Membr. Sci. 363 (2010) 57–66.
- J. Weiner, Determination of total carbohydrate in beer, Journal of the Institute of Brewing 84 (1978) 222-223.
- F. Wicaksana, A.G. Fane, V. Chen, Fibre movement induced by bubbling using submerged hollow fibre membranes, J. Membr. Sci. 271 (2006) 186-195.
- F. Wicaksana, A.G. Fane, A.W.K. Law, The use of Constant Temperature Anemometry for permeate flow distribution measurement in a submerged hollow fibre system, J. Membr. Sci. 339 (2009) 195-203.
- J. Wu, V. Chen, Shell-side mass transfer performance of randomly packed hollow fiber modules, J. Membr. Sci. 172 (2000) 59-74.
- J. Wu, P. Le-Clech, R.M. Stuetz, A.G. Fane, V. Chen, Effects of relaxation and backwashing conditions on fouling in membrane bioreactor, J. Membr. Sci. 324 (2008a) 26-32.
- J. Wu, P. Le-Clech, R.M. Stuetz, A.G. Fane, V. Chen, Novel filtration mode for fouling limitation in membrane bioreactors, Water Res. 42 (2008b) 3677-3684.
- Z. Wu, Q. Wang, Z. Wang, Y. Ma, Q. Zhou, D. Yang D, Membrane fouling properties under different filtration modes in a submerged membrane bioreactor, Process Biochem. 45 (2010) 1699-1706.

### $\underline{X}$

Z. Xiang, Z. Yufen, C. Shaohua, Z. Hong, Z. Chixing Z, Survey of MBR market: Trends and perspectives in China, Desalination 250 (2010) 609-612.

### Y

- V. Yakhot, S.A. Orszag, S. Thangam, T.B. Gatski, C.G. Speziale, Development of turbulence models for shear flows by a double expansion technique, Physics of Fluids A 4(1992) 1510-1520.
- K. Yamamoto, M. Hiasa, T. Mahmood, T. Matsuo T, Direct solid-liquid separation using hollow-fiber membrane in an activated sludge aeration tank, Water Sci. Technol. 21 (1989) 43-54.
- A. Yeo, A.G. Fane, Performance of individual fibers in a submerged hollow fiber bundle, Water Sci. Technol. 51 (2005) 165-172.

- A.P.S. Yeo, A.W.K Law, A.G. Fane, Factors affecting the performance of a submerged hollow fiber bundle, J. Membr. Sci. 280 (2006) 969-982.
- A.P.S. Yeo, A.W.K. Law, A.G.T. Fane, The relationship between performance of submerged hollow fibers and bubble-induced phenomena examined by particle image velocimetry, J. Membr. Sci. 304 (2007) 125-137.
- K.M. Yeon, W.S. Cheong, H.S. Oh, W.N. Lee, B.K. Hwang, C.H. Lee, H. Beyenal, Z. Lewandoski, Quorum sensing: a new biofouling control paradigm in a membrane bioreactor for advanced wastewater treatment, Environ. Sci. Technol. 43 (2009) 380-385.
- N.O. Yigit, G. Civelekoglu, I. Harman, H. Koseoglu, M. Kitis, Effects of various backwash scenarios on membrane fouling in a membrane bioreactor, Desalination 237 (2009) 346-356.
- S.H. Yoon, H.S. Kim, I.T. Yeom, Optimization model of submerged hollow fiber membrane modules, J. Membr. Sci. 234 (2004) 147-156.
- K. Yu, X. Wen, Q. Bu, H. Xia, Critical flux enhancements with air sparging in axial hollow fibers cross-flow microfiltration of biologically treated wastewater, J. Membr. Sci. 224 (2003) 69-79.
- Y. Yuan, R.R. Farnood, Strength and breakage of activated sludge flocs, Powder Technology 199 (2010) 111-119.

### Z

- A. Zarragoitia-Gonzalez, S. Schetrite, M. Alliet, U. Jauregui-Haza, C. Albasi, Modelling of submerged membrane bioreactor: Conceptual study about link between activated sludge biokinetics, aeration and fouling process, J. Membr. Sci. 325 (2008) 612-624.
- J. Zhang, H.C. Chua, J. Zhou, A.G. Fane, factors affecting the membrane performance in submerged membrane bioreactors, J. Membr. Sci. 284 (2006) 54-66.
- K. Zhang, Z. Cui, R.W. Field, Effect of bubble size and frequency on mass transfer in flat sheet MBR, J. Membr. Sci. 332 (2009) 30-37.
- J. Zheng, Y. Xu, Z. Xu Z, Flow distribution in a randomly packed hollow fiber membrane module, J. Membr. Sci. 211 (2003) 263-269.

## **Annexes**

#### Annexe 1 Suivi du pilote

#### 1. Taux d'abattement de la DCO

Les variations de DCO dans le perméat lors de la première campagne sont présentées sur la Figure 0-1 avec le taux d'abattement dont la valeur moyenne a été de 96 %.

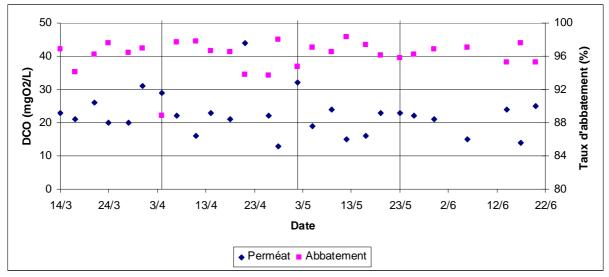


Figure 0-1 : Variations de DCO dans le perméat et abattement de DCO

Les variations des DCO en sortie (perméat) et le taux d'abattement de la deuxième campagne sont présentées sur la Figure 0-2.

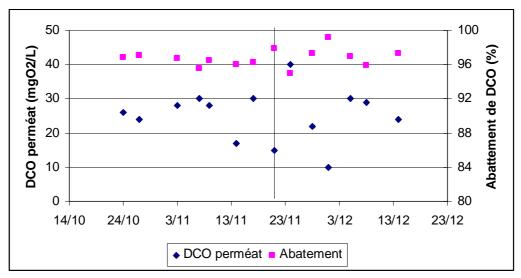


Figure 0-2 : DCO du perméat et abattement (campagne 2)

#### 2. Ratio protéines/polysaccharides des flocs

Les flocs présentent un ratio protéine/sucre qui varie entre 6 et 9 (Figure 0-3).

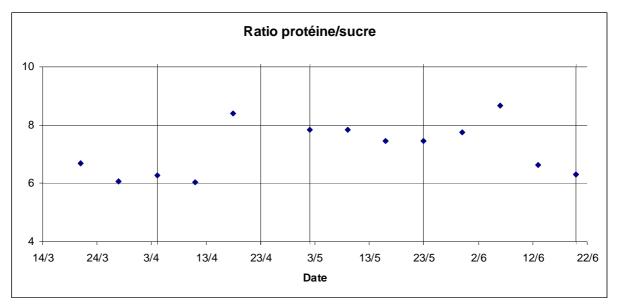


Figure 0-3 : Evolution du ratio protéine/sucre des SPE liées (campagne 1)

Le ratio protéines/polysaccharides est resté majoritairement dans une gamme allant de 5 à 8 dans la campagne 2 (Figure 0-4), proche de la gamme observé pour la campagne 1.

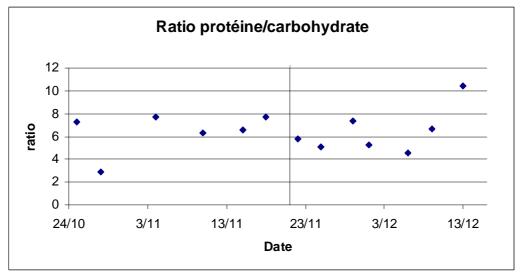


Figure 0-4 : Evolution du ratio protéine/sucre des SPE liées (campagne 2)

#### 3. Concentrations en SPE dans le perméat

Elles sont de l'ordre de la moitié de celles en SPE solubles et sont proches de la limite basse de dosage, en particulier pour les sucres comme nous pouvons le voir pour la campagne 1 sur la Figure 0-5.

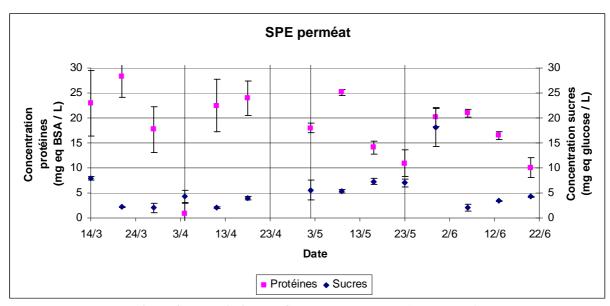


Figure 0-5 : Variations de SPE dans le perméat (campagne 1)

Les concentrations en sucre dans les SPE du perméat sont restées extrêmement faibles dans la seconde campagne (Figure 0-6).

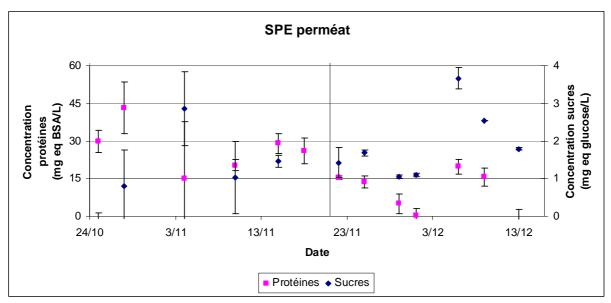


Figure 0-6 : Variations de SPE dans le perméat (campagne 2)

#### 4. Morpho-granulomètrie

Les mesures des diamètres D[4,3] des flocs obtenus par le Mastersizer 2000 et le Morphologi G3 en fonction du temps sont présentées sur la Figure 0-7. Les observations suivantes peuvent être faites :

- Les diamètres obtenus par les deux techniques sont différents et leurs variations sont différentes.
- Les diamètres obtenus par le Mastersizer 2000 sont toujours plus petits ; cela a déjà été observé par Manon (2012).

- Le changement de séquence du 17/11 induit une brusque chute du diamètre d'après le Morphologi G3 mais une remontée presque immédiatement, alors que pour le Mastersizer 2000 elle semble plus légère mais durable dans le temps.
- Le changement de MES du 1 décembre ne semble pas avoir de répercussion sur le diamètre mesuré par le Morphologi G3, alors que cela peut avoir relancé la baisse par la mesure du Mastersizer 2000.

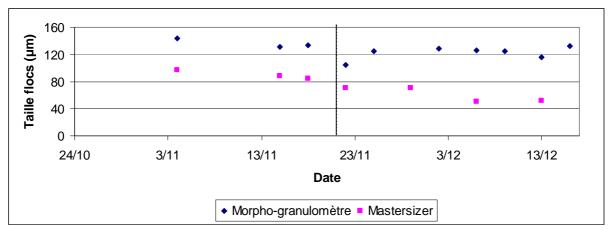


Figure 0-7 : Comparaison des tailles de flocs observées au granulomètre et au morpho-granulomètre (campagne 2)

Le morphogranulomètre amène toutefois un supplément d'informations avec les formes des agrégats et il est intéressant de voir qu'au changement de séquence la plupart des paramètres évoluent puis se restabilisent par la suite (Figure 0-8).

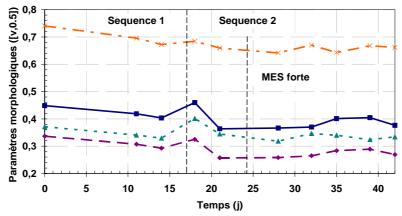


Figure 0-8 : Evolution des paramètres morphologiques, circularité ( → → ), élongation ( - ▲ -), convexité( → → ) et solidité ( - × → ) en fonction du temps

Le morpho-granulomètre donne également des indications sur la viabilité des boues via la caractérisation des microorganismes présents dans celle-ci. A partir des données brutes issues du Morphologi G3, il est possible de visualiser les valeurs des différents paramètres morphologiques pour l'ensemble des particules sous forme de nuage de points comme présenté dans la Figure 0-9.

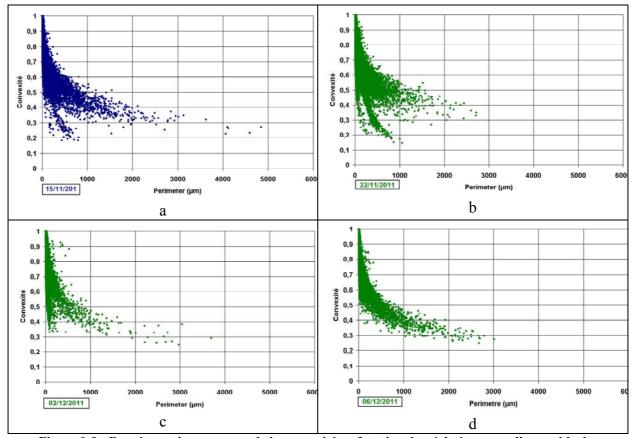


Figure 0-9: Représentation en nuage de la convexité en fonction du périmètre pour l'ensemble des particules a- Séquence 5- temps = 15/11, b- Séquence 2- temps = 22/11, c- Séquence 2, peu après le changement d'eau d'alimentation, temps =02/12, d- Séquence 2, après le changement d'eau, temps =06/12

Une évolution au cours du temps est notable : pour la convexité en fonction de tout paramètre de distance (diamètre, périmètre, longueur, largeur), une bifurcation est présente dans le nuage sur les mesures faites avant modification de la nature de l'eau d'entrée, puis disparait à partir du changement d'eau. Les images des flocs (Figure 0-10) montrent que la bifurcation est due à des protozoaires vivants, dont l'image à une faible taille correspond à une faible convexité du fait du déplacement.

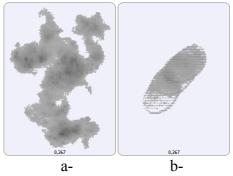


Figure 0-10 : Images de flocs pour une valeur de convexité de 0,367 et des périmètres de a- 1500  $\mu$ m, b- 200  $\mu$ m

#### 5. Température : variations long terme

Seule les variations de température sur le long terme ( $\sim$  mois) seront décrites dans cette partie. Des phénomènes ont été mis en évidence sur le court terme où les variations journalières

jouent à priori sur l'activité des micro organismes en plus de la viscosité et sont décrite dans la partie suivante.

#### 5.1. Campagne 1

La Figure 0-11 présente les variations de température sur la première campagne.

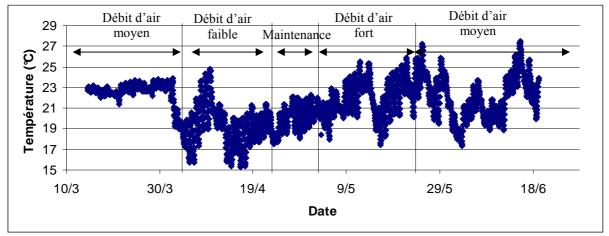


Figure 0-11 : Variations de température (campagne 1)

Lors de la séquence 1 le chauffage était encore en marche dans le laboratoire et la pièce contenant le pilote était régulé en température (23 °C). Nous pouvons clairement voir que le chauffage a été coupé aux alentours du premier avril. Etant données les fortes variations journalières observées sur les autres séquences nous avons choisi de prendre en compte les différentiels journaliers de température. Ceux-ci sont évalués en faisant la différence entre température maximale et minimale sur 24 h.

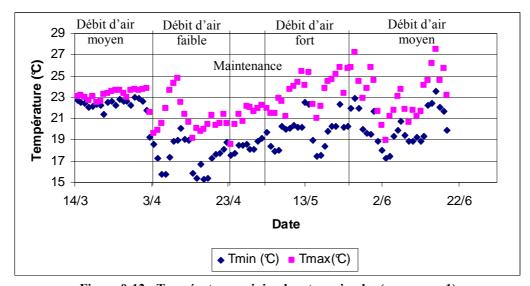


Figure 0-12 : Températures minimales et maximales (campagne 1)

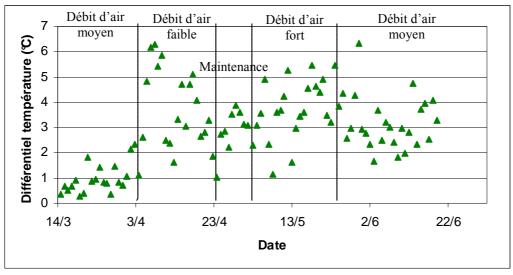


Figure 0-13 : Différentiel de température (campagne 1)

Nous pouvons voir que le laboratoire a été thermostaté jusqu'à fin mars avec de faibles différentiels de température ce qui donne une information supplémentaire par rapport à la température absolue. Les différentiels ont été beaucoup plus élevés par la suite avec des valeurs de l'ordre de 3-4 °C sur l'ensemble des autres séquences. Le Tableau 0-1 récapitule les données caractérisant la température, en valeurs moyennes.

Tableau 0-1 : Caractérisation de la température (campagne 1)

| Séquence | T (°C)         | Tmax (°C)      | Tmin (°C)      | Différentiel (°C) |
|----------|----------------|----------------|----------------|-------------------|
| 1        | $22,5 \pm 1,2$ | $23,2 \pm 0,5$ | $22,2 \pm 0,8$ | $1,0 \pm 0,6$     |
| 2        | $19,5 \pm 1,7$ | $21,2 \pm 1,4$ | $17,7 \pm 1,3$ | $3,5 \pm 1,4$     |
| 3        | $22,0 \pm 1,8$ | $23,4 \pm 1,5$ | $19,8 \pm 1,5$ | $3,6 \pm 1,1$     |
| 4        | $22,1 \pm 2,2$ | $23,5 \pm 2,2$ | $20,2 \pm 1,7$ | $3,3 \pm 1,1$     |

#### 5.2. Campagne 2

Dans la campagne 2 le thermostat s'est mis en route aux alentours du 10 novembre (Figure 0-14).

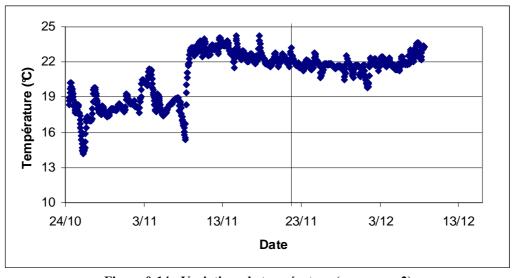


Figure 0-14 : Variations de température (campagne 2)

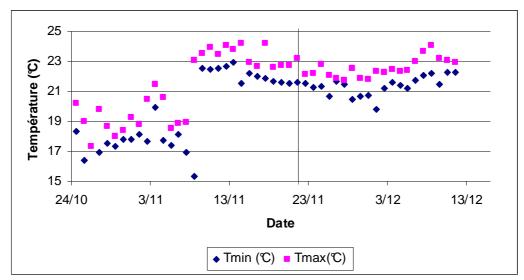


Figure 0-15 : Températures minimales et maximales (campagne 2)

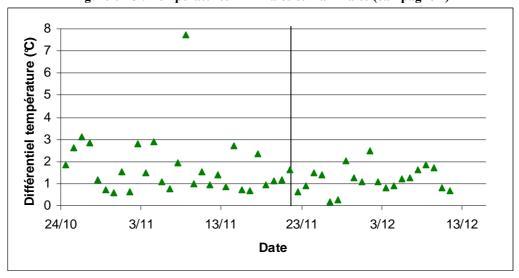


Figure 0-16 : Différentiel de température (campagne 2)

Les variations de température sont faibles et la mise en route du chauffage ne change que la température absolue et peu les différentiels qui sont inférieurs à 3 °C mis à part le jour de mise en route pour lequel une valeur singulière de 7,7 °C est notée. Le Tableau 0-2 récapitule les données caractérisant la température, en valeurs moyennes.

**Tableau 0-2 : Caractérisation de la température (campagne 2)** 

| (-10.00000000000000000000000000000000000 |                |                |                |                   |
|--|----------------|----------------|----------------|-------------------|
| Séquence                                 | T (°C)         | Tmax (°C)      | Tmin (°C)      | Différentiel (°C) |
| 5  | $20,3 \pm 2,4$ | $21,2 \pm 2,3$ | $19,4 \pm 2,6$ | $1,8 \pm 1,4$     |
| 6  | $22,0 \pm 0,7$ | $22,6 \pm 0,6$ | $21,4 \pm 0,6$ | $1,2 \pm 0,6$     |

#### 5.3. Bilan sur la température

La température est un paramètre que nous n'avons pas pu contrôler, ce qui est également le cas sur station. Nous avons donc « subi » ces variations, celles-ci étant beaucoup moins grandes que celles qu'il est possible de trouver sur installation réelle (pilote à l'intérieur dans pièce thermostatée en hiver).

Les variations de température journalières sont beaucoup plus élevées au printemps/ été avec des différentiels de 4-5 °C pouvant atteindre 7 °C alors qu'ils sont bien plus faibles en automne, inférieurs à 3 °C. Les températures absolues sont évidemment plus élevées au

printemsp/été, plus faibles en automne et constante en hiver à cause du chauffage de la pièce (23 °C).

Il n'y a pas de lien évident entre température et autres paramètres.

#### 6. Température : variations court terme

Les mesures réalisées sur les manipulations du 2 mai au 23 mai (séquence 3 de la campagne 1) sont présentées sur la Figure 0-17. Nous avons observé sur cette mesure une influence de la température sur les variations de PTM.

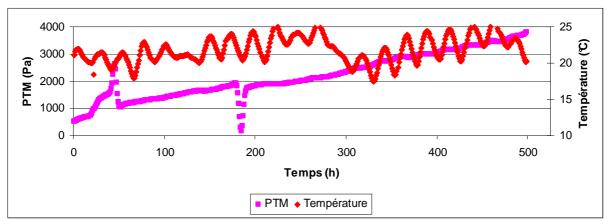


Figure 0-17 : Variations de PTM et de température (séquence 3 campagne 1 du 2 au 23 mai)

Sur la zone comprise entre 300 et 400 h les températures varient régulièrement et la PTM corrigée semble suivre des variations régulières (Figure 0-18), correspondantes à des périodes journalières, et donc à la température malgré les corrections de viscosité réalisées.

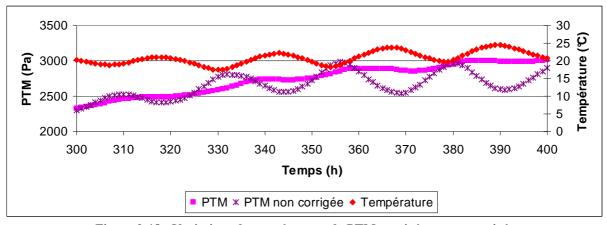


Figure 0-18 : Variations de température, de PTM corrigée et non corrigée

Il apparaît nettement que l'effet de la viscosité est prépondérant mais on peut voir que pour les valeurs corrigées la PTM semble stagner voire diminue lorsque la température augmente alors que les PTM augmentent lorsque la température diminue.

Les variations d'augmentation de PTM corrigées et non corrigées en fonction du temps sont présentées sur la Figure 0-19.

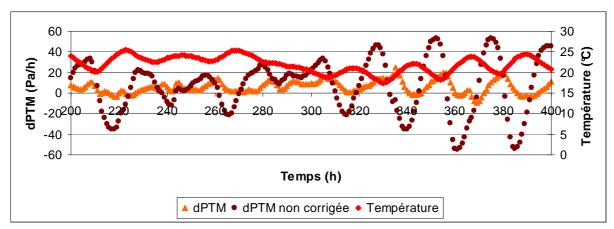


Figure 0-19 : Variations de température, d'augmentation de PTM corrigée et non corrigée

Cette figure met en évidence un effet de la température sur la biologie et donc les variations de PTM corrigées :

- Sur la première zone (200-300 h) où il y a peu de variation journalière de température les taux de variations de PTM ne sont pas significatifs.
- Sur la seconde zone (300-400 h) où les variations de température sont beaucoup plus marquées les taux de variations de PTM aussi bien corrigées que non corrigées varient de manière périodique.

Un zoom plus précis sur une période est présenté sur la Figure 0-20 pour estimer les phénomènes en jeu.

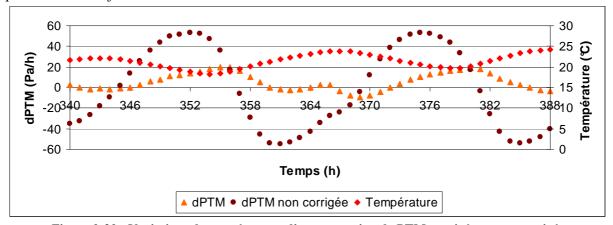


Figure 0-20 : Variations de température, d'augmentation de PTM corrigée et non corrigée

La période est clairement de 24 h et correspond aux évolutions journalières de température. L'activité biologique serait donc plus favorable vis-à-vis du colmatage à forte température. C'est un résultat qui a déjà été trouvé dans la littérature : Van den Brink *et al.* (2011) trouvent de meilleures performances de filtration à plus haute température. Il faut tout de même préciser que leur gamme de température était plus importante que la nôtre, allant de 7 à 25 °C dans le but d'être représentatif des températures extrêmales rencontrées sur les stations grandeur nature au niveau européen donnée comme variant de 8,4 à 26,8 °C. Les expériences sont également réalisées sur du plus court terme avec de temps de 1 à 3 h pour atteindre les températures requises et des expériences de filtration de 5 h. Les tendances sont tout de même intéressantes et les moins bonnes performances de filtration sont expliquées par le relargage de polysaccharides ou de particules submicroniques par les flocs. Etant donné que les mesures relatives aux SPE étaient hebdomadaires pour la première campagne et bihebdomadaires pour

la seconde campagne et bien que les prélèvements aient été faits approximativement à la même heure nous n'avons pu saisir ces variations.

Au niveau des quantifications sur nos expériences pour des variations de température entre 20 et 25 °C les variations de PTM non corrigées sont comprises entre + 60 et – 60 Pa.h<sup>-1</sup> et celles de PTM corrigées entre + 20 et – 10 Pa.h<sup>-1</sup>. Ces variations sont de l'ordre de grandeur de celles observées sur le long terme sur les paliers de filtration des dérives de PTM mesurées (20 à 60 Pa.h<sup>-1</sup> pour la première campagne).

## 7. Rhéologie

Les expériences rhéologiques présentées dans cette partie ont pour but de compléter les observations faites pour caractériser les boues et faire ainsi le lien avec le colmatage.

Les rhéogrammes caractérisant les 4 séquences de la première campagne sont présentés sur la Figure 0-21.

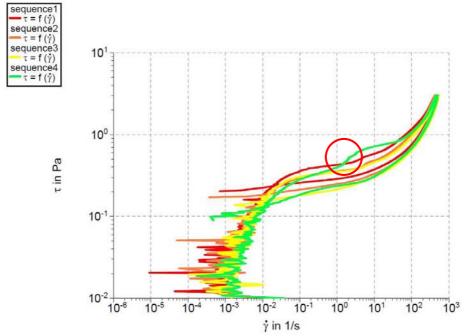


Figure 0-21 : Rhéogrammes réalisés lors de la première campagne ; séquences 1 (—), 2 (—), 3 (—) et 4 (—)

Ils ont été réalisés en fin de chaque séquence dans le but de caractériser un état « stabilisé » des boues. Cependant les résultats présentés sur les SPE et les tailles de flocs ne montrant qu'une adaptation secondaire des propriétés des boues par rapport à l'aération, la comparaison des rhéogrammes aura donc pour but de faire le lien entre comportement rhéologique et propriétés des boues ainsi que colmatage plutôt que d'évaluer une structure de boues dépendante de conditions de cisaillement induites par l'hydrodynamique.

Tous les rhéogrammes présentent la même allure qui est caractéristique d'un fluide visco-plastique, le seuil d'écoulement se situant entre 0,2 et 0,3 Pa. Les rhéogrammes des séquences 1 et 4 (réalisés respectivement le 01 avril et le 16 juin) coïncident avec des périodes de colmatage relativement important et présentent des singularités :

- Le rhéogramme de la séquence 1 fait apparaître un seuil d'écoulement plus élevé que ceux obtenus pour les autres séquences.
- Le rhéogramme de la séquence 4 est le seul pour lequel une rupture est observée lors de la montée en contrainte (entourée en rouge sur la Figure 0-21). Ce phénomène est dû à la formation de structures radiales dans l'entrefer et une répartition macroscopique non-homogène des flocs qui ont été mis en évidence par Günther *et al.*

(2011) grâce à l'utilisation d'une géométrie en plexiglas. Ce rhéogramme caractérise donc une boue au comportement particulier.

Les rhéogrammes caractérisant les 2 séquences de la seconde campagne sont présentés sur la Figure 0-22.

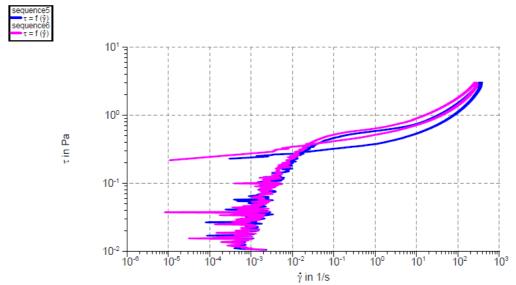


Figure 0-22 : Rhéogrammes réalisés lors de la seconde campagne ; séquences 5 (—) et 6 (—)

Tout comme pour la première campagne, la boue la plus colmatante a un seuil d'écoulement plus élevé. Cette différence est légère, d'autant plus que les différences de colmatage et de propriétés des boues évoqués dans la Partie 3 pour la campagne 2 sont importantes.

Le fait que les boues les plus colmatantes aient un seuil d'écoulement plus élevé est valable sur l'ensemble des deux campagnes, comme nous pouvons le voir sur la Figure 0-23 où les rhéogrammes des séquences 1, 2, 5 et 6 sont comparés.

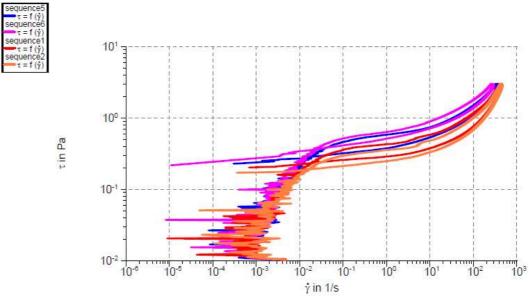


Figure 0-23 : Comparaison des rhéogrammes obtenus lors des deux campagnes pour les séquences 1(—), 2(—), 5 (—) et 6 (—)

Les rhéogrammes sont caractéristiques des boues. Le seuil d'écoulement et la formation de structures permettent de détecter des boues qui ont un caractère plus colmatant. Cependant comme remarqué pour la seconde campagne, ils ne sont pas suffisants à la caractérisation des boues et à la prédiction du colmatage.

## Annexe 2 Analyses en Composantes Principales

## 1. Principe de l'analyse

Dans le but de comparer les résultats et d'apporter un élément quantitatif nous avons réalisé un traitement statistique des données par Analyses en Composantes Principales (ACP).

La plupart des explications qui suivent sont tirées de la thèse de C. Vialle (2011) qui constitue une belle illustration d'utilisation d'ACP, appliquées à l'étude du comportement hydraulique, physico-chimique et microbiologique d'un système de récupération d'eaux de toiture.

Géométriquement l'ACP correspond à un changement de base dans lequel les premiers vecteurs de la nouvelle base jouent un rôle privilégié puisque c'est sur eux que l'ensemble des données sera projeté.

Les données sont rassemblées dans une matrice où les lignes correspondent aux observations (ou mesures) et les colonnes aux paramètres étudiés. Les données de cette matrice sont dans un premier temps centrées réduites pour accorder la même importance à chaque paramètre. La matrice de corrélations est ensuite calculée puis diagonalisée. Les vecteurs propres obtenus correspondent aux axes du nouvel espace de projection et leur valeur propre s'interprète comme la « variance expliquée », soit une estimation de la mesure de la qualité de représentation des données ou mesure de l'importance relative des axes.

Les données sont ensuite représentées dans un cercle de corrélation dont un exemple est donné sur la Figure 0-24.

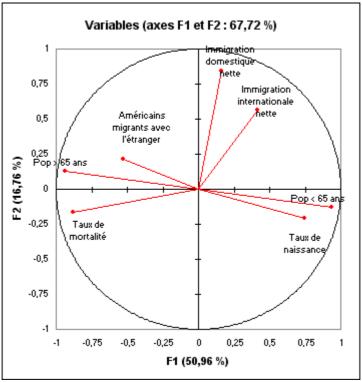


Figure 0-24 : Exemple de cercle de corrélation obtenu par ACP

Le cercle des corrélations correspond à une projection des variables initiales sur un plan à deux dimensions constitué par les deux premiers facteurs (les pourcentages correspondent à la « variance expliquée »). Lorsque deux variables sont loin du centre du graphique, alors si elles sont :

- proches les unes par rapport aux autres, alors elles sont significativement positivement corrélées (r proche de 1). C'est le cas « Pop>65 » et « Taux de mortalité » sur notre exemple.
- orthogonales les unes par rapport aux autres, alors elles sont significativement noncorrélées (r proche de 0)
- symétriquement opposées par rapport au centre, alors elles sont significativement négativement corrélées (r proche de -1). C'est évidemment le cas de « Pop>65 » et « Pop<65 » qui sont des variables redondantes.

Lorsque les variables sont relativement proches du centre du graphique, alors toute interprétation est hasardeuse, et il est nécessaire de se référer à la matrice de corrélations à d'autres plans factoriels pour interpréter les résultats.

Le but des ACP est de donner des tendances et de condenser l'information. Cela est particulièrement utile dans notre cas compte tenu du grand nombre de paramètres étudiés. Elles doivent tout de même être interprétées judicieusement et les résultats obtenus doivent être considérés plus comme des indications/confirmation que comme des conclusions définitives. Les ACP ont été réalisées avec le logiciel XL-STAT.

## 2. Préparation des donnés

Un exemple de dérive de PTM est présenté sur la Figure 0-25.

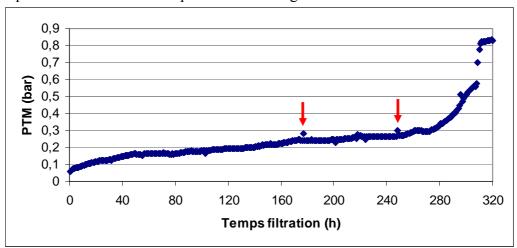


Figure 0-25 : PTM corrigée et lissée

Certaines valeurs engendrent des discontinuités (des exemples sont indiqués par des flèches rouges sur la Figure 2-6). Elles sont en général dues à de légers dysfonctionnements du pilote. Ces discontinuités n'ont pas de conséquence sur la tendance globale de dérive de PTM mais elles impactent sur les variations horaires de PTM, qui constituent une caractérisation du colmatage sur le court terme que nous souhaitons utiliser. Pour limiter ces discontinuités les valeurs sont donc retraitées en utilisant un lisseur basé sur des splines cubiques. La Figure 0-26 compare les données brutes et les courbes lissées.

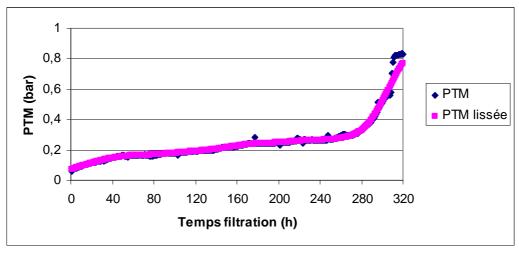


Figure 0-26 : Comparaison de valeurs de PTM non lissée et lissée

La différence est bien plus importante sur les variations horaires. La Figure 0-27 compare ces variations calculées à partir de valeurs de PTM lissées (ΔPTM lissée) et non lissées (ΔPTM).

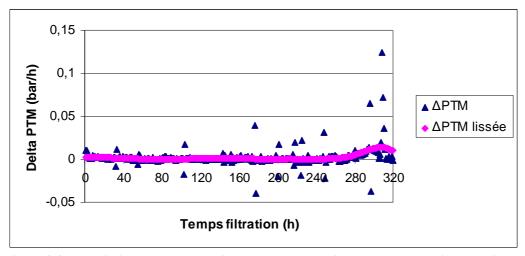


Figure 0-27 : Variations de PTM horaires calculées à partir de données non lissées et lissées

Elle illustre bien l'importance de traiter les données en passant par le lissage pour considérer et caractériser des évolutions de colmatage globales qui ont un réel sens physique. Les variations calculées à partir des données lissées restent positives ou proches de 0 ce qui est logique. Ce n'est pas le cas des variations calculées à partir des valeurs de PTM non lissées qui présentent des valeurs négatives mais aussi des variations très importantes. Ces dernières ne représentent pas les phénomènes réels : elles pourraient arriver si des actions telles que des augmentations de débit d'air ou des nettoyages chimiques avaient lieu, ce qui n'a pas été le cas lors de l'utilisation d'un même module. Ces actions n'ont été réalisées qu'au changement de module ou de séquençage, ce qui sera indiqué dans les résultats présentés. Nous avons donc choisi de travailler en considérant les valeurs de PTM lissées et les variations calculées à partir de ces valeurs qui nous semblent plus représentatives des phénomènes en jeu dans le procédé.

Le lissage a été également appliqué à l'ensemble des paramètres étudiés. En effet comme la fréquence et les dates de mesure n'étaient pas les mêmes nous avons travaillé sur les données lissées, ce qui a également permis d'augmenter le nombre d'observations. Nous avons considéré que les tendances étaient respectées et que le traitement par ACP conserverait du sens.

#### 3. Résultats des ACP

Dans le but de confirmer et renforcer les analyses faites en Partie 3, nous avons choisi de réaliser des ACP pour quantifier les impacts respectifs des paramètres les uns envers les autres (influence des conditions opératoires : charge, température... et des paramètres opératoires : débit et temps d'aération... sur les propriétés des boues) puis de ces paramètres sur les performances du procédé (dérives de PTM).

Deux ACP ont été faites sur les données de la seconde campagne correspondant aux 2 séquences (suppression de certains paramètres : ratio protéines/sucres, perméabilité initiale, paramètres eau entrée...). Ces données ont été choisies en particulier car les propriétés des boues ont particulièrement évolué sur cette campagne. La première ACP a été faite en supprimant les données après modification des boues suite à l'apport d'eaux usées particulières et la seconde en prenant l'ensemble des données. Les cercles de corrélation sont présentés ci-dessous :

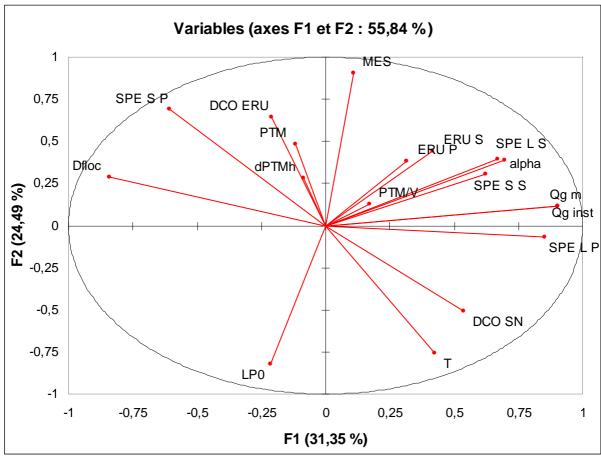


Figure 0-28 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données ne prenant pas en compte la modification des boues (campagne 2 avant 28 novembre)

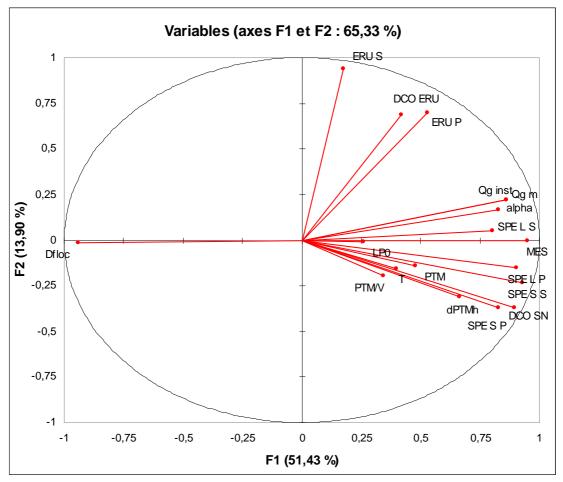


Figure 0-29 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données en prenant en compte la modification des boues (ensemble de la campagne 2)

La variabilité de l'ACP sans prise en compte la modification des boues est faible (55,84 %), les paramètres sont donc faiblement corrélés. La variabilité de l'ACP pour l'ensemble est légèrement meilleure (65,33%) sans que la dépendance soit fortement marquée. Avant modification des boues le point représentant les dérives de pression est proche du centre et n'est donc corrélé de manière significative à aucun paramètre. Ils sont eux-mêmes assez dispersés. Lorsque les données après modification des boues sont introduites le point représentant les dérives, bien que toujours relativement loin du bord du cercle mais bien plus proche de celui-ci que sur l'analyse précédente, se trouve du même côté que les points auxquels nous pouvions nous attendre : MES, DCO, SPE... et du côté opposé au point représentant les tailles de flocs, ce qui caractérise les tendances observées dans la bibliographie et présentées précédemment.

Les ACP permettent de confirmer les tendances observées et une quantification peut être amenée grâce aux valeurs de la matrice de Pearson (matrice de corrélation). Le Tableau 0-3 les récapitule pour les dérives horaires de PTM par rapport aux autres variables. Les valeurs surlignées en rouge correspondent aux plus fortes corrélations observées entre variables et dérives de PTM.

Tableau 0-3 : Corrélation des variations de PTM horaires avec les autres variables

| Variables | Corrélation avec les variat | ions de PTM horaires (dPTMh) |
|-----------|-----------------------------|------------------------------|
| variables | Sans changement             | Avec changement              |
| Т         | -0,287                      | 0,095                        |
| MES       | 0,192                       | 0,674                        |
| alpha     | 0,010                       | 0,529                        |
| DCO ERU   | 0,052                       | 0,130                        |
| DCO SN    | 0,024                       | 0,631                        |
| SPE L S   | -0,245                      | 0,272                        |
| SPE L P   | 0,049                       | 0,560                        |
| SPE S S   | -0,018                      | 0,640                        |
| SPE S P   | 0,037                       | 0,675                        |
| ERU S     | -0,034                      | -0,102                       |
| ERU P     | -0,030                      | 0,191                        |
| Dfloc     | 0,100                       | -0,572                       |
| LP0       | -0,302                      | -0,089                       |
| Qg inst   | -0,013                      | 0,456                        |
| Qg m      | -0,013                      | 0,456                        |

Avant le changement de nature des boues les corrélations sont relativement faibles entre les dérives de PTM horaires et les autres paramètres, avec la plus forte valeur pour la perméabilité initiale (-0,302). Ces valeurs sont beaucoup plus grandes lorsque les données après changement des boues sont prises en compte, notamment pour les SPE solubles avec des valeurs de 0,675 (Protéines) et 0,640 (Sucres). Le diamètre de flocs est également corrélé de manière plus importante avec une valeur de -0,572 au lieu de 0,100 sur les données ne prenant pas en compte la modification de boue significative.

Nous pourrions reprocher à l'analyse faite sur la Figure 0-28 de ne pas prendre en compte le même nombre de données à faible (4 semaines) et fort (1 semaine) débit d'air sans modification conséquente des boues, et donc de fausser l'impact de l'aération. La Figure 0-30 présente donc les résultats obtenus pour les paliers de PTM des deux premiers modules de chaque séquence de la campagne 2 (5\_1 et 6-1\_1).

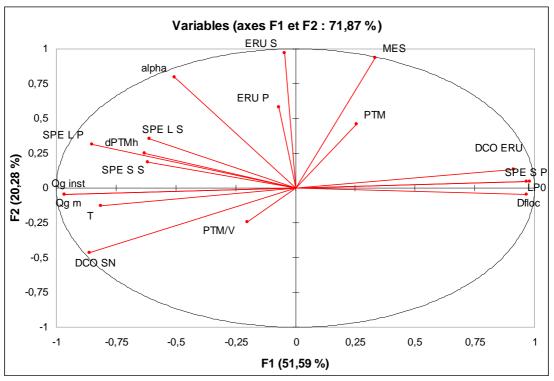


Figure 0-30 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données des paliers de PTM des premiers modules (5\_1 et 6-1\_1) de chaque séquence (campagne 2)

De la même manière que sur la Figure 0-28 les résultats sont assez dispersés ce qui est probablement dû à la faible gamme de variation des propriétés des boues. Nous pouvons par exemple observer une corrélation des dérives horaires de PTM quasi-nulle avec les MES (0,054) ce qui n'était pas le cas lorsqu'elle variait sur une gamme plus importante (0,674 avec changement des boues). Bien que cette ACP faite sur un nombre de données similaire pour les différentes conditions d'aération prenne en compte une variabilité plus importante, la tendance reste à une faible corrélation entre les différents paramètres lorsque la charge (et par conséquent les propriétés des boues) varie peu.

Pour être plus exhaustif la Figure 0-31 présente les résultats sur l'ensemble des deux campagnes.

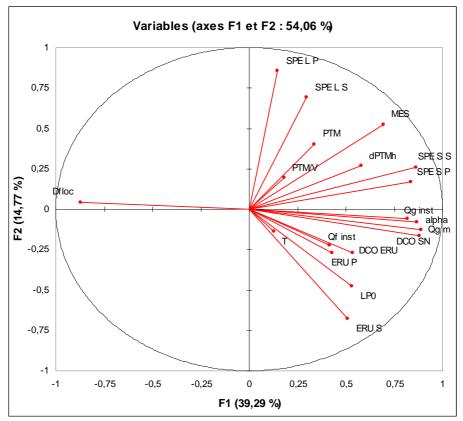


Figure 0-31 : Cercle de corrélation obtenu par ACP réalisée sur les données des deux campagnes

La variabilité représentée est relativement faible (54 %) mais la tendance reste la même que lors de la comparaison pour la campagne 2 entre données avec et sans modification des boues (Figure 0-29).

Ces ACP doivent être interprétées avec parcimonie, particulièrement dans notre cas, ce pour plusieurs raisons :

- Nous avons basé la comparaison avec des données extrapolées (par lissage pour les paramètres opératoires). Bien que n'ayant pas de valeurs expérimentales nous avons estimé que cela était représentatif du procédé.
- La comparaison de certains paramètres n'est pas toujours pertinente : par exemple un point peut présenter une PTM faible ou élevée en fonction du temps de filtration (respectivement palier ou saut de PTM), sans que les paramètres opératoires n'aient changé significativement. Il serait donc plus judicieux de considérer le rapport PTM/V mais celui-ci peut également être représentatif de deux phénomènes différents à valeurs similaires : en effet nous observons des valeurs élevées en tout début de filtration et lors du saut de PTM.
- Certains paramètres peuvent être totalement corrélés selon les ACP mais sont en réalité totalement indépendants physiquement. Par exemple sur la Figure 0-30 la perméabilité initiale LP0 est fortement corrélée à la DCO d'entrée, ce qui n'a aucun sens. Ici l'interprétation est facile mais il est tout à fait possible que les ACP fournissent des corrélations entre dérives de PTM et propriétés des boues, sans que cela n'ait de sens physique de la même manière que pour la DCO d'entrée et la perméabilité initiale mais sans que nous ne puissions le savoir. De manière plus pragmatique sur la Figure 0-29 les débits d'airs moyen et instantané sont corrélés à une forte valeur de résistance spécifique. Cela peut être interprété comme une

augmentation du caractère colmatant des boues causé par leur déstructuration à cause du cisaillement induit par l'aération mais il semblerait que dans notre cas le fort débit d'air ayant été imposé lors de l'ajout d'eaux particulières, la forte corrélation tient juste du fait que l'eau ait modifié les boues et que cela soit tombé au moment où le fort débit a été imposé.

- A ces limitations il faut ajouter le fait qu'il y a une composante temporelle/historique qui n'est pas prise en compte dans les ACP: si les propriétés de l'ERU influençait par exemple les concentrations en SPE liées et solubles avec des cinétiques différentes (adaptation plus longue pour les flocs et donc augmentation différée des SPE liées par rapport aux SPE solubles lors de l'augmentation de SPE dans les ERU) cela ne pourrait pas être traité par les ACP. Cette dimension temporelle apparait également dans la caractérisation des PTM, celle-ci dépendant à priori plus des valeurs précédentes de PTM (historique) que des conditions opératoires.
- Enfin la variabilité prise en compte dans nos analyses ne dépasse pas les 75 % (65 % pour la plupart). Cette dernière valeur est satisfaisante mais signifie bien que les ACP ne sont pas représentatives de l'ensemble des données. Il est donc délicat de tirer des conclusions définitives de ces analyses et nous nous en tiendrons à des tendances dans notre cas.

#### Les ACP donnent les résultats suivants :

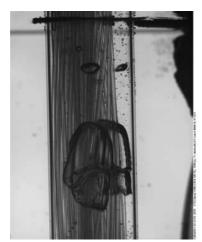
- Lorsque les données avec prise en compte de fortes modifications des boues (et variations importantes de leurs propriétés qui en découlent) sont considérées une corrélation relativement forte est observée entre variables entre elles et entre PTM et paramètres des boues considérés comme propices au colmatage (MES, SPE solubles, diminution de la taille de flocs...).
- Lorsque les données sans prise en compte de fortes modifications des boues sont considérées une faible corrélation entre variations des PTM et autres variables mais également entre variables entre elles (du fait probablement de la moins grande gamme de variation), ce malgré le changement de débit d'aération.

Les résultats fournis par les ACP confirment donc, dans une certaine mesure, la tendance selon laquelle l'eau d'entrée impacte plus les propriétés des boues, et donc les dérives de pression que les variations d'aération. Ces analyses donnent en plus de cela un aspect quantitatif.

.

### Annexe 3 Détermination expérimentale de vitesses de bulles

Les vitesses sont déterminées à partir de la position verticale du nez de la bulle. En effet en prenant en compte le centroïde la détermination de la vitesse de la bulle peut être problématique lors de la coalescence (Figure 0-32) ou lorsque la bulle a un sillage important (Figure 0-33) par exemple.



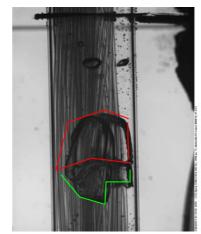
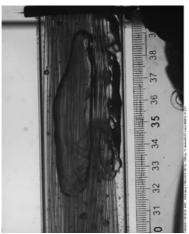


Figure 0-32 : Problèmes de suivi de bulles par images : coalescence



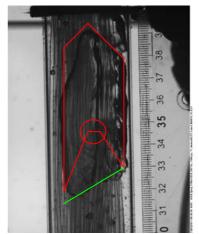


Figure 0-33 : Problème de suivi de bulles par images : sillage de la bulle

Pour chaque exemple l'image brute est à gauche et l'image « traitée » à droite avec en rouge une solution « minimaliste » et en vert une solution « complète ». Les deux options ne semblent pas fausses pourtant elles risquent d'influer sur le résultat, que ce soit en taille ou en vitesse.

Pour l'exemple de coalescence présenté sur la Figure 0-32 le centroïde peut avoir une vitesse négative, la bulle coalesçant par le dessous décalant le centroïde vers le bas. Le mouvement global est pourtant ascendant et cette option n'est pas valable au sens physique. Ce ne sera pas le cas si nous considérons les vitesses de nez qui seront toujours positives. Cependant la longueur de bulle subira une discontinuité. Il serait également possible de considérer les deux bulles avant coalescence puis la bulle après coalescence séparément mais cela influencerait les distributions puisque 3 bulles seraient considérées au lieu d'une seule. Nous avons donc fait le choix de ne prendre en compte qu'une seule bulle avec les propriétés moyennes de la première bulle et de la bulle coalescée ce qui nous semble correctement représentatif de l'écoulement.

Aération pour le décolmatage dans les bioréacteurs à membranes immergées pour le traitement des eaux usées : impact sur le milieu biologique et la filtration

L'exemple du sillage de bulle (Figure 0-33) est un peu plus complexe, il concerne les bulles qui se déforment par accélération ou décélération. La vitesse de nez va être la même pour les deux traitements. Cependant la vitesse de queue (trait vert dans un cas, trait rouge entouré dans l'autre) ne va pas être la même dans les deux cas et donc la vitesse du centroïde va être différente. Considérer la vitesse du nez permet de s'affranchir de ce problème.

# Annexe 4 Simulations numériques

#### 1. Estimation des vitesses de bulles

Plusieurs méthodes ont été testées pour déterminer les vitesses de bulles :

• Détermination par isoclip : des zones correspondant à une fraction volumique de gaz déterminée (nous utiliserons des valeurs de 0,5 ; 0,7 et 0,9) sont tout d'abord créées. Les vitesses sont ensuite calculées en moyenne dans ces zones. Les trois figures cidessous présentent les valeurs de vitesses obtenues en fonction de la hauteur z dans le module pour les trois valeurs de fractions volumiques testées par la méthode « isoclip » pour une même bulle en écoulement dans l'eau au même instant t.

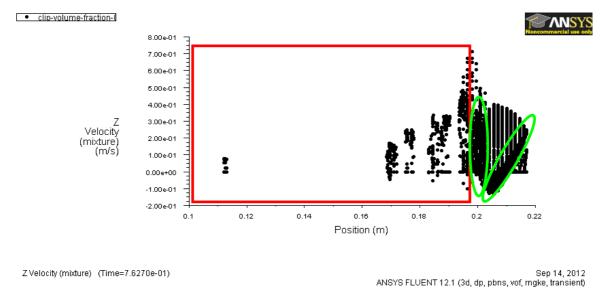


Figure 0-34: Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,5

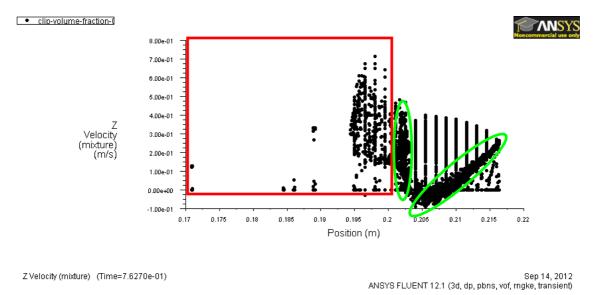


Figure 0-35 : Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,7

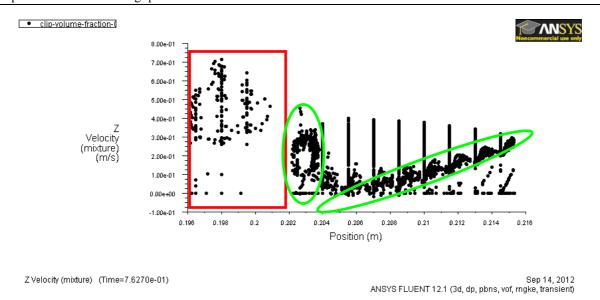


Figure 0-36: Isoclip obtenu pour une valeur de fraction volumique de 0,9

Les points correspondant au sillage des bulles sont encadrés en rouge et ceux correspondant à l'interface gaz/liquide sont entourés en vert sur les figures cidessus. La comparaison montre que l'isoclip réalisé à la valeur de 0,9 semble le plus proche de l'estimation de la vitesse de bulle. Il prend en compte moins de points dans le sillage de la bulle ainsi qu'à l'interface. Bien qu'il en reste quelques-uns les valeurs estimées par cette méthode ont donc été retenues, considérées comme satisfaisantes.

• Les vitesses de bulles sont également déterminées grâce à une « Custom Field Function » renvoyant la valeur suivante :

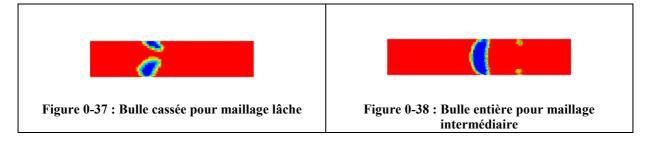
$$V_{bulle} = \frac{\left\langle \alpha_g V_z \right\rangle}{\left\langle \alpha_g \right\rangle}$$
 Équation 0-1

Cette méthode donne des valeurs proches de la méthode par isoclip avec une fraction volumique de 0,5. Les points considérés par cette méthode peuvent être encore plus éloignés de la poche de gaz car des fractions volumiques proches de 0 sont prises en compte, bien que leur contribution soit pondérée.

Nous avons choisi de présenter en détail l'estimation de la vitesse de bulle car la façon de la déterminer est rarement exprimée de manière précise dans les travaux concernant les simulations numériques. Au vu des observations que nous avons faites nous avons choisi de ne présenter que les résultats obtenus par isoclip à fraction volumique égale à 0,9. Précisons que les ordres de grandeur obtenus avec les autres méthodes sont tous bons et les tendances sont similaires.

# 2. Influence du maillage sur les simulations

Les premières simulations ont été faites dans le but d'étudier l'influence du maillage sur les résultats de simulation. Les dimensions des maillages testés sont dans le chapitre Matériel et Méthodes. Le but est de trouver un compromis entre temps de calcul le plus faible possible (maillage lâche) et précision des résultats satisfaisante (maillage raffiné). Les tests ont été faits en eau pour une bulle de 2 cm. La bulle casse pour le maillage lâche (Figure 0-37) alors que le maillage intermédiaire donne une seule bulle (Figure 0-38) :



Un phénomène similaire a été remarqué par Essemiani *et al.* (2001) : un maillage trop lâche amenait également au cassage des bulles (Figure 0-39) ce qui ne correspond pas aux observations physiques.

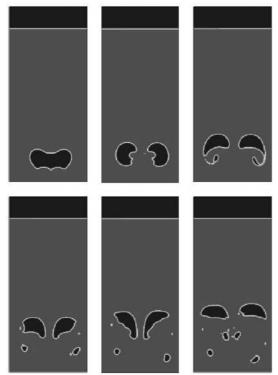


Figure 0-39 : Cassage de bulle pour un maillage pas assez raffiné lors de la simulation de l'ascension d'une poche de gaz entre des membranes planes (Essemiani et al., 2001))

Cela est expliqué par le fait que le maillage n'étant pas assez raffiné, l'estimation de la courbure de l'interface gaz/liquide est inexacte.

Nous avons ensuite testé un maillage plus raffiné que l'intermédiaire pour vérifier que les résultats fournis par ce dernier étaient corrects et ne nécessitaient pas un nombre de mailles supérieur. Les résultats sont présentés sur la Figure 0-40 en fonction du temps (arbitrairement initialisé à 0) :

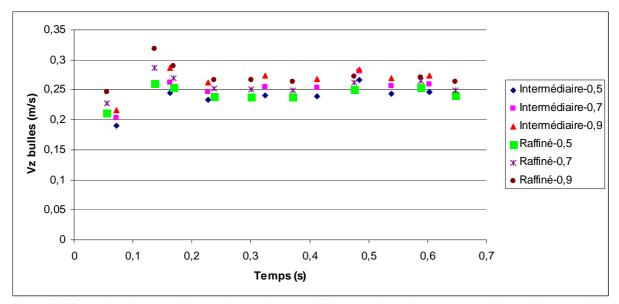


Figure 0-40 : Estimation des vitesses d'ascension en utilisant des iso-clips pour les maillages intermédiaire et raffiné

Nous pouvons distinguer deux zones :

- Accélération de la bulle et dépassement de la vitesse limite.
- Palier correspondant à la vitesse limite de la bulle. Les légères oscillations de vitesse viennent probablement du fait que le pas de temps n'est pas fixé mais variable. Ces variations ne sont pas significatives par rapport au résultat final.

Après la zone de mise en régime, les 2 maillages fournissent des résultats très similaires et proches de la valeur théorique fournie par Das *et al.* (1998) égale à 0,252 m.s<sup>-1</sup>. Nous avons donc décidé de réaliser les simulations air / eau avec le maillage intermédiaire pour limiter les temps de calcul.

# 3. Description du modèle RNG-k-eps sous Fluent

Le guide de Fluent fournit des précisions théoriques sur ce modèle : la procédure d'élimination des échelles dans la théorie RNG résulte d'une équation différentielle pour la viscosité turbulente :

$$d\left(\frac{\rho^2 k}{\sqrt{\epsilon \mu}}\right) = 1.72 \frac{\hat{\nu}}{\sqrt{\hat{\nu}^3 - 1 + C_{\nu}}} d\hat{\nu}$$
 Équation 0-2

$$\begin{array}{rcl} & \text{où} \\ \hat{\nu} & = & \mu_{\text{eff}}/\mu \\ C_{\nu} & \approx & 100 \end{array}$$

Cette équation est intégrée pour obtenir une description précise de l'impact du nombre de Reynolds effectif (où échelle de turbulence) sur les variations du transport de la turbulence effective. Cela permet au modèle de mieux gérer les faibles nombres de Reynolds et les écoulements en proche paroi. Pour la limite haute des nombres de Reynolds élevés, l'équation donne :

$$\mu_t = \rho C_\mu \frac{k^2}{\epsilon}$$

Équation 0-3

Avec  $C_{\mu}$  = 0,0845, déduite en utilisant la théorie RNG. Cette valeur de  $C_{\mu}$  est très proche de celle déterminée de manière empirique valant 0,09 utilisée dans le modèle k- $\epsilon$  standard. Dans ANSYS Fluent, la viscosité effective est calculée par défaut en utilisant l'équation pour les forts nombres de Reynolds (équation 2). Cependant une option est disponible pour utiliser la relation différentielle donnée par l'équation 1 pour inclure les effets de faible Reynolds.

# 4. Comparaison des modèles de turbulences

Tableau 0-4 : Vitesse d'ascension d'une bulle de 2 cm en fonction du modèle de turbulence choisi

|           |                          | Vitesse de bulles (m.s <sup>-1</sup> ) |       |                  |       |                      |
|-----------|--------------------------|--|-------|------------------|-------|----------------------|
|           |                          | Isoclip                                |       | alphagVz /alphag |       |                      |
| Modèle    | N itérations temporelles | Temps (s)                              | 0,5   | 0,7              | 0,9   | aipiiag v z /aipiiag |
| k-ε       | 4080                     | 0,774                                  | 0,254 | 0,267            | 0,274 | 0,243                |
| RNG k-ε   | 4050                     | 0,763                                  | 0,240 | 0,253            | 0,265 | 0,225                |
| Laminaire | 4040                     | 0,756                                  | 0,247 | 0,260            | 0,270 | 0,229                |

Les vitesses présentées sont relativement proches avec des écarts maximaux de 6,3 % entre les modèles de turbulence k-ε et RNG k-ε, le modèle laminaire donnant des valeurs intermédiaires entre les deux modèles de turbulence. A priori la vitesse la plus proche de celle de poche est celle correspondant à la surface de fraction volumique la plus proche de 1. Il est délicat de déterminer de manière précise l'interface bulle/eau mais nous pouvons estimer les résultats donnés par les valeurs d'isoclip à 0,9 comme les plus proches. Tous les modèles surestiment les vitesses par rapport aux valeurs mesurées en fluide stagnant et à la corrélation de Das *et al.* (1998) égale à 0,252 m.s<sup>-1</sup>. Le modèle fournissant les résultats les plus proches est le RNG k-ε avec un écart de 4,9 % ce qui est tout à fait satisfaisant. Les autres modèles donnent tout de même des résultats proches avec des écarts respectifs de 9,8 % et 6,7 % pour les modèle k-ε et laminaire.

Les vitesses sont plus proches des vitesses mesurées et fournies par les corrélations pour le modèle k-eps. Cela peut s'expliquer par le fait que les Re sont en réalité plus élevés par rapport à la limite de 2000 et donc que le RNG k-eps n'est pas le plus adapté pour les simulations en eau. Il donne tout de même des résultats satisfaisants et les résultats présentés par la suite ont été obtenus avec ce modèle dans le but de faciliter la comparaison avec les simulations en boues.

# 5. Modèles rhéologiques disponibles sous Fluent

Avant de caler un modèle rhéologique sur la littérature existante, il nous a fallu voir ce que propose Fluent pour savoir ce qui serait faisable comme simulation. Ils sont décrits ci-dessous :

## 5.1. Loi puissance

La loi puissance exprime les variations de viscosité en fonction du taux de cisaillement de la manière suivante :

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1}H(T)$$
Équation 0-4

• n=1 : fluide newtonien

• n>1 : fluide rhéo-épaississant

• n<1 : fluide rhéo-fluidifiant (pseudo-plastique)

Les paramètres à déterminer pour la simulation sous Fluent sont (sans dépendance à la température) l'indice de consistance k et l'indice de puissance n.

#### 5.2. Modèle de Carreau

La loi pour le modèle de Carreau est la suivante :

$$\dot{\gamma} \to 0, \ \eta \to \eta_0$$

$$\dot{\gamma} \to \infty, \ \eta \to \eta_\infty$$

$$\eta = H(T) \left( \eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) [1 + \gamma^2 \lambda^2]^{(n-1)/2} \right)$$

La figure suivante représente les évolutions de viscosité en fonction du cisaillement selon la loi de Carreau :

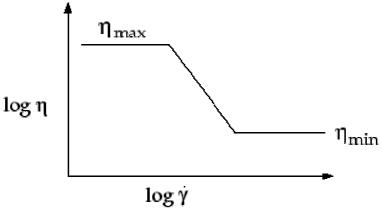


Figure 0-41 : Variations de viscosité en fonction du cisaillement selon la loi de Carreau

Les paramètres à déterminer pour la simulation sous Fluent sont (sans dépendance à la température) l'indice de puissance n, la constante de temps  $\lambda$ , la viscosité à cisaillement nul  $\mu_0$  et la viscosité à cisaillement infini  $\mu_{\infty}$ .

Il faut noter qu'un modèle plus développé existe mais n'et pas disponible sous Fluent : le modèle de Carreau-Yasuda dont la loi est :

$$\eta=\eta_{\infty}+(\,\eta_0-\eta_{\infty}\,)(\,l+(\,\lambda\dot{\gamma}\,)^a\,)^{\!(\,n-l\,)/\,a}$$
 Équation 0-6

Le paramètre a (=2 pour la loi de Carreau) permet de jouer sur la raideur de la transition entre plateau newtonien et comportement rhéofluidifiant.

#### 5.3. Modèle de Cross

La loi pour le modèle de Cross est la suivante :

$$\eta = H(T) \frac{\eta_0}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^{1-n}}$$

**Équation 0-7** 

Les paramètres à déterminer pour la simulation sous Fluent sont (sans dépendance à la température) l'indice de puissance n, la constante de temps  $\lambda$  (qui correspond à l'inverse du cisaillement à partir duquel le comportement du fluide passe de newtonien à loi puissance) et la viscosité à cisaillement nul  $\mu_0$ .

# 5.4. Modèle de Herschel-Bulkley pour les plastiques de Bingham

La loi puissance décrite ci-dessus est valide pour les fluides pour lesquels la contrainte de cisaillement est nulle lorsque le taux de cisaillement est nul. Les fluides plastiques de Bingham sont caractérisés par une contrainte seuil  $\tau_0$  au-dessous de laquelle il n'y a pas d'écoulement :

$$\overline{\overline{\tau}} = \overline{\overline{\tau}}_0 + \eta \overline{\overline{D}}$$

- Pour une contrainte  $\tau < \tau_0$  le matériau reste rigide
- Pour une contrainte  $\tau > \tau_0$  le matériau s'écoule avec une viscosité :

$$\eta = \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k \dot{\gamma}^{n-1} \text{ Équation 0-9}$$

Le modèle de Herschel-Bulkley combine les effets des modèles de Bingham et de la loi puissance : pour de faibles valeurs de taux de cisaillement le matériau simulé « rigide » se comporte comme un fluide très visqueux avec une viscosité  $\mu_0$ . Lorsque le taux de cisaillement augmente la valeur seuil de  $\tau_0$  est passée et le fluide simulé a un comportement qui suit une loi proche de la loi puissance (le terme correspondant à la loi puissance devient prépondérant par rapport à l'autre terme). La loi est la suivante :

$$\eta = \frac{\tau_0 + k \left[ \dot{\gamma}^n - \left( \frac{\tau_0}{\mu_0} \right) \right]}{\dot{\gamma}}$$
 Équation 0-10

La Figure 0-42 présente les variations de contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour le modèle de Herschel-Bulkley. Le  $\gamma_0$  de la Figure 0-42 est lié à une régularisation dans le modèle de Herschel-Bulkley par rapport au modèle de Bingham. Pour ce dernier modèle il n'y a pas écoulement en-dessous de  $\tau_0$  et la courbe devrait être une droite verticale.

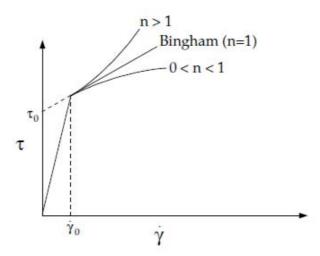


Figure 0-42 : Variations de contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement selon la loi de Herschel-Bulkley

Les paramètres à déterminer pour la simulation sous Fluent sont (sans dépendance à la température) l'indice de consistance k, l'indice de puissance n, la contrainte de cisaillement seuil  $\tau_0$  et la viscosité  $\mu_0$  correspondant au taux de cisaillement critique  $\gamma_0$ .

Doctorat de l'Université de Toulouse, délivré par l'Institut National Polytechnique de Toulouse

Ecole doctorale: MEGeP

Spécialité : Génie des Procédés et de l'Environnement Date de soutenance : Jeudi 08 novembre 2012

Nom du candidat : Etienne BRAAK

#### RÉSUMÉ

Cette étude présente les travaux réalisés pour comprendre l'effet de l'aération sur le milieu biologique et sur la filtration dans les bioréacteurs à membranes immergées pour une gamme de paramètres opératoires proche de celles utilisées sur stations réelles.

Notre démarche fait le lien entre paramètres opératoires (débit d'aération), hydrodynamique à l'échelle macroscopique (tailles et vitesses de bulles), hydrodynamique à l'échelle locale (contraintes de cisaillement) et propriétés du milieu biologique (taille de flocs et substances polymériques extracellulaires solubles). De moins bonnes performances de filtration à plus forte aération pourraient être expliquées par une plus grande déstructuration des boues sur le court terme. Par ailleurs tout effet d'évolution des boues sur le long terme en fonction des conditions d'aération a été écarté.

Mots clef: Bioréacteur A Membranes Immergées, Aération, Computational Fluid Dynamics, Rhéologie, Contraintes de cisaillement, Colmatage.

#### **ABSTRACT**

This work contributes to the knowledge on aeration for fouling prevention in submerged membrane bioreactors, which represents a great part of energy consumption of the process. More precisely it aims at estimating the impact of aeration on mixed liquor properties for operational parameters range close to those used in full scale plants.

Our study links operational parameters (airflow rate), hydrodynamics at macroscopic scale (bubble size and velocity), hydrodynamics at local scale (shear stresses), biological media properties (floc size and soluble extracellular polymeric substances), and filtration performance (transmembrane pressure variations).

Hydrodynamics characterisation of two phase flow in membrane module enabled to highlight differences between air/water and air/sludge hydrodynamics with 15-25 % lower bubble velocities in sludge but one order of magnitude higher shear stress (maximal values of 10 Pa). Controlled breakdown of biological media was performed by imposing constant shear stress (range 0,1-10 Pa) to mixed liquor samples. Increase of shear induced a decrease of floc size, and soluble extracellular polymeric substances release. The comparison with shear value obtained by simulation showed that stresses induced by aeration were in the range of mixed liquor destructuration.

A pilot campaign showed that wastewater had a stronger impact on the long term on mixed liquor properties, and thus filtration performances, than aeration. However higher transmembrane pressure increase rate observed on pilot for higher airflow at similar wastewater quality could be explained by stronger breakage of biological agregates on short term.

Keywords: Submerged Membrane Bioreactor, Aeration, Computational Fluid Dynamics, Rheology, Shear stress, Fouling.

Laboratoire de Génie Chimique. Ecole Nationale Supérieure en Arts Chimiques et Technologiques de Toulouse. 4 Allée Emile Monso BP 44362 31030 Toulouse Cedex 4.