

N° d'ordre :2267

Thèse

présentée

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale : Science des Procédés

Spécialité : Génie des Procédés et de l'Environnement

Par

Romuald VAN KAAM

**BIOREACTEUR A MEMBRANES IMMERGÉES POUR LE TRAITEMENT
D'EAUX USEES DOMESTIQUES. INFLUENCE DES CONDITIONS DE
FILTRATION ET DE L'HYDRODYNAMIQUE SUR LES PERFORMANCES DU
PROCEDE.**

Soutenue le 21/10/ 2005 devant le jury composé de :

Mme CABASSUD Corinne	Présidente
Mme ALBASI Claire	Directrice de thèse
M GRASMICK Alain	Rapporteur
M JAOUEN Pascal	Rapporteur
Mme ANNE-ARCHARD Dominique	Membre
M LORAIN Olivier	Membre

Thèse

présentée

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale : Science des Procédés

Spécialité : Génie des Procédés et de l'Environnement

Par

Romuald VAN KAAM

BIOREACTEUR A MEMBRANES IMMERGEES POUR LE TRAITEMENT
D'EAUX USEES DOMESTIQUES. INFLUENCE DES CONDITIONS DE
FILTRATION ET DE L'HYDRODYNAMIQUE SUR LES PERFORMANCES DU
PROCEDE.

Soutenue le 21/10/ 2005 devant le jury composé de :

Mme CABASSUD Corinne	Présidente
Mme ALBASI Claire	Directeur de thèse
M GRASMICK Alain	Rapporteur
M JAOUEN Pascal	Rapporteur
Mme ANNE-ARCHARD Dominique	Membre
M LORAIN Olivier	Membre

REMERCIEMENTS

Voilà enfin la partie la plus facile à écrire, voici le temps des remerciements.

Ces trois ans de thèses ont été riches pour moi que ce soit d'un point de vue scientifique ou humain. Je tiens alors à remercier de nombreuses personnes pour cela.

Je tiens tout d'abord à remercier Joël Bertrand pour avoir accepté que ma thèse puisse se dérouler au sein du Laboratoire de Génie Chimique.

Je tiens également à dire un grand merci à M. Grasmick Alain et à M. Jaouen Pascal d'avoir accepté rapidement d'être les rapporteurs de ce mémoire. Je les remercie également pour la discussion riche et intéressante qui s'est déroulée lors de la soutenance de ma thèse. A ce même titre, je tiens à remercier les autres membres du jury. Merci donc à Mme Cabassud Corinne, M. Lorain Olivier et Mme Anne-Archard Dominique.

Cette thèse s'appuie sur des notions balayant un large panel des domaines du génie des procédés. Elle n'aurait pu être réalisée sans l'aide de spécialistes dans ces domaines. J'exprime donc ma gratitude à Sylvie Schetrite pour son aide dans l'aspect « biologique » et technique de cette thèse, à Anne Marie Billet et Olivier Masbernat pour l'aspect hydrodynamique et à Dominique Anne-Archard pour l'initiation à la rhéologie. A ce niveau j'aimerais également avoir un petit mot pour les stagiaires qui m'ont aidé à faire avancer ce travail. Merci donc à Maria, Rafaele, Simon, Pierre, Aude, Amalya et Laëticia. Mais aussi au service technique et administratif du laboratoire. Merci à Alain, Jean Pierre, Sylvie, Marie Line, Dany, Manu, Christine L et Christine R.

Je souhaite bien évidemment remercier très sincèrement Claire Albasi pour avoir d'une part été une directrice disponible pour cette thèse, mais plus encore pour avoir participé grandement à que cette thèse soit également une expérience humaine pour moi. Tes derniers mots sous format powerpoint lors de ma soutenance m'ont vraiment bluffé et particulièrement touché. Je me rappellerai bien sûr du remorquage de la voiture ou de tes : « profite-en tant que tu es jeunes » le vendredi matin en réunion ... Un très grand merci à toi pour ce que tu es.

Une des conclusions de ma thèse repose sur « l'intérêt des temps de pause » pour améliorer les performances du réacteur. Je pense qu'on peut transposer cette phrase au déroulement de ma thèse.

Je tiens donc à remercier chaleureusement tous les gens qui m'ont permis de faire ces temps de pause pendant mon travail. Je pense donc en particulier au bureau de l'Alambic deuxième génération. Un vif merci à Lena, Yolaine, Alexia, Sophie et Sebastien.

Que serait basso sans la cafet ? Merci donc à tous les gens qui font de ce lieu une source de convivialité, d'échange et de bonne humeur. Merci spécialement aux habitués que sont Cécile, Franck, Greg, Mouna, Seb, Claire, Pascal, Nathalie et Sandrine.

Merci aussi à toute l'équipe bio qui a permis d'instaurer un climat plus que sympathique au labo et dans les bureaux.

Cette thèse m'a permis de rencontrer de nombreuses personnes. Je pense en particulier à mes amis mexicains Claudia, Beto, Leo y Sofía et à ma collègue de travail Maria Elena qui m'ont permis de m'évader hors de France et de m'initier à l'espagnol, chose qui me sera bien utile très prochainement ... Bon courage pour ceux qui vont terminer leur doctorat très bientôt. J'espère vous voir « chez vous » très prochainement.

Je pense également bien sûr à Fabien et John mes plus fidèles compères de sortie à Toulouse. Les « soirées zoo » resteront longtemps gravées dans ma mémoire ... Je suis persuadé qu'on aura de nouvelles occasions pour célébrer d'heureux évènements dans l'avenir.

Merci également aux sportifs de la bande : aux marathoniens Flavie, Greg et Claire à l'athlète Franck et à tous les foteux (équipe masculine et féminine). Les momemts sportifs passés avec vous m'ont apporté bien être, détente et parfois quelques franches parties de rigolades !!

Mes pensées vont également à mes amis de longues dates que sont Jérôme, David, Nico, Myriam Céline et Audrey sur qui je sais que je peux conter en toute occasion.

Enfin je tiens bien évidemment à remercier du plus profond de mon cœur ma famille et en particulier mes parents sans qui je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui et sans qui je ne serais pas arrivé jusque ici.

MERCI

Résumé

Le travail présenté dans ce mémoire est focalisé sur la compréhension de l'action des paramètres de filtration (temps de filtration, de non filtration, de rétrolavage, mode et débit d'aération) dans un BAMI pour le traitement d'eaux usées domestiques. La partie expérimentale a été conduite en deux temps. Tout d'abord sur effluent synthétique pour tester différentes conditions opératoires de filtration dans des conditions biologiques maîtrisées puis sur effluent domestique afin de valider les expériences précédentes. Les résultats de ces expérimentations ont mis en évidence que :

- Le temps de non filtration pouvait être optimisé à partir de valeurs seuil de la perméabilité de la membrane et de la résistance spécifique de la liqueur mixte.
- l'antagonisme dans le rôle de l'aération. D'une part un train de grosses bulles vient classiquement limiter l'apport de matière à la membrane (décolmatage) et d'autre part cette aération induit un cisaillement déstructurant les flocs (colmatage). Une caractérisation hydrodynamique et rhéologique du système a montré le caractère viscoplastique de la boue de BAMI et la pertinence de l'aération syncopé lors de la filtration d'un tel fluide.
- L'ensemble des expériences menées sur l'effluent réel a confirmé d'une part les conditions opératoires choisies, d'autre part les caractéristiques de la boue sous contrainte de cisaillement.
- L'analyse technico-économique, qui tient compte du « remplacement » des membranes pour lavage montre que l'on a mis en évidence des plages de paramètres opératoires conduisant à un fonctionnement rentable du procédé de traitement d'eau résiduaire urbaine.

Abstract

The aim of this work is the study of a waste water treatment operation using a submerged membrane bioreactor. The study was focused on the influence of operating parameter (filtration time, non filtration time, backflushing, aeration mode and aeration flow rate) in the prevention of membrane fouling. The first part of the study was made with synthetic effluent in order to test several filtration operating conditions in a well known biological environment. The second part consisted in the test of the system with municipal wastewater in order to validate the previous experiments. The main results are that:

- Non filtration time can be optimized according to threshold value for membrane permeability and mixed liquor specific resistance.
- Aeration has an opposite influence. On one hand, coarse bubbles are useful to prevent membrane fouling but on the other hand aeration can disturb sludge flocculation. Rheological and hydrodynamic analyses points out the viscoplasticity of the mixed liquor, which increases the interest in injecting coarse bubbles in an intermittent way.
- Experiments realized with domestic effluent confirm on one hand the operating parameter choice and on the other hand sludge rheological characteristics.
- Energetic analysis have pointed out that the operating parameters fixed in this study leads to an economically viable process for domestic wastewater.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I LES PROCEDES A MEMBRANE DANS LE TRAITEMENT BIOLOGIQUE DES EAUX RESIDUAIRES (ERU)	6
---	----------

I-1 LES PROCEDES CLASSIQUES DE TRAITEMENT DES ERU.	6
I-2 LES PROCEDES MEMBRANAIRES.....	7
<i>I-2.1 Types de bioréacteurs</i>	8
<i>I-2.2 Module membranaire</i>	10
<i>I-2.3 Effluent</i>	11
<i>I-2.4 Principaux objectifs des recherches effectuées sur les BAMs</i>	11

II CARACTERISATION DU COLMATAGE	12
--	-----------

II-1 COMPOSITION ET STRUCTURE DE LA LIQUEUR MIXTE. GENERALITES	12
II-2 LE COLMATAGE.....	13
<i>II-2.1 Mécanismes de colmatage</i>	13
<i>II-2.2 Formulation mathématique</i>	14
II-3 INFLUENCE RELATIVE DES DIFFERENTES PARTIES DE LA LIQUEUR MIXTE DANS LE COLMATAGE	15
<i>II-3.1 Influence du surnageant</i>	15
<i>II-3.2 Influence de la concentration en matière solide</i>	16
II-4 RHEOLOGIE DE LA BOUE ACTIVEE	17
<i>II-4.1 Théorie</i>	17
<i>II-4.2 Rhéologie de la boue activée</i>	19
II-5 SYNTHESE SUR LE COLMATAGE.....	20

III ROLE DU MODE ET DES CONDITIONS OPERATOIRES DANS LE DEVELOPPEMENT DU COLMATAGE	21
--	-----------

III-1 FLUX DE FILTRATION.	21
III-2 CONCEPTION ET MATERIAU DU MODULE DANS LES BIOREACTEURS A MEMBRANES IMMERGEES	22
III-3 CONDITIONS DE FILTRATION NON CONTINUE	23
<i>III-3.1 Filtration intermittente</i>	23
<i>III-3.2 Rétrolavage</i>	24
III-4 ROLE DE L' AERATION DANS LE COLMATAGE.....	25
III-5 RELATION ENTRE LES DIFFERENTS PARAMETRES DU COLMATAGE	27
<i>III-5.1 Comparaison relative de l'aération du flux de filtration et de la concentration en matière solide.</i> 27	
<i>III-5.2 Interaction entre hydrodynamique et floculation</i>	29

V CONCLUSION.....	33
--------------------------	-----------

CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

I DESCRIPTION DU PILOTE ET DES CONDITIONS OPERATOIRES	38
I-1 LE BIOREACTEUR A MEMBRANES IMMERGEES	38
I-2 MODULE MEMBRANAIRE ET PERMEABILITE.	40
I-2.1 <i>Caractéristiques des modules membranaires</i>	40
I-2.2 <i>Perméabilités</i>	40
I-3 L'EFFLUENT.....	41
I-4 CONDITIONS OPERATOIRES ET CONTROLE DU COLMATAGE.	41
I-4.1 <i>Conditions opératoires</i>	41
I-4.2 <i>Le colmatage</i>	42
I-5 TEST DE FILTRATION LONGUE.....	46
II CARACTERISATION DE LA LIQUEUR MIXTE	46
II-1 PHASES DE DEVELOPPEMENT DE LA LIQUEUR MIXTE	47
II-2 ANALYSES DES MES	47
II-3 MESURE DE LA DEMANDE CHIMIQUE EN OXYGENE (DCO)	48
II-4 MESURE DE LA FILTRABILITE	48
II-4.1 <i>Détermination de la résistance spécifique</i>	48
II-4.2 <i>Détermination du mécanisme de colmatage</i>	50
II-5 MESURE DE LA GRANULOMETRIE DE LA BOUE.....	51
II-5 RHEOLOGIE	52
III CARACTERISATION DE L'HYDRODYNAMIQUE DU PILOTE	55
III-1 ANEMOMETRIE A FILM CHAUD	55
III-2 HYDRODYNAMIQUE ET ETAT DE LA BOUE	58
III-2.1 <i>Expérience en cuve agitée</i>	58
III-2.2 <i>Turbiscan On Line</i>	58

CHAPITRE III : PARAMETRES DE FILTRATION - CARACTERISATION DU MILIEU BIOLOGIQUE. CLEFS DE LA GESTION DU PROCEDE ?

I OBSERVATION GLOBALE DE LA CAPACITE DE COLMATAGE EN FONCTION DES CONDITIONS OPERATOIRES.....	62
I-1 ÂGES DE BOUE ET DERIVE DE PRESSION	63
I-2 PROFIL DE DERIVE EN PHASE D'ADAPTATION.....	63

II EFFET DES CONDITIONS DE FILTRATION SUR LES PERFORMANCES DU BIOREACTEUR.	66
II-1 INFLUENCE DU RETROLAVAGE	66
II-1.1 <i>Expérience préliminaire (Albasi et al (2003))</i>	66
II-1.2 <i>Rétrolavage, perméabilité journalière et conditions biologiques</i>	68
II-1.3 <i>Rétrolavage et filtrabilité de la boue</i>	70
II-2 INTERET DU TEMPS DE NON FILTRATION	71
II-2.1 <i>Temps de relaxation et filtrabilité de la boue</i>	71
II-2.2 <i>Temps de relaxation filtrabilité et perméabilité instantanée.</i>	74
II-3 INFLUENCE DE L' AERATION GROSSE BULLE.....	77
II-3.1 <i>Etude préliminaire : influence d'un débit d'aération continue</i>	77
II-3.2 <i>Influence du mode d'aération</i>	78
II-4 SYNTHESE SUR L'INFLUENCE DU MODE DE FILTRATION.....	80
III DETERMINATION DU TYPE DE COLMATAGE ET DE SA NATURE EN FONCTION DU MODE DE FILTRATION	81
III-1 DETERMINATION DU TYPE DE COLMATAGE.....	81
III-2 DETERMINATION DE LA PART RELATIVE DE COLMATAGE REVERSIBLE ET IRREVERSIBLE.....	83
III-2.1 <i>Analyse de l'évolution de la perméabilité instantanée</i>	84
III-2.2 <i>Quantification de la part relative de colmatage réversible et irréversible</i>	85
III-3 SYNTHESE	89
IV AERATION ET FILTRABILITE.....	89
IV-1 PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET THEORIE	89
IV-2 RESULTATS	92
IV-2.1 <i>Expériences sans aération</i>	92
IV-2.2 <i>Test de filtration longue avec aération.</i>	95
IV-3 SYNTHESE SUR L'INFLUENCE DE L' AERATION	96
V CARACTERISATION DE LA BOUE	97
V-1 ASPECT DE LA BOUE. LIEN AVEC SA FILTRABILITE	97
V-2 INFLUENCE DE L' AGE DE BOUE SUR L' ETAT DE LA BOUE	99
V-3 INFLUENCE DU SURNAGEANT SUR LA CAPACITE DE COLMATAGE DE LA BOUE.....	100
V-3.1 <i>Lien entre DCO du surnageant et résistance à la filtration</i>	101
V-3.2 <i>Lien entre filtration du surnageant et âge de boue.</i>	102
V-4 SYNTHESE SUR LA CARACTERISATION DE LA BOUE	104
VI SYNTHESE GENERALE.....	105

CHAPITRE IV : CARACTERISATION HYDRODYNAMIQUE - INFLUENCE SUR LA FILTRABILITE DE LA BOUE

I INFLUENCE D'UNE AGITATION SUR LA FLOCCULATION

I-1 DEMARCHE SCIENTIFIQUE.....	110
I-2 RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	112
I-2.1 Analyse avec le Turbiscan Online.....	112
I-2.2 Analyse au granulomètre.....	113
I-2.3 Analyse de la DCO.....	114

II CARACTERISATION HYDRODYNAMIQUE PAR ANEMOMETRIE A FILM CHAUD..... 116

II-1 PROFIL DE VITESSE.....	116
II-2 EVALUATION DE L'EFFET INDUIT PAR UN TRAIN DE BULLES SUR LA FLOCCULATION.....	118
II-2.1 Caractérisation de l'effet de la turbulence dans un milieu triphasique : théorie.....	118
II-2.2 Résultats.....	121

III ANALYSE RHEOLOGIQUE..... 122

III-1 ETUDE PRELIMINAIRE- ETUDE DE LA THIXOTROPIE.....	123
III-1.1 Choix du rhéomètre.....	123
III-1.2 Choix de la géométrie.....	124
III-2 DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES D'ECOULEMENT DE LA BOUE.....	126
III-2.1 Viscosimétrie.....	126
III-2.2 Oscillation.....	126
III-2.3 Expériences avec contraintes en paliers.....	129
III-3 INFLUENCE D'UNE PERTURBATION HYDRODYNAMIQUE SUR LA PHYSIOLOGIE DE LA BOUE.....	131

V CONCLUSION..... 133

CHAPITRE V : APPLICATION AUX EAUX USEES DOMESTIQUES - CALCUL ENERGETIQUE

I RESULTATS DE FILTRATION SUR EFFLUENT DOMESTIQUE..... 139

I-1 INFLUENCE DES CONDITIONS DE FILTRATION.....	139
I-2 CARACTERISATION DE LA BOUE DE BRAX.....	143
I-2.1 Filtrabilité, DCO et Indice de boue.....	143
I-2.2 Conclusion et comparaison avec effluent synthétique.....	144
I-3 INFLUENCE DE L'AGITATION.....	145
I-3.1 Effet de l'agitation sur l'état de floculation.....	145
I-3.2 Rhéologie de la boue.....	146
I-3.3 Conclusion et comparaison avec effluent synthétique.....	148

II ETUDE ENERGETIQUE	149
II-1 CYCLES DE FILTRATION, DERIVE ET DEPENSE ENERGETIQUE	149
II-1.1 <i>Dépense liée à l'aération</i>	150
II-1.2 <i>Dépense liée à la filtration, au rétrolavage et au colmatage</i>	152
II-1.3 <i>Coût global</i>	153
II-2. DEPENSE ENERGETIQUE, CHANGEMENT DE MEMBRANE	154
III CONCLUSION	156
CONCLUSION GENERALE.....	158
NOMENCLATURE.....	166
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	172
ANNEXES	182

INTRODUCTION

Au cours des trente dernières années, les enjeux de l'eau se sont déplacés : on est passé d'une logique quantitative à une logique qualitative. L'eau est un bien précieux qu'il faut protéger. C'est un service sensible, essentiel pour la santé publique et le confort des populations. L'eau potable n'est pas celle qui tombe du ciel naturelle et gratuite. C'est l'eau du sous-sol où elle est stockée ; il faut alors aller la chercher puis la traiter. L'eau est ensuite distribuée, exploitée et utilisée par le consommateur pour être en partie rejetée. La boisson ne représente qu'environ 1 % de la consommation et la cuisine 6 %. L'essentiel est donc utilisé pour l'hygiène (60 % pour les bains et WC) et l'entretien. En collectivité les particuliers utilisent également beaucoup l'eau : 150 litres d'eau par jour et par lit à l'hôpital (c'est une moyenne modulable selon les pays), environ 100 m³ par jour pour une piscine municipale et de 5 à 10 litres par mètre carré pour arroser un jardin public. Une fois rejetée l'eau est dite « usée » et passe par un cycle d'assainissement. Le traitement rend l'eau adaptée à un rejet dans le milieu naturel.

D'ici fin 2005 toutes les eaux usées domestiques doivent être épurées, de façon privée ou collective, avant de repartir dans le milieu naturel. Suite à une directive européenne, la loi sur l'Eau de 1992 impose des normes sévères aux collectivités locales en matière d'assainissement. Un taux de dépollution des eaux usées de 65 % devra être atteint d'ici fin 2005. Or en 2003, en France il y avait environ 12000 stations d'épuration (Lyonnaise des Eaux). Le rendement moyen d'une station est de 73 % et seulement 68 % des eaux usées sont collectées. Le taux de dépollution n'est finalement en France que de 49 %. Pour augmenter ce taux une grande partie des 12000 stations en place devra subir des modifications afin d'augmenter leur capacité en volume, améliorer leur performance de traitement. Le développement d'un assainissement non collectif est aussi à prévoir.

On estime à 10 % la part de la population française concernée par l'assainissement individuel. Soit environ quatre millions d'installations situées essentiellement en milieu rural, mais également en zones urbaines ou semi-urbaines lorsqu'il s'agit d'éviter des raccordements coûteux. Cet assainissement non collectif doit répondre aux mêmes exigences de performance et de qualité de traitement que l'assainissement collectif. La loi sur l'eau et les arrêtés du 6 mai et du 3 décembre 1996 donnent une nouvelle responsabilité aux maires qui sont tenus d'assurer le contrôle des dispositifs d'assainissement non collectifs.

L'étude présentée ici fait partie d'un projet regroupant deux laboratoires universitaires de la Haute Garonne (LGC-ENSIACET et LIPE -INSA) et une PME toulousaine (Polymem), avec le soutien financier du Conseil régional Midi Pyrénées. Les objectifs scientifiques affichés du projet

s'inscrivent dans le contexte socio-économique actuel soucieux d'une économie des ressources naturelles et d'une préservation de l'environnement. Ce projet vise à développer un procédé de traitement des eaux usées domestiques par épuration biologique, associée à une séparation par filtration membranaire. L'objectif d'application vise plus particulièrement l'auto-assainissement, c'est-à-dire la conception d'unité capable de traiter environ 50m³/jour. Cet objectif de capacité se double d'un objectif technologique ; en effet il ne s'agit ici « que » de traiter une eau domestique « usée », qui ne prend pas encore une valeur ajoutée respectable. Il s'agit donc de s'en tenir à un procédé sobre et rustique, répondant tout de même à des critères de qualité, de rentabilité et de fiabilité. Dans ce contexte, les procédés à membrane, et plus particulièrement les bioréacteurs à membranes fibres creuses immergées semblent pouvoir prendre leur part de marché, moyennant une amélioration de leur capacité globale par une réelle maîtrise des paramètres opératoires et de leurs conséquences.

Chaque acteur de ce projet a alors une mission bien définie pour au final proposer des solutions au déblocage de ces verrous. Les actions peuvent être regroupées sous 5 axes :

Elaboration de fibres creuses. Cet axe consiste à la fabrication de membranes d'ultrafiltration et de microfiltration pour pouvoir comparer leur performance. Un choix sera fait ensuite sur un ou deux types de fibres.

Caractérisation de membranes en terme de porosité, perméabilité, charge de surface et vieillissement.

Caractérisation du fluide pour apprécier d'une part ses performances épuratoires et d'autre part son aptitude au colmatage.

Gestion du mode de filtration. en tenant compte des conditions de développement biologique.

Dimensionnement-Simulation dans le but de proposer un cahier des charges d'un prototype de station avec son évaluation économique.

Les deux premiers axes incombent plus particulièrement à l'industriel alors que les trois dernières tâches concernent davantage les deux laboratoires universitaires. La thématique des tâches 3 et 4 rappelle le besoin de connaître et comprendre les phénomènes régissant le colmatage d'une part et la nécessité d'évaluer les paramètres permettant de conduire le procédé au mieux tenant compte de ce colmatage d'autre part.

Ainsi, le LIPE a développé plus particulièrement une étude sur les mécanismes de production de boues (Massé (2004)) comparant des boues de Bioréacteur à membrane à des boues activées

classiques, ainsi qu'une étude plus particulièrement dédiée à l'hydrodynamique autour du faisceau de fibres creuses (Cabassud et al, 2004) (conception du faisceau, tailles des fibres, profil de filtration en perméation et rétrolavage, lien avec la formation du dépôt).

L'étude menée au LGC vise la caractérisation du milieu à filtrer par le choix de paramètres adéquats et la proposition de tests annexes au procédé pour identifier l'implication de la réaction biologique dans la filtrabilité de la liqueur mixte (Hernandez et al, 2005). Une autre partie de la tâche assignée au LGC, et qui constitue l'objet de ce document, vise l'optimisation des conditions opératoires liées à la filtration pour une gestion du procédé, étant donné un milieu filtrant de caractéristiques données. Les projets menés au LGC font donc l'objet de deux thèses débutées simultanément en 2002. Les expérimentations ont été menées en commun sur le même pilote, le choix des conditions opératoires a été fait en concertation de façon à suivre le plan de chacun des projets.

La démarche scientifique adoptée dans cette étude conduit à une répartition de ce manuscrit en cinq chapitres :

Dans le chapitre I, les principaux résultats des travaux de recherches effectués sur les Bioréacteurs à membranes (BAM) sont présentés. Cette partie permettra de poser les bases de la réflexion et ainsi se positionner. Ce chapitre se termine par un paragraphe qui décrit le positionnement de l'étude dans le contexte scientifique actuel.

Le chapitre II présente le pilote expérimental et ses conditions de fonctionnement. Les diverses analyses effectuées en parallèle sont aussi décrites.

Dans le chapitre III, l'influence des conditions de filtration (temps de filtration, temps de non filtration et séquence de rétrolavage et aération tangentielle) est abordée. L'efficacité de tous ces paramètres est discutée selon les caractéristiques du milieu biologique, la boue, lui conférant une aptitude donnée à être filtrée.

Le chapitre IV est focalisé sur l'effet de l'hydrodynamique sur l'état et la structure du milieu biologique. Après la caractérisation du profil de vitesse engendrée par l'aération dans le bioréacteur son effet sur la structure et le métabolisme du milieu biologique est ensuite discuté.

Les chapitres III et IV sont basés sur les résultats expérimentaux obtenus sur le pilote alimenté en effluent synthétique. Le chapitre V conclura cette étude par des essais effectués sur un effluent domestique prélevé en STEP. Les conditions opératoires proposées à l'issue des essais sur l'effluent synthétique seront validées. L'ensemble des résultats sera discuté d'un point de vue dépense énergétique.

A la fin de ce manuscrit, la conclusion rassemble les résultats essentiels et propose quelques voies possibles de poursuite des investigations.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans les eaux résiduaires la pollution peut prendre différentes formes. On distingue communément la pollution carbonée, azotée et phosphorée. L'élimination de ces composés nécessite un traitement bien défini. La première partie de ce rapport bibliographique consiste en une rapide synthèse des divers procédés existants pour traiter ces différents types de composés. Le positionnement de notre étude conclura cette partie.

I Les procédés à membrane dans le traitement biologique des eaux résiduaires (ERU)

I-1 Les procédés classiques de traitement des ERU.

Le procédé le plus répandu pour traiter tous les types de pollution est basé sur le concept du procédé par boue activée (figure I-1). Ce dernier est composé d'un bassin d'aération suivi d'un décanteur.

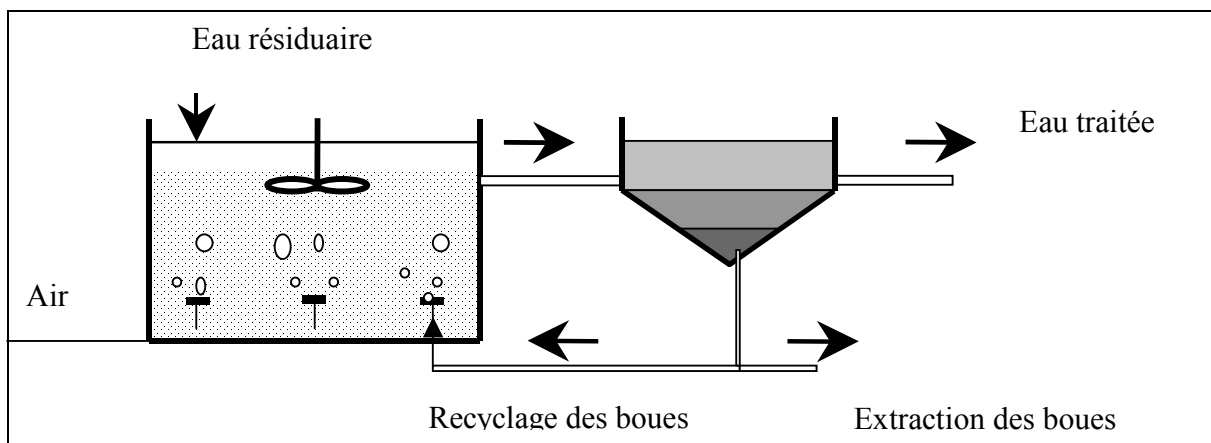


Figure I-1 : Principe du procédé de traitement des eaux par boue activée

Dans le bassin d'aération la biomasse épuratrice est mise en contact avec l'eau à traiter. On distingue alors différents types de procédé selon la finalité de l'épuration.

Pour la pollution carbonée, on exploite le métabolisme aérobie des microorganismes. La biomasse peut dans ce cas être soit en culture libre (boue activée, lagunage), soit en culture fixée (lit bactérien, biofiltre, disque biologique ou lit mobile).

Pour la pollution azotée, il est nécessaire afin d'éliminer tout l'azote de suivre une étape de nitrification et de dénitrification. Le procédé doit alors comporter une zone d'anoxie pour la dénitrification et une zone aérobie pour la nitrification. On trouve alors des procédés alliant deux

bassins successivement aéré ou pas (procédé Wuhrman, procédé Ludzack-Ettinger modifié ...) ou des procédés avec un seul bassin mais avec une aération séquencée.

Si on souhaite éliminer le phosphore deux voies se dessinent. La première consiste en une assimilation du phosphore par les microorganismes. Cela nécessite une bonne acclimatation des microorganismes aux phases d'aérobiose et d'anaérobiose. Mais la voie la plus utilisée de nos jours reste la voie physicochimique. Elle consiste en une précipitation du phosphore à l'aide d'agent tel que le chlorure d'aluminium ou le chlorure ferrique.

Dans tous les cas une seconde étape est indispensable pour séparer les microorganismes épurateurs de l'eau. Cette étape se fait généralement par sédimentation. Le dimensionnement du décanteur se fera selon l'objectif épuratoire.

Ces procédés classiques utilisés en grand nombre, ont montré leur robustesse, leurs plages d'action mais aussi leurs limites. Un des principaux points faibles de ce traitement réside dans la deuxième étape de séparation par décantation.

L'efficacité de cette étape est en effet très aléatoire du fait de sa dépendance au bon fonctionnement biologique. L'apparition de microorganismes filamenteux conduit par exemple au foisonnement de la boue et la rend par la même inapte à la décantation. La séparation biomasse – eau traitée résultante devient alors médiocre. L'eau ainsi produite ne peut alors satisfaire de manière constante aux normes de rejet fixées.

De nouveaux procédés ont donc émergé depuis quelques années pour assurer une clarification plus fiable. Pour cela un mode de séparation par membrane s'est substitué à la séparation par décantation. Néanmoins même si l'utilisation de membranes est déjà ancienne dans certaines applications (industrie laitière, BAM pour la production de médicament) leur utilisation à tous les effluents est encore entachée par leur renommée de « procédé coûteux » et parfois hasardeux ... Ce constat justifie le nombre d'études proposées autour de l'évaluation et de l'amélioration des performances de ce procédé.

I-2 Les procédés membranaires

Le tableau I-1 fait une synthèse des publications qui nous ont parues les plus significatives dans le domaine du traitement des eaux usées par BAM pendant ces dernières années. Quels types de membranes utiliser ? Sur quel effluent travailler ? Quels sont les paramètres les plus influents dans l'amélioration des performances globales du procédé ? Voilà autant de questions qu'il est nécessaire de se poser avant de débiter notre étude.

Analysons le tableau I-1 pour répondre à ces questions. On peut y trouver les auteurs des recherches, les types de bioréacteur ainsi que les membranes utilisées, le genre d'effluent employé et enfin le but général de l'étude. On développera chacun de ces points dans les parties qui suivent, A la suite de cette l'étude concernée ici sera décrite et la démarche scientifique présentée.

I-2.1 Types de bioréacteurs

Il existe deux types de bioréacteur : les bioréacteurs à membrane à boucle externe et les bioréacteurs à membrane immergée. Chronologiquement, les premières générations de bioréacteurs à membrane mettent en œuvre des membranes tubulaires organiques ou inorganiques placées dans des boucles externes de recirculation (Figure I-2). La biomasse circule à grande vitesse dans ces boucles de façon à limiter le colmatage des membranes et à réduire la fréquence des lavages chimiques. Mais la circulation induit une consommation énergétique qui amène ces procédés à des dépenses énergétiques élevées (de 10 à 50 kWh/m³) et qui ne sont pas admissibles quand il s'agit de traitement d'eaux usées (Gander et al. (2000)). Cette contrainte est une des raisons du développement de nouvelle configuration de réacteur à membrane.

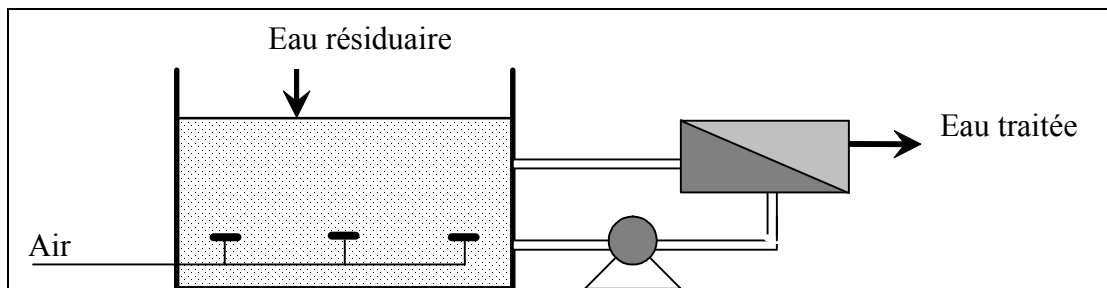


Figure I-2 : Schéma d'un bioréacteur à membrane à boucle externe (BAME)

Les bioréacteurs à membranes immergées (Figure I-3) sont donc apparus avec l'objectif de simplifier la mise en œuvre des systèmes et de réduire leurs coûts de fonctionnement. Dans cette nouvelle configuration, les membranes sont directement immergées dans les bassins contenant les boues biologiques et le perméat est soutiré par aspiration. Le travail est donc effectué en dépression et ne dépasse en général pas 0,5 bar au lieu de 1 bar voire plus pour les procédés à boucle externe. En conséquence la dépense énergétique associée au bioréacteur à membranes immergées ne dépasse pas les 0,2-0,4 kWh/m³ (Gander et al. (2000)). La grande majorité des études est désormais réalisée à partir de ce type de bioréacteur. Ces procédés ont en revanche une capacité de traitement plus faible que les BAME.

Auteur	Réacteur	Membrane	Effluent	But
Janusuthirak et al. (2002)	BAM	ESNA nanomembrane + GM ultramembrane	eau usée	Caractérisation de la matière organique de la boue
Bei et al. (2001)	B4ME	0,1 micron/PVDF/ fibres creuses	eau usée	Etude de l'impact des conditions opératoires (aération-agitation) sur les performances du procédé
Choi et al. (2005)	B4ME	micro et ultrafiltration/polyvinylidènefluoride/ plane	boue activée	Effet vitesse tangentielle sur les performances de la filtration. Comparaison entre micro et ultrafiltration
Gan(1999)	B4ME	0,22-0,35-1,3 micron/ ceramic/ tubulaire	boue sédimentée	Influence du choix de la membrane et des conditions opératoires (procédé)
Lodge et al. (2004)	B4ME	ultrafiltration/ polyethylene sulfone/ fibres creuses	au grise et eau usé	Caractérisation du colmatage pour différentes eaux
Ogier et al. (2002)	B4ME	0,05 micron/ céramique/ tubulaire	eau synthétique	Etude du colmatage à court et long terme
Parameswaran et al. (2000)	B4ME	0,2 micron/ polypropylene/ fibres creuses	eaux usées	Etude des performances d'un réacteur (dead end test et cross flow cycle)
Shon et al. (2005)	B4ME	ultrafiltration/ polysulfone sulfate/ plane	eau synthétique	Etude de la floculation comme prétraitement de la filtration
Tardieu et al. (1999)	B4ME	0,02 micron/ céramique/ tubulaire	eau usée	Influence de l'hydrodynamique sur le colmatage
Wisniewski et al. (1998)	B4ME	0,2 micron/ alumine/ tubulaire	boue activée	Effet du cisaillement sur la distribution granulométrique d'une boue
		0,05 micron/ zirconium/ tubulaire		
Zhang et al. (2003)	B4ME	0,2 micron/PESPVP/ fibre transversale	eau usée	Etude d'un concept novateur de membrane minimisant la dépense énergétique
Albani et al. (2002)	BAM	micro et ultrafiltration/ polysulfone/ fibres creuses	boue	Aide au choix des membranes et des conditions de filtration
Bouhabila et al. (2001)	BAM	0,1 micron/ polysulfone/ fibres creuses	eau synthétique	Caractérisation du colmatage influence aération rétro lavage âge de boue
Chang et al. (2002)	BAM	0,2 micron/ polyether sulfone/ tubulaire	eau usée	Effet du système d'aération sur le décolmatage de la membrane
Choi et al. (2003)	BAM	0,4 micron/ polyolefine/ plane	eau usée	Etude de l'importance des particules dans le colmatage . Comparaison entre un système aéré et un système agité
Chua et al. (2002)	BAM	0,4 micron/ Kubota/ plane	eau synthétique	Intérêt des conditions synopées pour le contrôle du colmatage
Delgub et al. (2002)	BAM	0,03 micron/ Zenon composite/ fibres creuses	eau usée	Influence des conditions opératoires (ajout coagulant) sur la qualité de l'eau en sortie
Fane et al. (2002)	BAM	0,2 micron/ polypropylene/ fibres creuses	levures (yeast)	Test de plusieurs configurations de membrane
Gu et al. (2002)	BAM	0,1 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau usée	Etude des conditions opératoires (MESTF aération flux) sur le colmatage
Haser et al. (2004)	BAM	0,03 micron// plane	boue activée	Etude rhéologique
Hong et al. (2002)	BAM	micro et ultrafiltration/ polysulfone/ fibres creuses	eau synthétique	Etude du colmatage pour différentes conditions opératoires
Huang et al. (2001)	BAM	0,1 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau domestique	Etude de l'effet de l'âge de boue sur le comportement microbien
Kang et al. (2003)	BAM	0,1 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau synthétique	Impact de la DO et de la résistance sur la filtrabilité
Lee et al. (2001)	BAM	0,1 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau usée synthétique	Comparaison des performances d'un BAM avec microorganismes fixés ou libres
Lee et al. (2003)	BAM	0,4 micron/ polypropylene/ fibres creuses	eau synthétique	Rôle des différentes parties de la boue dans le colmatage d'une membrane d'ultrafiltration
Liu et al. (2003)	BAM	0,4 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau synthétique	Effet hydrodynamique sur l' accumulation de la boue
Orantes et al. (2003)	BAM	0,1 micro/ polysulfone/ fibres creuses	eau usée synthétique	Etudier influence charge massique en rétention de boue total
Rosenberg et al. (2002)	BAM	0,2 micron/ polysulfone/ fibres creuses	eau usée	Etude des performances et de la stabilité d'un BAM à long terme
Shim et al. (2002)	BAM	0,4 micron/ chlorinate polyethylene/ plane	eau usée synthétique	Test de 3 réacteurs pour étudier influence géométrie
Sofia et al. (2004)	BAM	microfiltration 0,4 micron/ polyolefine/ plane	eau domestique	Minimisation du colmatage par les bulles et étude de l'efficacité de différents types de lavage
Wen et al. (1999)	ABAM	0,03 micron/ polyethylene/ fibres creuses	eau domestique	Etude des performances d'un ABAM

ABAMI bioréacteur à membranes immergées anaérobie

Tableau I-1 Récapitulatif des principales études sur les bioréacteurs à membranes. (Auteurs, Type de membrane, effluent et but de l'étude)

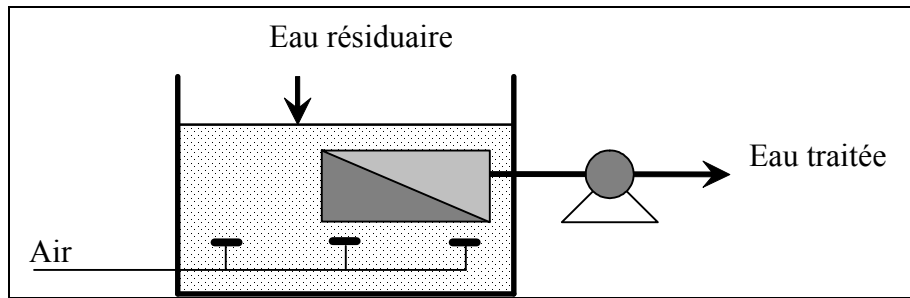


Figure I-3 : Schéma d'un bioréacteur à membrane immergée (BAMI)

I-2.2 Module membranaire

Dans les deux cas, plusieurs types de modules membranaires peuvent être utilisés, classiquement rassemblés en trois grands groupes :

- Les fibres creuses. Elles sont souples et peuvent être organisées selon plusieurs schémas : en faisceau tendu, en faisceau bouclé, en nappes verticales ou horizontales.
- Les membranes tubulaires minérales ou céramiques
- Les membranes planes organiques.

Les membranes en fibres creuses sont aujourd'hui les plus répandues car elles autorisent une facilité de modulation dans leur configuration et permettent ainsi d'optimiser les performances du procédé. Ce point sera plus particulièrement développé ultérieurement (§ III-2). Elles sont également les moins chères à la fabrication.

D'un point de vue seuil de coupure, le tableau I-1 montre que la microfiltration est la plage de filtration la plus utilisée mais dans un domaine proche de l'ultrafiltration. L'ordre de grandeur est le micromètre. Les travaux comparant l'ultrafiltration à la microfiltration (Albasi et al. (2002), Hong et al. (2002), Choi et al. (2005)) montrent que l'ultrafiltration ou du moins la "petite microfiltration" conduit à un colmatage moindre. La taille des pores dans ce cas permet en effet d'éviter l'accumulation de particules à l'intérieur de la membrane.

Par ailleurs, on peut remarquer (tableau I-1) que les matériaux des membranes diffèrent. Le matériau utilisé pour la fabrication d'une grande majorité de membranes est tout de même en polymère à base de polysulfone ou de polyéthylène. L'importance de ces matériaux sera discutée dans la partie II-2 de ce chapitre.

I-2.3 Effluent

Ces études ont été réalisées aussi bien avec de l'eau usée qu'avec un effluent synthétique. L'orientation vers l'un ou l'autre des effluents dépend de l'objectif d'étude. Ainsi, les eaux usées restent tout de même l'effluent de choix pour une parfaite validation des résultats, notamment pour les études basées sur l'impact des composés présents dans l'effluent et dans la liqueur mixte sur les performances du bioréacteur. Alors que l'effluent synthétique est souvent préférée probablement pour des raisons de disponibilité, mais aussi afin de travailler dans des conditions opératoires maîtrisées (âge de boue, charge, hydrodynamique).

I-2.4 Principaux objectifs des recherches effectuées sur les BAMs

Si on analyse plus particulièrement les thématiques des études menées sur les bioréacteurs à membranes on s'aperçoit qu'on peut les classer selon deux grands axes.

Le premier regroupe tout ce qui concerne la caractérisation du milieu colmatant. On y trouve des recherches sur les composés constituant le milieu colmatant, des études sur l'influence de la taille ou de la nature de ces différents composés sur le colmatage et l'évolution de ce milieu en fonction des conditions opératoires imposées (âge de boue, charge massique, cisaillement...).

Le deuxième grand axe concerne l'impact des paramètres procédé sur le colmatage avec des recherches sur le choix du type de membrane, sur les moyens de prévenir le colmatage (aération, agitation, conditions de filtration) ou sur les effets des conditions opératoires sur le développement du colmatage (flux, concentration en MES, ajout de coagulant ...).

L'analyse de ces différentes thématiques montre que le colmatage est au centre des préoccupations. C'est en effet le verrou majeur quant au développement des procédés membranaires. Deux questions se démarquent clairement :

- 1) Comment est ce que le colmatage se forme et se développe ?
- 2) Quelles sont les conditions de filtration conduisant à un colmatage moindre ?

Pour poser la base de l'étude, une synthèse bibliographique plus spécifique a été menée sur la caractérisation du colmatage (partie II) et sur l'influence du mode et des conditions de filtration d'autre part (partie III)

II Caractérisation du colmatage

II-1 Composition et structure de la liqueur mixte. Généralités

Le milieu présent dans les bioréacteurs à membrane est communément appelé boue activée ou liqueur mixte. Une photo d'un échantillon de boue activée prise au microscope est présentée sur la figure I-4. Cette liqueur mixte est un milieu non homogène comportant une fraction solide et une fraction liquide.

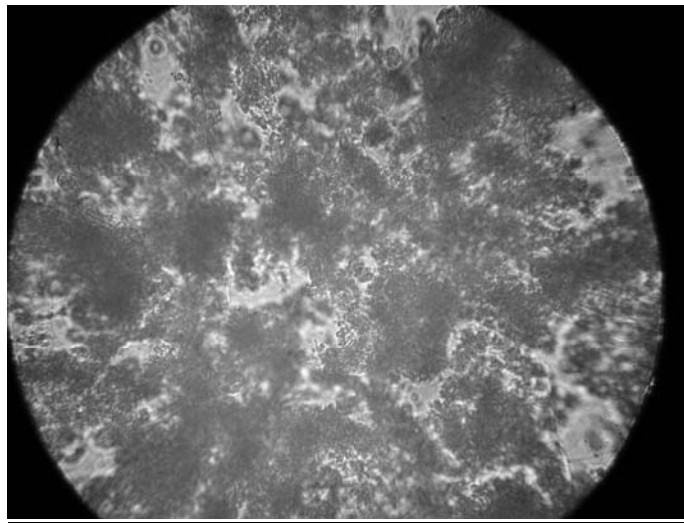


Figure I-4 Photo d'un échantillon d'une boue activée prise au microscope (grossissement de 200).

La fraction solide est constituée par des agglomérats de bactéries désignés sous le nom de floc microbien. Dans les conditions d'une eau usée, les bactéries sont sous-alimentées et pour mieux résister, elles vont sécréter des polymères exocellulaires composés principalement d'un mélange de polysides. Grâce à ce polymère, les bactéries peuvent adhérer les unes aux autres et ainsi former le floc. Elles peuvent alors retenir et adsorber les substances nutritives de l'eau usée. Si cette structure est essentielle pour une bonne épuration, elle joue également un rôle primordial dans le colmatage.

La partie liquide ou surnageant est composée de colloïdes et de substances dissoutes qui participent aussi amplement au colmatage. Les substances dissoutes proviennent à la fois de l'effluent à traiter mais aussi du métabolisme bactérien. On y trouve notamment des polymères extracellulaires (sucres, protéines, acides humiques...) qui sont reconnus comme des substances à haut pouvoir colmatant, en particulier les sucres et les protéines qui sont les composés les plus

répandus dans ces polymères (Bura et al. (1998)). L'importance de la partie liquide et de ses composés dans le colmatage sera discutée dans la partie III-3 de ce chapitre.

II-2 Le colmatage

II-2.1 Mécanismes de colmatage

On distingue communément deux grands types de colmatage. Le colmatage réversible et le colmatage irréversible. Le premier correspond à un colmatage qui peut être éliminé in situ par différents moyens mécaniques explicités dans la partie III alors que le colmatage irréversible nécessite obligatoirement un lavage chimique de la membrane.

Hermia (1982) a proposé une classification plus précise des types de colmatage basée sur la comparaison entre la taille des pores de la membrane et celle des particules. Cette classification reste aujourd'hui très utilisée.

Si la taille des particules est supérieure à celle des pores un colmatage en surface dit colmatage par gâteau se produit.

Si la taille des particules est largement inférieure à celle des pores, les particules vont entrer à l'intérieur de la membrane réduisant progressivement la taille des pores jusqu'à les boucher totalement. C'est ce qu'Hermia appelle le bouchage de pore. Il s'en suit une réduction de la surface poreuse de la membrane.

Si la taille des particules est similaire à celle des pores un phénomène de blocage de pore se produit. Ce phénomène de blocage conduit à une diminution de la surface filtrante de la membrane.

On peut également associer à ces différents types de colmatage des phénomènes de maintien de la matière à la membrane : adsorption et polarisation de concentration. Ces deux derniers phénomènes ne font pas directement intervenir la taille des floes mais plutôt les interactions entre les floes et la membrane.

L'adsorption est un phénomène irréversible du aux interactions physico-chimiques entre les floes et la membrane. Elle correspond à la formation d'une ou de plusieurs couches moléculaires à la surface ou à l'intérieur de la surface membranaire. Il y a alors un changement de densité et de taille des pores de la membrane. L'adsorption ne peut pas être éliminée par des méthodes physiques et nécessite alors un lavage chimique adapté.

La polarisation de concentration résulte de l'accumulation de substances dissoutes telles que des sels ou des macromolécules à la surface de la membrane, induisant dès le début de la filtration un gradient de concentration entre la paroi de la membrane et la solution. Un équilibre entre l'apport de matière par le flux convectif (sous l'action du flux de perméat) et la rétrodiffusion (sous l'effet du gradient de diffusion) s'établit pour donner lieu à la polarisation de concentration.

Les mécanismes les plus cités dans la littérature sont le colmatage par gâteau et le colmatage interne avec mise en évidence de phénomène d'adsorption ou de bouchage de pores.

Mais souvent le colmatage ne peut être réduit à un seul type. Le colmatage dans sa globalité est souvent une succession des mécanismes présentés ci-dessus. Grenier et al. (2003) ont proposé un protocole qui sera détaillé dans le chapitre II « matériel et méthode » afin de suivre justement cette succession de phénomènes.

II-2.2 Formulation mathématique

Pour expliciter le colmatage, la loi de Darcy associée au modèle de résistances en série est largement utilisée.

En l'absence de colmatage, pour la filtration d'un solvant pur (eau), le flux de perméat J peut être représenté par la loi de Darcy (Equation I-1) (Darcy (1856)) :

$$J = \frac{\Delta P}{\mu R_m} \quad \text{Equation I-1}$$

Avec, J (m/s)	densité de flux
ΔP (Pa)	pression transmembranaire
μ (Pa.s)	viscosité dynamique du perméat
R_m (m ⁻¹)	résistance hydraulique de la membrane

Lorsque la membrane se colmate, une résistance supplémentaire R_c s'ajoute à la résistance de la membrane R_m (modèle des résistances en série). La loi de Darcy s'écrit alors selon l'équation I-2

$$J = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_c)} \quad \text{Equation I-2}$$

Le terme R_c inclut les résistances dues à l'adsorption R_a , au dépôt réversible ou irréversible R_d , à la couche limite de polarisation R_{pol} . (Equation I-3)

$$R_c = R_a + R_d + R_{pol}$$

Equation I-3

Cette formulation mathématique est relativement simple. Pourtant, un des objectifs de ces procédés étant de rester rustique, cette formulation permet de rendre bien compte du phénomène de colmatage se produisant sur les membranes des BAMI.

II-3 Influence relative des différentes parties de la liqueur mixte dans le colmatage

II-3.1 Influence du surnageant

Defrance et al. (1999) ont rapporté que dans un bioréacteur à membrane, traitant de l'eau domestique à un âge de boue de 60 jours, le surnageant contribuait à la hauteur de 35 % du colmatage total de la membrane en céramique.

Bouhabila et al. (2001) ont obtenu une contribution du surnageant de 76 % dans un bioréacteur à membrane fibres creuses alimenté en eau synthétique à un âge de boue de 20 jours.

Lee et al. (2003) ont quant à eux caractérisé d'une manière physiologique et biologique (hydrophobicité, charge de surface et activité microbienne) une liqueur mixte provenant d'un bioréacteur à membrane fibres creuses immergée alimentée en eau synthétique. Ils ont ainsi démontré que le surnageant contribuait à 37 %, 28% et 29 % du colmatage pour des âges de boue respectifs de 20, 40 et 60 jours. Ils ont également montré que ce sont les substances extracellulaires qui procuraient au surnageant son pouvoir colmatant. L'importance de ces composés dans la part de colmatage du surnageant est soulignée par ailleurs par de nombreux auteurs (Nagaoka et al. (1996), Chang et al. (1998), Cho et al. (2002), Shon et al. (2004)).

Si on compare ces différents travaux, on peut noter que pour des conditions biologiques a priori similaires, du moins en âges de boue, les résultats diffèrent. La part de colmatage induit par le surnageant peut ainsi varier de 37 à 76 % pour un âge de boue de 20 jours et de 29 à 35 % pour un âge de boue de 60 jours selon les auteurs.

Les différences entre les résultats obtenus peuvent avoir diverses origines. Même si l'âge de boue est similaire, les caractéristiques de l'effluent sont dans la majorité des cas propres à chaque étude et les conditions d'aération peuvent également être différentes.

II-3.2 Influence de la concentration en matière solide

L'influence de la concentration en matière solide a fait l'objet de nombreuses recherches mais les avis divergent là aussi quant aux conclusions.

On pourrait dans un premier temps penser qu'une augmentation de la matière solide engendrerait une augmentation du colmatage. Pourtant, Hong et al. (2002) n'observent aucune différence dans la diminution du flux de filtration pour une augmentation de la concentration en biomasse de 3,6 à 8,4 g/L dans un bioréacteur à membrane fibres creuses immergée. Defrance et al. (1999) aboutissent à des résultats similaires pour une gamme de concentration de 2 à 6 g/L.

D'autres montrent que sur une plage de concentrations bien définie aucun effet n'est observable, mais qu'au-delà d'une valeur limite, le colmatage dû à la matière solide devient significatif : Le-Clech et al. (2003) trouvent par exemple que le colmatage devient significatif quand la concentration en biomasse passe de 8 g/L à 12 g/L. En dessous de 8 g/L ils n'observent aucune différence.

Les travaux de Lee et al (2001) montrent au contraire qu'une augmentation de la concentration en matière solide engendre une diminution du colmatage. Ils expliquent ce phénomène par la capacité des matières en suspension à former une couche protectrice à la surface de la membrane. Cette couche permet en effet de limiter l'apport de matières solubles colmatantes à la membrane. La perméabilité intrinsèque de la membrane s'en trouve alors préservée. Ainsi une augmentation de la concentration de 2 g/L à 3 g/L et 5 g/L engendre respectivement une augmentation de la pression opératoire de 346,7 Pa/h, 185,7 Pa/h et 100 Pa/h.

La variation dans les résultats obtenus ci-dessus peut s'expliquer par la différence dans le choix du matériau membranaire choisi ou bien par la différence dans la qualité de l'effluent

La comparaison des divers travaux réalisés dans le but de définir l'importance de la fraction liquide ou solide dans le colmatage est délicate voire contradictoire. Il est alors difficile d'apporter une conclusion sur l'influence de ces facteurs.

Il est tout de même important de connaître la part relative de ces multiples facteurs dans le développement du colmatage. De là va en effet dépendre une grande partie de la stratégie de gestion des conditions et du mode de filtration. Une caractérisation de chaque fraction sera donc réalisée de façon systématique tout au long de cette étude.

II-4 Rhéologie de la boue activée

Selon la structure et les propriétés des floes, la nature et les caractéristiques de colmatage sont différentes. La description des mécanismes intervenant dans les phénomènes de floculation ainsi que les modèles descriptifs de la structure des floes présentent donc un fort intérêt dans l'optique d'une meilleure appréhension de leurs propriétés. Les mesures rhéologiques s'inscrivent dans ce cadre. Elles sont utilisées afin de déterminer la cinématique d'un milieu sous l'action de contraintes. En particulier une des principales applications de la rhéométrie est la détermination de la viscosité des matériaux dans différentes conditions et sous l'influence de contraintes variables.

II-4.1 Théorie

La contrainte de cisaillement (τ) est la grandeur fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches adjacentes au contact l'une de l'autre se déplacent tangentiellement l'une par rapport à l'autre. La rapidité de l'écoulement est subordonnée à la résistance interne du liquide, c'est-à-dire sa viscosité.

Le lien entre le tenseur des vitesses de déformation (soit la vitesse de cisaillement γ en écoulement de cisaillement simple) et le tenseur des contraintes (la contrainte de cisaillement τ_{xy} en particulier) détermine la capacité d'écoulement d'un fluide. Celui-ci dépend de quatre paramètres indépendants :

- la nature physico-chimique du produit
- la température du produit
- la pression
- le temps

On classe en général les fluides en grandes catégories :

- les fluides newtoniens définis par leur seule viscosité qui est constante à une température donnée.
- Les fluides newtoniens généralisés qui obéissent à la même loi de comportement que précédemment mais avec une viscosité variant avec la cinématique.
- Les fluides viscoplastiques (ou fluide à seuil) qui ne s'écoulent pas lorsque les contraintes sont inférieures à un seuil caractéristique. Pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement, ces fluides ont un comportement élastique : ils se déforment à

l'application de la contrainte puis restent dans cet état déformé si la contrainte est maintenue.

- Les fluides viscoélastiques, fluides à la fois visqueux et élastiques (quels que soient le champ de contrainte auquel ils sont soumis). Ils sont en général rhéofluidifiant ($\eta(\dot{\gamma})$ fonction décroissante de $\dot{\gamma}$). Mais la donnée de la seule viscosité $\eta(\dot{\gamma})$ ne suffit pas à les caractériser. Il faut compléter au minimum par des analyses en oscillation (cf. chapitre II) pour déterminer le module complexe ($G'(\omega)$ et $G''(\omega)$).
- Les fluides à comportement dépendant explicitement du temps. Les fluides thixotropes en sont un parfait exemple.

On peut schématiser ces différents comportements à l'écoulement selon la figure I-5

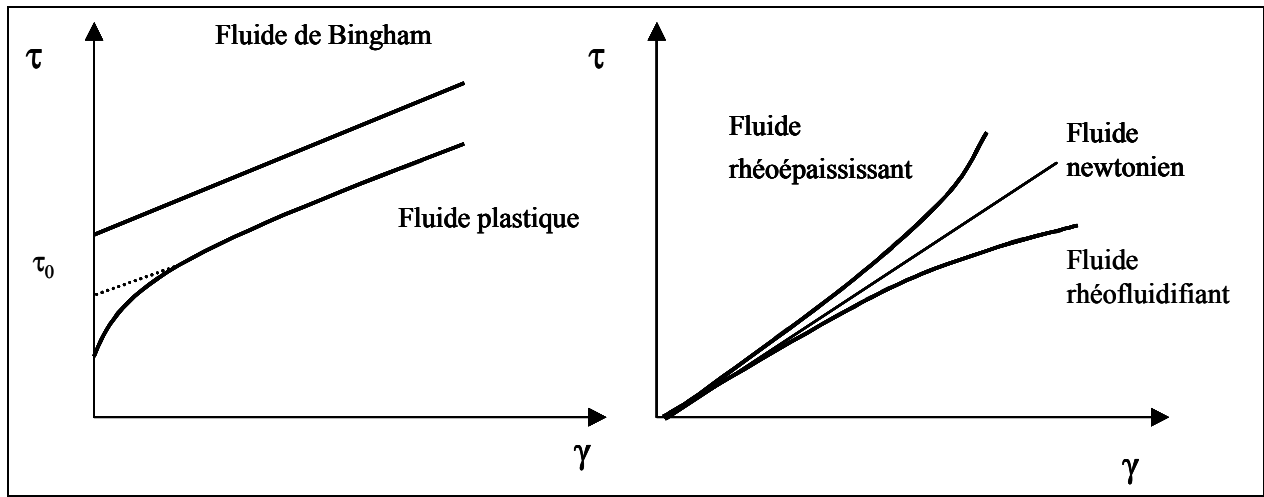


Figure I-5 Schéma des différents modèles d'écoulement d'un fluide (représentation linéaire)

Les modèles mathématiques associés à ces différents comportements sont répertoriés dans le tableau I-2.

Nature du fluide	Modele	formulation mathématique
newtonien	Newton	$\tau = K \dot{\gamma}$
pseudoplastique	Ostwald de Waele	$\tau = K_{Odw} \dot{\gamma}^n$
plastique	Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta_B \dot{\gamma}$
plastique	Herschel Bulkley	$\tau = \tau_0 + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$

Tableau I-2 : Expressions mathématiques associées au comportement à l'écoulement d'un fluide

II-4.2 Rhéologie de la boue activée

La boue activée est une suspension qui montre un comportement non newtonien (Guibaud et al. (2003)). Tixier (2003) en reconnaît quatre types distincts :

Comportement rhéofluidifiants

Selon ce modèle, la viscosité de la boue décroît avec l'augmentation de la vitesse du cisaillement. Dans ce cas le modèle mathématique d'Oswald de Waele est le plus souvent utilisé. On a aussi constaté que le caractère fluidifiant de la boue devient plus évident avec l'augmentation de la concentration de boue.

Comportement viscoplastiques

Pour la boue activée, la bibliographie reporte une large utilisation de cette relation. Les modèles de Bingham et de Hershell-Bulkley sont les plus employés pour décrire ce comportement de fluide plastique. Plus la concentration volumique en matière en suspension augmente, plus la relation d'Herschel Buckley est utilisée préférentiellement. Toutefois la détermination des paramètres présents dans les équations tels que la valeur de la contrainte seuil τ_0 ou l'indice de consistance K , reste très différente selon les études considérées. Les résultats obtenus sont donc assez irréguliers notamment pour la valeur du seuil d'écoulement.

Fluides thixotropes

Dans le cas de fluides thixotropes le comportement de fluides dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de la durée du cisaillement. Dans ces conditions, la viscosité apparente n'est plus fixée pour une valeur donnée de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement mais dépend également du paramètre temps. D'après Tixier (2003), en appliquant un cycle de cisaillement montée-palier-descente (cisaillement croissant-cisaillement constant-cisaillement décroissant) le cisaillement induit une déstructuration. On observe des courbes montée-descente non superposées. Lorsqu'un fluide thixotrope est soumis à un cisaillement après une période de repos, sa structure se désorganise peu à peu et sa viscosité apparente décroît avec le temps. Le caractère thixotrope comporte aussi la réversibilité de cette déstructuration.

Certains auteurs montrent un caractère fortement thixotrope pour des boues qui présentent une structure filamenteuse (Tixier 2003).

Fluides viscoélastiques

Assez peu d'études menées sur des boues mentionnent des comportements viscoélastiques sauf pour le cas de boues à forte teneur en matière solide.

L'analyse rhéologique de la boue est intéressante car elle permet une caractérisation simple et efficace des propriétés d'écoulement de la boue en tenant compte de l'ensemble de sa structure, ce qui peut être utile dans l'optique de la gestion du procédé. Dans le contexte de la filtration de la boue, ses propriétés rhéologiques vont induire des stratégies opératoires différentes.

Par exemple, si la boue possède des propriétés viscoplastiques, l'intérêt de travailler dans des gammes de contraintes faibles ou du moins voisins du seuil d'écoulement prend tout son sens, puisque la boue pourra se restructurer.

II-5 Synthèse sur le colmatage

Cette première partie de synthèse bibliographique sur la caractérisation du colmatage a permis de souligner différents points :

- La boue est un milieu complexe composée de floccs bactériens (partie solide) dans un ensemble liquide contenant aussi des colloïdes et des substances dissoutes. Ces deux fractions interviennent toutes les deux dans le colmatage de la membrane.

- La boue activée peut être qualifiée par sa rhéologie qui est un moyen de caractérisation global tenant compte de sa structure et de sa composition. Selon ces éléments, différents types de colmatages peuvent se produire.

Retenir la simple caractérisation de la liqueur mixte pour expliquer le colmatage serait réducteur. Les conditions de filtration vont également jouer un rôle majeur dans le développement du colmatage. On retiendra ici que deux forces s'opposent. Lors de la filtration une force attractive générée par la pompe de succion va favoriser le colmatage. Les paramètres augmentant l'effet de cette force attractive sont en particulier le temps de filtration, le flux de filtration et la concentration en MES. Opposée à cette force, une force rétrodiffusive tend à limiter le dépôt de particules à la surface de la membrane et/ou à évacuer les matières déposées. Cette force est gouvernée par l'intensité de l'aération, le rétrolavage et le temps de non filtration.

Un schéma représentatif des différents types de mécanismes et des facteurs intervenant dans le colmatage est représenté sur la figure I-6.

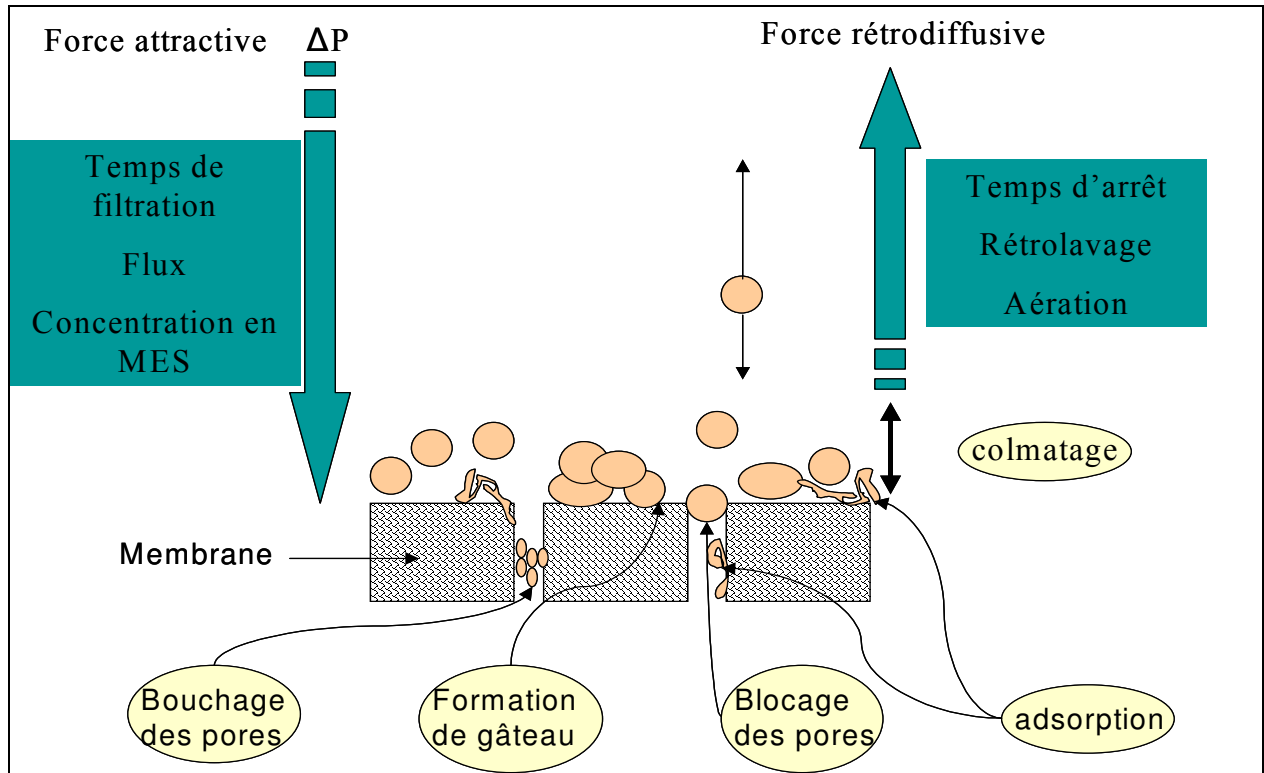


Figure I-6 : Schéma des différents mécanismes de colmatage.

On rappelle que l'objectif premier de cette étude est justement de proposer une stratégie de gestion des conditions de filtration. On se propose donc avant de présenter les résultats obtenus à ce sujet de relater les différentes recherches mentionnant le rôle et l'influence du mode de filtration sur le développement du colmatage.

III Rôle du mode et des conditions opératoires dans le développement du colmatage

III-1 Flux de filtration.

Un des premiers paramètres qui intervient dans le colmatage est le flux de filtration. En effet la vitesse de colmatage est directement liée à l'apport de matière à la surface de la membrane. Le choix du flux de filtration est donc primordial.

On trouve dans la littérature la notion de flux critique (Field et al. (1995), Choo et al. (1998)). Le flux critique est le flux en dessous duquel aucun colmatage ne se produit. Mais cette notion est très controversée dans le cas de la filtration de boues biologiques.

Le-Clech et al. (2003) démontrent clairement que la notion de flux critique ne peut être utilisée dans les BAMs. Ils ont en effet observé une augmentation de la pression transmembranaire quel que soit le flux imposé, ce qui prouve l'existence d'un colmatage, aussi infime soit-il. Pour le plus petit flux testé de 2 L/h.m², ils ont observé une augmentation de 0,04 bar/j (testé sur 15 minutes). En réalité l'augmentation de la pression transmembranaire reste faible jusqu'à un flux de 10 L/h.m². Le-Clech et al. parlent alors de "flux durable" pour ces conditions. Mais ce flux n'est déterminé qu'à partir d'expériences de courtes durées et comme le mentionnent ces auteurs ce flux pourrait engendrer un colmatage non négligeable pour des périodes de fonctionnement plus longues.

Yu et al. (2003) ainsi que Ognier et al. (2004) qui ont suivi l'évolution de la pression transmembranaire sur des temps plus longs que Le-Clech et al., font mention dans leurs études d'une rupture de pente dans cette évolution. Une faible croissance est observée avant d'enregistrer une forte hausse de cette pression au bout de plusieurs jours d'expérience. Ces auteurs expliquent ce phénomène par un colmatage progressif. Ils expliquent que la notion de flux critique ne semble pas être valable pour des expériences à long terme. En réalité, ils supposent que malgré le choix initial d'un flux de filtration inférieur au flux critique, une diminution des pores se produit réduisant progressivement la surface filtrante de la membrane. Le flux initialement inférieur au flux critique devient localement supérieur à ce dernier. Il en résulte la formation d'un gâteau certes réversible mais qui engendre un changement brutal de l'évolution de la pression transmembranaire. Cho et al. (2002) ont observé également le même phénomène et en font la même interprétation en précisant que la réduction de la filtrabilité de la membrane est due au dépôt des polymères extracellulaires.

Au final il semble que, quel que soit le flux choisi, on ne peut éviter le phénomène de colmatage. Dans le cadre de notre étude l'ensemble du travail sera effectué au même flux considéré comme durable (voir chapitre II). On comparera les résultats alors obtenus avec ceux présentés ci-dessus.

III-2 Conception et matériau du module dans les bioréacteurs à membranes immergées

Fane et al. (2002) se sont penchés sur les caractéristiques du module membranaire. Ils montrent que la conception même du module exerce un effet majeur sur les performances d'un bioréacteur à membrane fibres creuses immergées. Ils ont alors testé différentes géométries de module en étudiant plus particulièrement l'effet de l'orientation des fibres ainsi que leurs diamètres. Ils montrent ainsi qu'il est préférable d'utiliser de petites fibres orientées verticalement et avec un faible diamètre. Il paraît également important que le module soit flexible. Tous ces paramètres permettent en effet dans un premier temps de limiter le dépôt sur et dans la membrane et dans un second temps d'améliorer l'efficacité des conditions opératoires favorisant l'évacuation de ce dépôt. Une telle conception permet entre autre une bonne agitation des fibres par les bulles et ainsi limite ou relargue le dépôt plus aisément.

Hong et al. (2002) constatent également que l'utilisation d'un module à fibres libres est plus intéressante qu'un module à fibres tendues. Ils obtiennent en effet dans le premier cas une chute de flux de perméation de 65 % alors qu'avec la deuxième configuration cette chute atteint 75 %.

Chang et Lee (1998) ont comparé le comportement à la filtration de deux membranes de matériau différent pour différentes qualités de boue. Ils observent un colmatage plus prononcé quand la membrane la plus hydrophobe est utilisée. Les interactions entre solutés hydrophobes présents dans le milieu et la membrane sont à l'origine de ces résultats.

Le matériau et la conception du module revêtent donc une importance primordiale puisque de lui va dépendre la capacité d'adsorption de la boue mais également de la possibilité de formation du gâteau. Avec des fibres libres, le gâteau aura davantage de mal à se fixer qu'avec des fibres tendues.

Nous avons alors opté dans notre étude pour des fibres creuses en polysulfone en faisceaux libres mais aucune étude particulière ou comparaison avec une autre configuration n'a ensuite été effectuée à ce sujet.

III-3 Conditions de filtration non continue

III-3.1 Filtration intermittente.

Chua et al (2002), Hong et al. (2002) expliquent que l'intérêt indéniable de travailler dans des conditions non continues réside dans le fait que pendant la phase de non-filtration les particules non irréversiblement attachées à la membrane peuvent être plus facilement détachées. Elles

peuvent même migrer par simple diffusion du fait du gradient de concentration présent dans le milieu.

On peut supposer que selon la nature du fluide, son pouvoir colmatant et le flux imposé, le séquençage de la filtration va être différent.

Ainsi Ahn et al. (2000) préconisent pour un débit de filtration de 6 L/h un séquençage de 10 minutes de filtration pour 2 minutes d'arrêt pour traiter de l'eau usée, ce qui leur permet de pouvoir travailler 77 jours sans interruption. Ces mêmes auteurs remarquent également que ce n'est pas le rapport entre le temps de filtration et le temps d'arrêt qui importe mais bien la valeur de ces différents temps. Ainsi une filtration de 10 minutes suivies de 30 secondes d'arrêt (rapport de 20) conduisent à un colmatage moindre que 30 minutes de filtration suivies de 2 minutes d'arrêt (rapport de 15). Ahn et al. (2000) expliquent ce résultat par le fait que le temps de filtration, s'il est trop long, peut amener à un changement dans la structuration du dépôt le rendant plus dense et donc à pouvoir colmatant plus fort.

Wen et al. (1999) ont traité de l'eau domestique selon une séquence de 4 minutes de filtration à 1,5 L/h suivi d'une minute d'arrêt pendant 15 jours consécutifs. Albasi et al. (2002) ont étudié l'influence de différents cycles de filtration sur des membranes en polysulfone de différentes porosités pour la filtration de boue activée en vue de proposer des conditions opératoires adaptées au traitement d'eaux résiduaires urbaines. Ils assurent que pour une microfiltration à 6 L/h un séquençage de 10 minutes de filtration suivi de 5 minutes d'arrêt permet d'éviter un fort colmatage.

Là aussi les résultats divergent mais ceci est dû aux différents débits de filtration utilisés ainsi que vraisemblablement à la qualité de la boue de chaque expérience. On retiendra tout de même que dans le cas de filtration intermittente les temps de filtration n'excèdent que rarement les 10 minutes de filtration et que la valeur de ces temps et plus importante que leur rapport.

L'objectif de notre travail est alors de proposer une stratégie d'étude pour pouvoir choisir au mieux ces différents temps. Pour cela on tiendra compte de la capacité de colmatage de la boue. Les résultats de ces investigations seront présentés dans le chapitre III d'un point de vue expérimental puis analysé d'un point de vue énergétique dans le chapitre V.

III-3.2 Rétrolavage

Le rétrolavage consiste à envoyer un fluide, en général le perméat, à contre-sens de la filtration. Cette technique est très souvent employée dans les bioréacteurs à membrane car elle permet d'améliorer les performances de filtration par élimination du dépôt. Le rétrolavage permet en effet d'empêcher le dépôt de particules à l'intérieur des pores ou le cas échéant de déboucher ces pores en relargant les particules qui se sont emprisonnées dans les pores de la membrane lors de la filtration (Gan (1999)). Ce processus est plus marqué sur les premiers instants (Visvanathan (1997)).

Gan (1999) obtient ainsi une augmentation de son flux de l'ordre de 65 % en incorporant un séquençage fréquent (1/30 s) de rétrolavage lors de la filtration d'une boue alimentée en eau municipale par une membrane en céramique.

Bouhabila et al. (2001) observent une amélioration nette dans les performances de leurs filtrations en incorporant un rétrolavage de 15 secondes toutes les 5 minutes lors de la filtration d'une boue alimentée par un effluent synthétique à travers des membranes fibres creuses. La résistance hydraulique diminue alors d'un facteur 3,5. Ces mêmes auteurs observent également qu'en présence de rétrolavage la diminution de la chute de la perméabilité instantanée due au colmatage est plus lente que sans rétrolavage.

Selon ce paragraphe l'intérêt du rétrolavage pour limiter le colmatage paraît indéniable. Il est à noter tout de même que sa mise au point est souvent empirique. D'autre part c'est un paramètre coûteux en terme de production d'eau du fait de l'utilisation de perméat lors de cette phase. Ces performances en terme de gain de capacité de filtration sont donc à mettre en regard de la perte de production. On évaluera alors l'intérêt des rétrolavages en quantifiant le gain dans la limitation de colmatage (chapitre III) et en calculant la dépense énergétique associée (chapitre V).

III-4 Rôle de l'aération dans le colmatage

L'aération est un paramètre clé dans la prévention du colmatage. Il limite l'apport de matière au niveau de la membrane ou en favorise son évacuation en engendrant un cisaillement et une agitation au niveau des fibres. Mais ce paramètre est également référencé comme le plus coûteux (Cui et al. (2003)). Il représente environ 80 % de la dépense énergétique totale dans un BAMI

(Gander (2000)). Une bonne gestion est donc nécessaire, c'est pourquoi nombres d'études se sont portées sur la compréhension et l'optimisation des phénomènes liés à l'aération.

L'intérêt de l'aération a été mis en évidence en comparant la valeur de la résistance hydraulique avec et sans aération (Chang et Fane (2000)). Selon la figure I-7, l'aération permet d'éliminer quasi totalement la résistance due au colmatage réversible et de diminuer de 50 % la résistance due au colmatage irréversible.

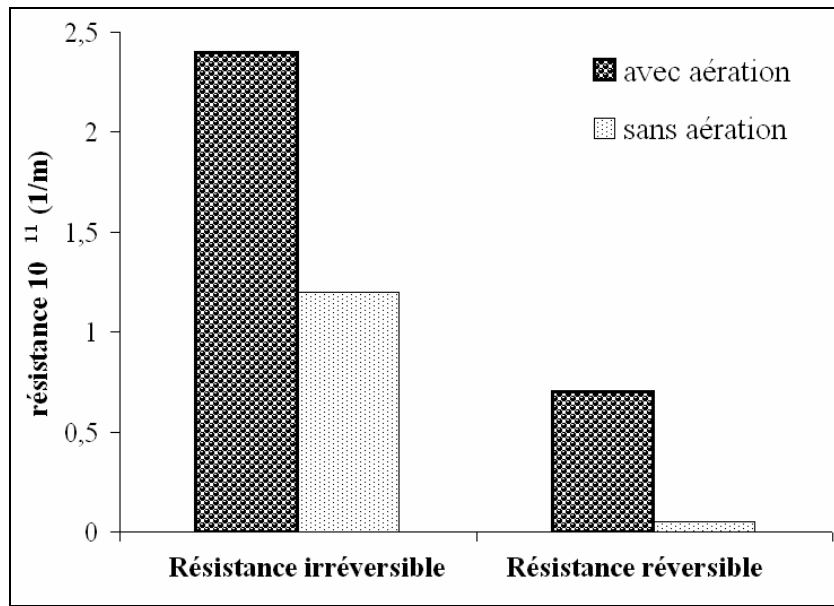


Figure I-7 : Comparaison de la résistance au colmatage après 90 minutes de filtration (extrait de Chang et Fane (2000)).

Cette amélioration peut s'expliquer de deux manières. L'injection de bulles proches des fibres de la membrane induit en effet deux effets majeurs :

- Le premier est un effet curatif et mécanique. Les bulles en passant près de la membrane génèrent un mouvement des fibres qui permet de décoller un éventuel dépôt.

- Le second est un effet préventif et hydrodynamique. Les bulles génèrent au sein du liquide de la turbulence, ce qui empêche le dépôt de particules à la surface de la membrane.

L'ensemble des effets combinés de l'aération conduit à un mouvement rétrodiffusif. Ce mouvement dépend du débit d'aération et du mode d'injection des bulles.

Toutefois il est également reconnu qu'une augmentation trop forte de l'aération n'engendre aucune amélioration dans le décolmatage et peut parfois avoir des effets négatifs. Ueda et al. (1997) observent par exemple dans un bioréacteur à membrane fibres creuses immergées qu'au-delà d'une aération de $0,7 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ l'efficacité de l'évacuation du gâteau formé à la surface de la membrane pendant la filtration stagne. Gui et al. (2002) montrent qu'un flux d'aération supérieur à $71 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{m}^2$ tend plutôt à augmenter le colmatage. Ces derniers résultats suggèrent l'existence d'interactions entre l'aération et la composition du milieu à filtrer.

Notre objectif étant d'évaluer la faisabilité du procédé et au vu de l'importance de l'aération dans le coût et dans sa capacité à réduire le colmatage, une attention particulière sera portée sur ce paramètre. On étudiera notamment l'influence du débit et du mode d'aération sur la prévention du colmatage mais aussi sur la structure de la boue. Une partie "hydrodynamique" sera développée dans le chapitre IV.

III-5 Relation entre les différents paramètres du colmatage

Il apparaît d'après cette synthèse bibliographique une grande hétérogénéité des résultats. Une comparaison entre les recherches des différents auteurs est délicate. Ceci peut être en partie expliqué par les interactions existant entre les différents facteurs.

Quelques auteurs ont alors comparé l'influence relative de différents paramètres sur le colmatage.

III-5.1 Comparaison relative de l'aération du flux de filtration et de la concentration en matière solide.

Liu et al. (2003) ont par exemple étudié l'effet relatif de l'intensité de l'aération et du flux de filtration pour deux concentrations en matière en suspension. La figure I-8 résume les résultats qu'ils ont obtenus pour les deux concentrations testées (2 et 10 g/L). On peut y voir deux zones bien distinctes séparées par une zone de conditions critiques. Quand le couple (aération, flux) est d'un côté de cette zone l'intensité de colmatage (K) est faible et indépendante des conditions de flux d'aération. En revanche si le couple (aération, flux de filtration) se trouve de l'autre côté, on observe une hausse soudaine et rapide de l'intensité du colmatage qui s'accroît avec une augmentation du flux et/ou une diminution du débit d'aération .

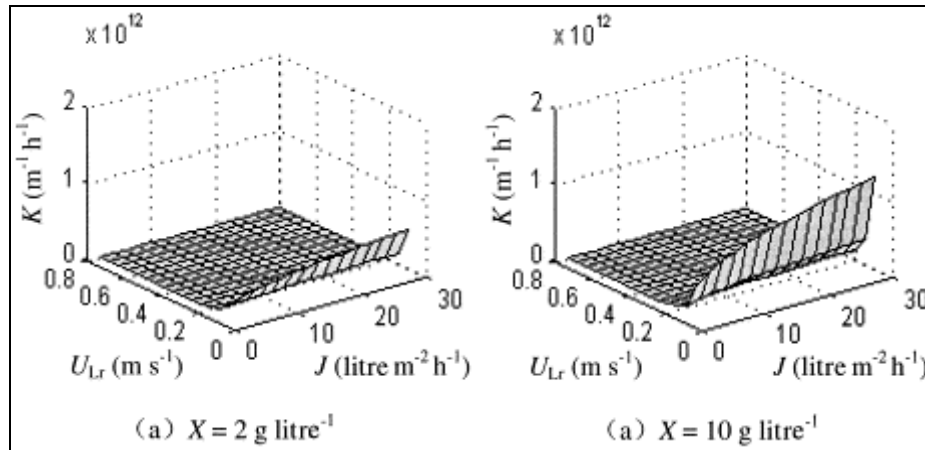


Figure I-8 : Intensité du colmatage en fonction du débit d'aération et du flux de perméat pour deux concentrations en MES de 2 g L⁻¹ et 10 g L⁻¹ (extrait de Liu et al. (2003))

Ces auteurs se basent sur la notion de compétition entre les deux forces attractive et rétrodiffusive présentées figure I-5 pour expliquer la définition de la zone critique. La force attractive est gouvernée par le flux de perméation alors que la force de rétrodiffusion dépend directement du débit d'aération. Ces deux forces induisent un mouvement de particules dans deux sens opposés. La force de perméation tend à apporter les particules à la surface de la membrane alors que la seconde permet de les évacuer. L'indépendance de l'intensité de colmatage en dessous de la zone critique s'explique par la dominance de la force rétrodiffusive alors que la forte hausse est le résultat d'une force de perméation plus importante.

Selon les résultats de Liu et al. (2003), quelle que soit la concentration (entre 2 et 10 g/L), le même phénomène est observé. La concentration en matière en suspension ne semble pas avoir d'influence sur l'emplacement de la zone critique. En revanche pour la concentration plus élevée (10 g/L), l'intensité du colmatage dans la zone critique est nettement plus forte que pour une concentration faible (2g/L).

Gui et al. (2002) ont quant à eux comparé, à l'aide d'un plan d'expérience orthogonal, l'influence de l'intensité de l'aération, du flux et du temps de filtration, et du temps de non-filtration sur l'accumulation de la boue à la surface de la membrane (évaluée par l'augmentation de la pression transmembranaire PTM) pour une concentration en MES de 1 à 10 g/L.

Parmi les 4 facteurs étudiés, c'est le flux qui influence le plus l'évolution de la PTM : une forte augmentation de la pression transmembranaire est observée si un flux de 5 L/hm² ou 8 L/hm² est dépassé pour des concentrations en MES respectivement de 10 et 1 g/L. Selon cette étude, il existe également une frontière entre des conditions entraînant un fort colmatage et des conditions n'entraînant que très peu de colmatage. Cette limite dépend du rapport entre le débit d'aération et

le flux de perméat (Q_a/J_c). La figure I-9 représente l'évolution de cette limite en fonction de la concentration en matière solide dans le réacteur. Selon cette figure il est préférable de travailler dans la zone supérieure puisque aucun dépôt ne s'accumule dans ces conditions. Jusqu'à une concentration de 4 g/L le débit d'aération doit être 10 fois plus élevé que le flux de perméat alors que pour une concentration de 10 g/L ce rapport doit être augmenté jusqu'à environ 20.

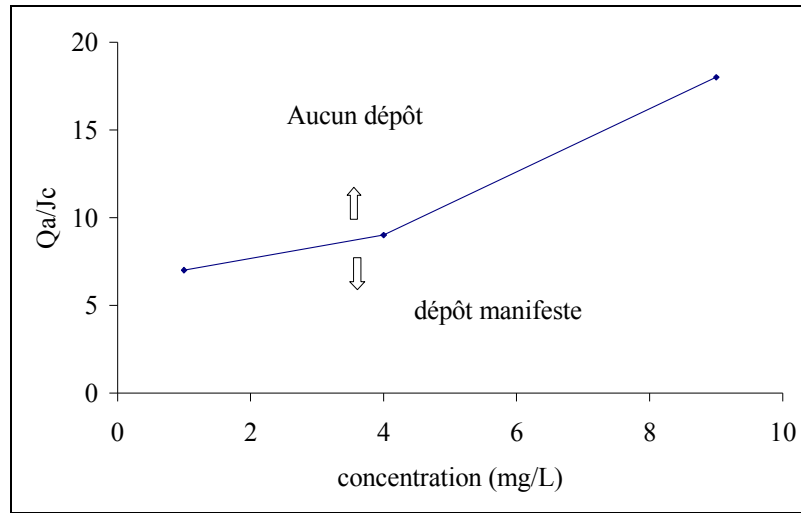


Figure I-9 : Relation entre la concentration en MES, l'intensité de l'aération et le débit de perméat (extrait de Gui et al. (2002))

Pour une concentration de 17,15 g/L, Howell et al. (2004) montrent que le flux critique dépend du flux d'aération. Ainsi ils obtiennent un flux de 10 L/hm² pour un débit d'aération de 18 mm/s et un flux de 23 L/hm² pour un débit de 220 mm/s.

III-5.2 Interaction entre hydrodynamique et floculation

Il a été mentionné dans la partie II que le milieu présent dans les bioréacteurs se composait de floccs bactériens qui jouaient de par leur taille et leur activité (excrétion d'EPS) un rôle majeur dans le colmatage de la membrane. Il est important alors de connaître les interactions pouvant exister entre le procédé (notamment son hydrodynamique) et la floculation du milieu.

III-5.2a Mécanisme de floculation

La floculation est le mécanisme par lequel des particules en suspension s'agrègent. De nombreux facteurs physico-chimiques sont impliqués dans ce mécanisme. Le processus de floculation fait intervenir deux phénomènes distincts : le transport des particules qui conduit à leur collision et les

forces d'interaction à faible distance qui permettent l'agrégation. Mais la floculation est en fait un état d'équilibre entre le mécanisme d'agrégation et un mécanisme de rupture (figure I-10).

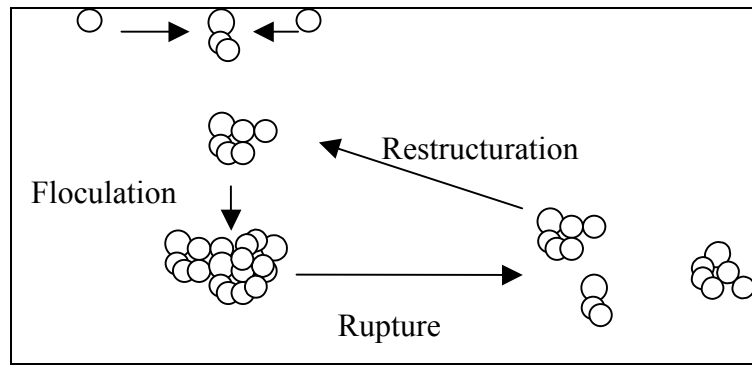


Figure I-10 : Schéma conceptuel du phénomène de floculation. Influence du cisaillement dans la formation et déstructuration des flocons.

La caractérisation de cet état d'équilibre revêt une importance primordiale puisque c'est lui qui va définir la bonne qualité de la floculation. Parmi les paramètres intervenant dans cet état, on va s'intéresser plus particulièrement au cisaillement engendré par l'hydrodynamique du système.

III-5.2b Influence de l'hydrodynamique sur la floculation de suspension biologiquement inertes

En général, les expériences effectuées sur la floculation comportent un mélange d'une suspension initiale de particules primaires, dans un récipient à agitation avec ou sans agent floculant (sulfate d'aluminium ou du chlorure ferrique). Ainsi, la floculation est mesurée en fonction de l'évolution des dimensions des flocons avec le temps. Spicer et Pratsinis (1993), Biggs et Lant (2000) montrent que l'agitation a dans un premier temps un effet positif sur la croissance des flocons, puisque cela augmente la probabilité de coalescence. Cette phase est assez rapide et mène la croissance des flocons jusqu'à un état stationnaire. Ce phénomène d'équilibre est décrit comme le résultat de mécanismes contraires d'agrégation et de rupture. Après la première phase d'agrégation, une intensification ultérieure de l'agitation, et donc du gradient de vitesse, entraîne la décroissance du diamètre moyen des flocons avec comme conséquence une rupture des flocons plus importante. D'après Spicer et al. (1996) lorsque les particules grossissent le mécanisme de rupture devient plus significatif car le nombre de flocons, avec une dimension prédisposée à la rupture, augmente.

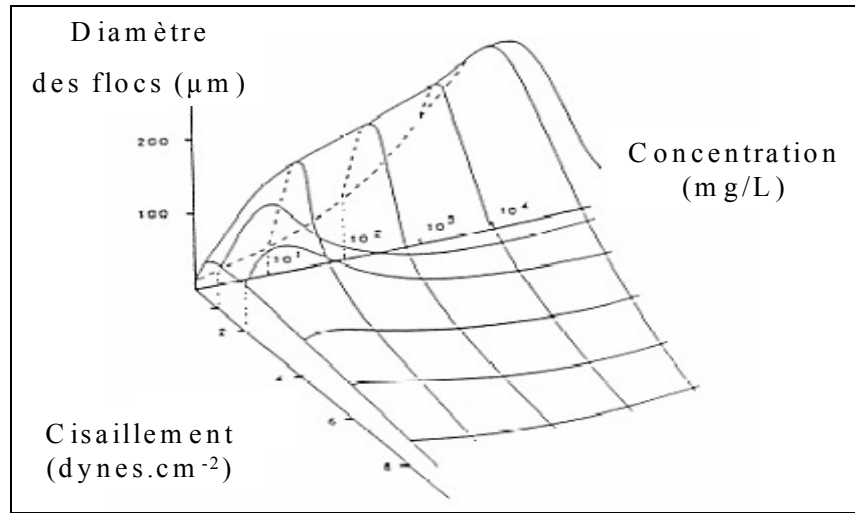


Figure I-11 : Diagramme conceptuel sur les relations entre taille des floccs, contrainte de cisaillement et concentration de matières en suspension (Manning et Dyer (1999))

Un facteur important semble donc être l'intensité de la turbulence sur le processus de floculation et de rupture. Manning et Dyer (1999) ont conduit une étude sur les effets du cisaillement et des matières en suspension sur l'évolution du diamètre des floccs. Ils proposent un diagramme conceptuel qui illustre les relations entre taille des floccs, contrainte de cisaillement et concentration en matières en suspension (figure I-11).

Les particules peuvent floculer pour un faible taux de turbulence et inversement s'endommager pour une turbulence élevée. La rupture se produit selon deux mécanismes de déplacement de la distribution des dimensions vers des petites tailles, mais sans aucun changement pour la population de particules primaires. Au contraire l'érosion des particules primaires de la surface des floccs cause une modification de masse parmi les particules plus grandes et engendre un incrément de la population de particules primaires (Mikkelsen et Keiding (2002)).

La floculation est donc un mécanisme réversible puisque après une défloculation due à une forte turbulence une refloculation est possible si la turbulence est diminuée. Plusieurs études ont mis en évidence que cette réversibilité n'était pas totale et que la concentration en matière solide avait une grande importance. Gregory et al. (2004) montrent qu'une augmentation de la concentration de leur suspension de kaolin de 100 mg/L à 10 g/L entraîne une résistance accrue du phénomène de rupture mais qu'une fois déstructurés, les floccs à haute concentration ont une plus mauvaise refloculation après diminution du cisaillement.

III-5.2c Influence de l'hydrodynamique sur la floculation d'un milieu biologique

L'impact de l'hydrodynamique sur la floculation d'un milieu biologique est beaucoup plus délicat à étudier. La caractérisation de tels floes est en effet plus difficile à mettre en œuvre du fait de la grande hétérogénéité du matériau et de l'irrégularité de leur géométrie. La présence de certaines substances comme les exopolymères jouent également un rôle important encore difficile à quantifier (Tixier (2003))

Wisniewski et Grasmick (1998) ont montré qu'une augmentation de la vitesse de recirculation de la boue activée, dans leur bioréacteur à boucle externe, induisait une diminution dans la distribution de la taille des floes, conduisant alors à différentes intensités de colmatage. Ils montrent que plus la vitesse est importante, plus la proportion de particules dont la taille est inférieure à 100 microns est grande (15, 55 et 98 % pour respectivement une vitesse de recirculation nulle, de 0,5 m/s et de 5m/s). En conséquence la résistance à la filtration est augmentée ($0,3 \cdot 10^{12}$, $1,4 \cdot 10^{12}$ et $1,7 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$). Wisniewski et Grasmick expliquent cette augmentation du pouvoir colmatant de la boue avec une augmentation de la vitesse de recirculation par une augmentation du cisaillement induit sur la boue entraînant un relargage de fines particules et d'exopolymères.

Park et al. (2005) mettent également en évidence l'effet néfaste d'une trop forte recirculation dans un BAME. La figure I-12 montre les résultats qu'ils ont obtenus en terme de dérive de pression pour différentes vitesses de recirculation. Le passage d'une vitesse de 10 à 12 L/min conduit à une diminution du colmatage du fait d'une plus forte turbulence propice à un décolmatage. En revanche l'augmentation de la vitesse de 12 à 14 L/min engendre un plus fort colmatage. Dans ce dernier cas la turbulence est si forte que les floes se restructurent et libèrent des exopolymères dans la partie soluble. Park et al. notent une augmentation notable de la concentration de protéines (de 7 à 13 %) et de sucres (de 20 à 25 %) ainsi qu'une diminution de la taille des particules quand ils augmentent la vitesse de recirculation de 12 à 14 L/min.

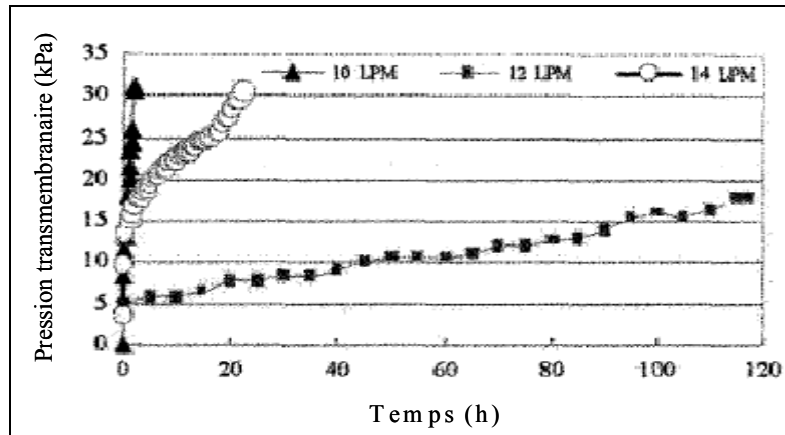


Figure I-12 : Evolution de la pression transmembranaire en fonction du débit de recirculation (extrait de Park et al. (2005))

D'après ce dernier paragraphe il est intéressant de noter que l'influence de l'hydrodynamique est à prendre avec précaution quand ses effets ont lieu dans un milieu biologique. Une augmentation de la turbulence dans un milieu biologique peut au lieu de limiter le colmatage, l'accentuer. Une turbulence trop forte (ici la vitesse de recirculation) engendre en effet une perturbation dans le métabolisme des micro-organismes qui vont sécréter des exopolymères en plus grande quantité et augmenter ainsi le pouvoir colmatant du milieu. Une attention particulière est donc à avoir quant à la minimisation de la perturbation du milieu biologique.

Une étude particulière sera présentée dans le chapitre IV sur l'interaction entre les phénomènes induits par l'hydrodynamique et la structure de la boue dans notre BAMI.

V Conclusion

La figure I-13 schématise ce qui ressort de la synthèse bibliographique et met en évidence la problématique de notre étude. Le colmatage est la résultante des propriétés de la boue et de la gestion du procédé. Cette synthèse bibliographique a permis de mettre en évidence l'importance de la caractérisation systématique du milieu biologique. Sa capacité de colmatage dépend en effet des conditions de fonctionnement du bioréacteur et notamment de l'âge de boue ou de la composition de l'effluent. Une analyse des composés constituant le milieu est également nécessaire pour la bonne compréhension du colmatage. La part relative entre la fraction solide et la fraction liquide requiert une attention particulière. C'est en effet un point clé dans la conduite du procédé.

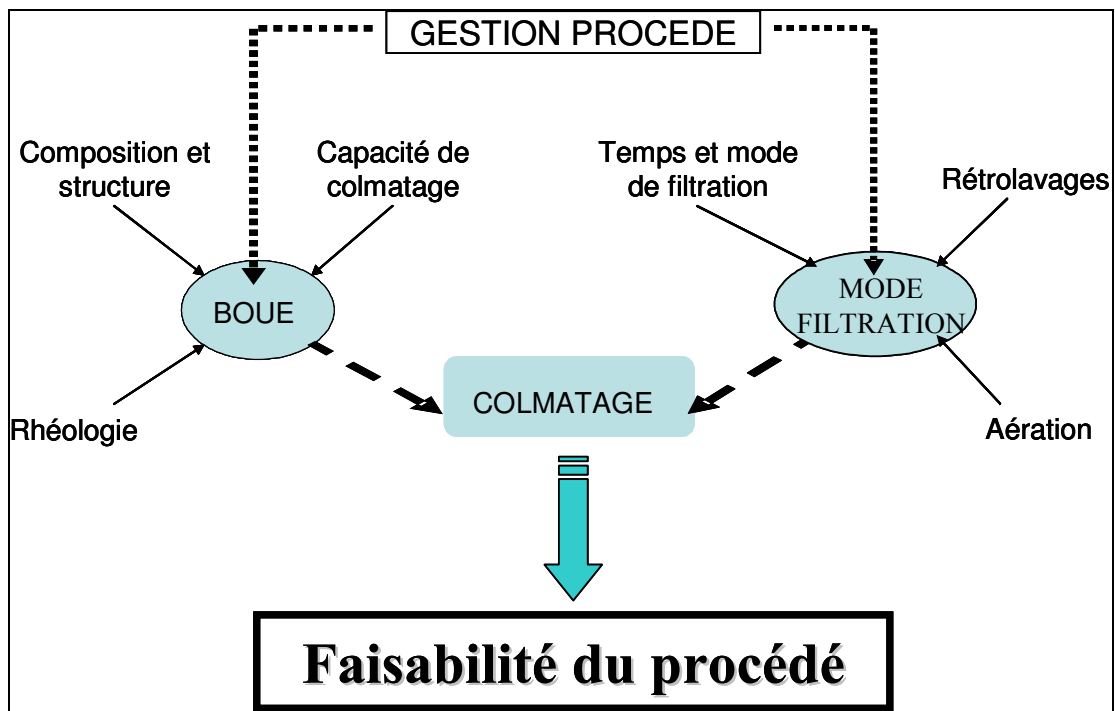


Figure I-13 : Schéma de la problématique de l'étude

D'un point de vue procédé le temps et le mode de filtration, le flux de perméation, l'aération sont autant de facteurs qui vont intervenir dans la puissance de colmatage. La synthèse bibliographique a souligné l'intérêt évident d'une filtration intermittente. L'aération est un facteur à considérer avec beaucoup d'attentions et de précautions car c'est le facteur qui génère le plus de coût mais c'est également celui qui bénéficie de la plus grande capacité à combattre et à prévenir le colmatage. Il a également été souligné que dans un milieu biologique, toute perturbation est à éviter sous peine d'augmenter la capacité de colmatage.

La problématique de cette étude repose donc sur la maîtrise du colmatage par des conditions de filtration adaptées à une caractéristique de boue donnée. La faisabilité du procédé dépend en effet de la bonne gestion de ce paramètre.

CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

I Description du pilote et des conditions opératoires

I-1 Le bioréacteur à membranes immergées

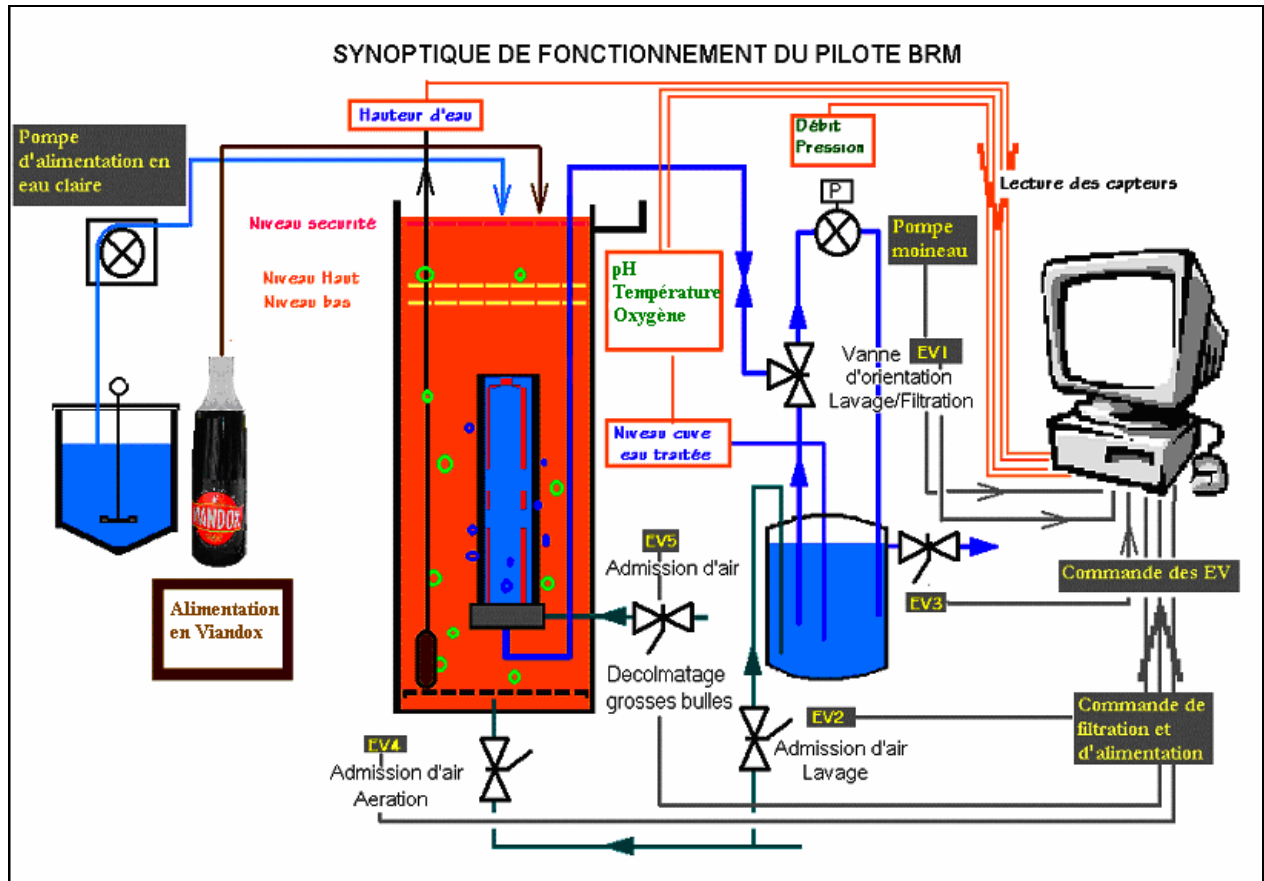


Figure II-1 Synoptique de fonctionnement du bioréacteur à membranes immergées

L'ensemble de l'étude a été réalisé en utilisant un bioréacteur à membranes immergées représenté sur la figure II-1. Les différentes pièces du réacteur ont été fabriquées au sein du Laboratoire de Génie Chimique puis assemblées par Polymem.

Ce réacteur est composé d'une colonne en PVC de 15 L d'un mètre de hauteur, de diamètre interne 11 cm dans laquelle est immergé le module membranaire. Le faisceau de fibres est maintenu dans un tube de 5 cm de diamètre pour le protéger et en faciliter la manipulation (remplissage 10 %).

Initialement le réacteur estensemencé par de la boue activée issue de la station d'épuration de Toulouse Ginestous.

L'alimentation du réacteur se fait ensuite par le haut. L'alimentation est double et constituée d'une part d'eau du réseau potable et d'une solution de Viandox diluée deux fois d'autre part. La solution de viandox est continuellement introduite à l'aide d'une pompe péristaltique Masterflex. Une autre pompe Masterflex est asservie au niveau du réacteur afin d'introduire l'eau nécessaire pour maintenir un volume constant. Le contrôleur de niveau est assuré par une sonde de pression Keller. Cette double entrée permet de garder un apport en substrat constant et de dissocier ainsi la charge du temps de séjour hydraulique.

Le perméat est aspiré à travers la membrane par une pompe PCM Moineau série 1 Monobloc à flux constant (10 L/h.m²) et stocké dans un réservoir de 30 L pressurisable. Durant cette étape l'évolution de la pression transmembranaire est enregistrée. Cette évolution nous donne une indication de l'état global du colmatage.

La pression transmembranaire, le débit de perméation, la température, le pH sont mesurés et enregistrés toutes les secondes à l'aide d'un programme d'acquisition automatique DasyLab.

Le débit de perméation est mesuré à l'aide d'un débitmètre électromagnétique Rosermount.

Le pH est mesuré à l'aide d'une sonde Mettler Toledo. Si le pH descend en dessous de 7 une solution de NaHCO₃ (10 g/L) est ajoutée manuellement.

La pression transmembranaire est mesurée par le biais d'un capteur de pression Keller à membrane affleurante placé sur la ligne de perméat avant le débitmètre. Travaillant par aspiration la pression transmembranaire est négative. Par commodité de présentation on considérera sa valeur absolue.

La température est mesurée dans la partie basse du réacteur par une sonde PT 100 (gamme -50 à 250 °C).

L'apport d'oxygène nécessaire à la bonne épuration est assuré par une diffusion continue de fines bulles d'air en base de colonne à 50 L/h à travers une membrane Flygt. Cette aération conduit de plus à une homogénéisation de la liqueur mixte et à une mise en suspension de la phase solide.

Quatre électrovannes Bürkert Typ 6213 sont commandées par le programme d'automatisation afin d'assurer un fonctionnement du pilote en continu. Quand l'électrovanne 3 voies EV1 est ouverte le mode de filtration est commandé. Quand un rétrolavage est programmé les électrovannes EV1 et EV3 se ferment pendant que EV2 s'ouvre pour admettre de l'air et mettre ainsi la cuve de perméat sous 1,5 bar de pression. Du perméat passe alors à contresens de la filtration à travers la membrane. L'électrovanne EV4 permet de commander le mode d'injection de grosses bulles près de la membrane.

I-2 Module membranaire et perméabilité.

I-2.1 Caractéristiques des modules membranaires

Les modules de microfiltration fabriqués par la société Polymem ont une surface de 0,3m². Les fibres choisies sont des fibres creuses en polysulfone (diamètre externe De = 0,72 mm, diamètre interne Di = 0,28 mm). Le seuil de coupure des ces membranes est de 0,1 micron. La perméabilité initiale du module varie de 200 à 400 L/h.bar.m² selon la fabrication.

I-2.2 Perméabilités

I-2.2a Perméabilité à l'eau

Une mesure de la perméabilité de chaque module est effectuée chaque fois que celui-ci est sorti du pilote. Le contrôle consiste à mesurer la pression transmembranaire lors de la filtration d'eau du robinet à différents débits. La perméabilité est la valeur de la pente de la droite obtenue en traçant le flux de perméation en fonction des différentes pressions. On l'exprime généralement en L/h.bar.m².

I-2.2b Perméabilité journalière

Pendant le fonctionnement du pilote une **perméabilité journalière** L_{pj} est également calculée. Cette perméabilité correspond au flux de perméation (10L/h.m²) divisé par la valeur moyenne de la pression transmembranaire journalière (Equation II-1).

$$L_{pj} = \frac{J}{Moy(\Delta P)} \quad \text{Equation II-1}$$

La différence avec la mesure de la perméabilité classique réside dans le fait que pour la perméabilité journalière, la mesure est réalisée dans le réacteur en filtrant de la liqueur mixte et le calcul ne s'effectue que pour un flux donné (10 L/h.m²). La perméabilité journalière nous renseigne sur l'état de colmatage global de la membrane lié à un colmatage par adsorption et par formation d'un gâteau.

I-2.2c Lavage chimique

Si la perméabilité de la membrane est trop basse, (inférieure à 50 % à la perméabilité initiale) la membrane est alors soumise à un lavage chimique. Le lavage chimique consiste à tremper la membrane dans une solution de chlore à 2000 ppm pendant 2 heures puis dans une solution de soude à 0,1 mol/L pendant 12 à 24 heures et enfin si nécessaire dans une solution d'acide oxalique à 5 g/L pendant 2 heures.

I-3 L'effluent

Deux effluents ont été utilisés lors de cette étude.

La majeure partie de l'étude (2/3) a consisté au traitement d'un effluent synthétique à base de Viadox. Cette solution synthétique est obtenue en diluant par deux une solution de Viadox et en la complétant en azote par ajout de 4,5 g/L de NH_4Cl . On obtient ainsi un effluent ayant une composition similaire à une ERU. Les caractéristiques de cet effluent sont rapportées sur le tableau II-1.

DCO	130 g/L
DBO	85 g/L
NTK	8.75 g/L
N- NH_4	1.9 g/L
P- PO_4	1.1 g/L

Tableau II-1 : Composition de l'effluent synthétique

La dernière partie de l'étude a été réalisée en utilisant un effluent domestique issu de la collecte des eaux usées de Brax commune de 2000 habitants sans apport d'effluent industriel. Une caractérisation systématique de cet effluent a été réalisée en terme de DCO une à deux fois par semaine (annexe 1).

I-4 Conditions opératoires et contrôle du colmatage.

I-4.1 Conditions opératoires

Toutes les expériences ont été réalisées à un flux constant brut de 10 L/h.m² en accord avec des résultats de filtration de boue activée obtenus au préalable au sein de l'équipe (Albasi et al. (2002)).

Le protocole de filtration du pilote est basé sur une séquence de filtration-arrêt avec éventuellement introduction de rétrolavages. Le flux net ainsi obtenu varie alors de 5 L/h.m² à 8,7 L/h.m². L'ensemble des conditions opératoires testées est récapitulé dans l'annexe 2. La majorité des résultats correspond à une comparaison des performances du réacteur pour différents âges de boues (14, 21, 29 et 50 jours), différentes charges massiques (0,2 et 0,4 gDCO/gMES.j). Le débit de Viandox a été modifié pour faire varier la charge massique. Pour l'âge de boue (AB), selon la croissance microbienne une purge journalière a été imposée (tableau II-2).

Débit Viandox (mL/j)	MES (mg/L)	Cm (gDCO/gMES.j)	AB (jours)
160	5	0,4	14
300	10	0,4	21
225	7	0,4	29
60	5	0,2	50

Tableau II-2 : Conditions biologiques testées

I-4.2 Le colmatage

I-4.2a Allure générale-dérive

Fonctionnant à flux constant une augmentation du colmatage est associée à une augmentation de la pression transmembranaire. Ce paramètre étant enregistré chaque seconde on peut suivre aisément le développement du colmatage. Une courbe type, enregistrée au cours d'une expérience pour une filtration de 5 minutes suivies de 5 minutes d'arrêt et un rétrolavage de 30 secondes toutes les heures, est présentée sur la figure II-2.

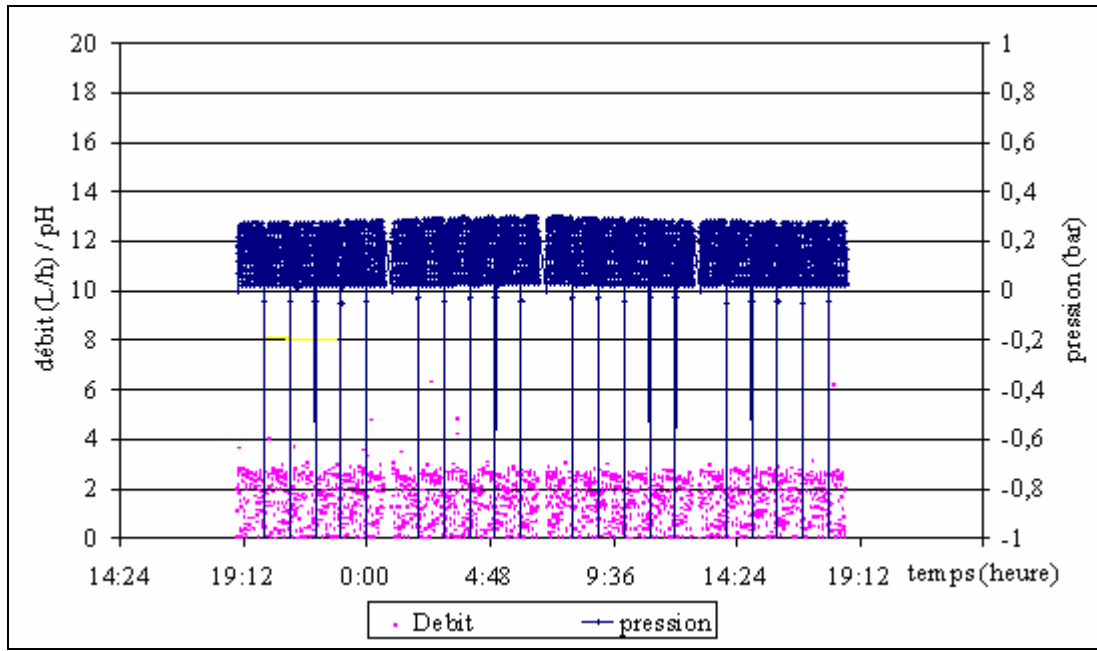


Figure II-2 : Représentation des courbes d'évolution de la pression transmembranaire, du débit de filtration en fonction du temps

Ce qui nous intéresse également est la dérive de pression, c'est à dire le développement du colmatage sur plusieurs jours. On a pour cela compilé les différentes courbes journalières. Mais les points étant alors trop nombreux (acquisition d'un point par seconde) on a représenté la moyenne mobile sur 200 points. La courbe représentative d'une telle dérive est présentée sur la figure II-3.

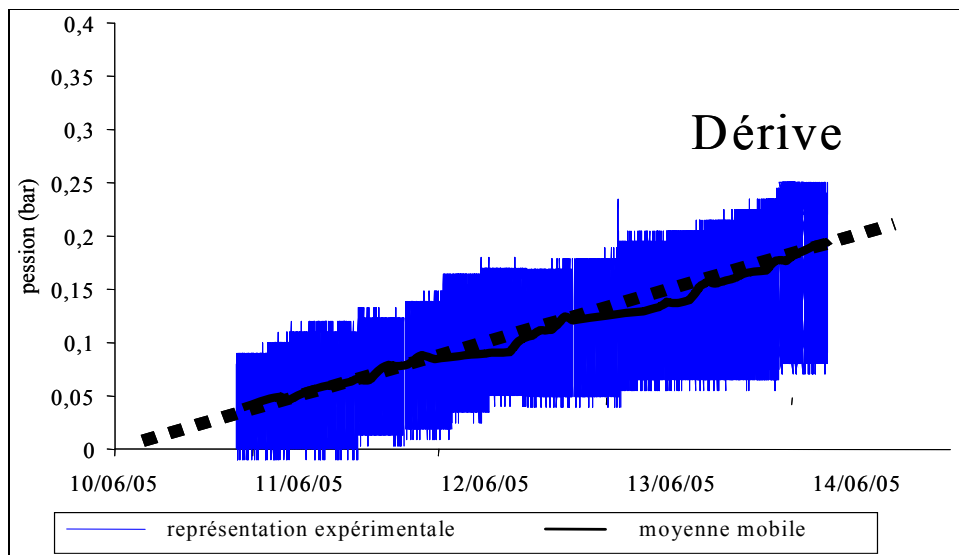


Figure II-3 : Représentation de l'évolution de la pression transmembranaire

I-4.2b Aération grosses bulles, rétrolavage, temps d'arrêt : mode opératoire

Pour contrôler le colmatage il faut prévenir l'apport de matière ou favoriser son relargage en induisant un mouvement des fibres et/ou du fluide proche de la membrane. On a opté pour ce faire d'injecter de grosses bulles en cinq points à la base du carter de protection de la membrane (figure II-4). L'électrovanne EV4 permet de contrôler le mode d'injection de ces bulles : on peut en effet grâce à cette électrovanne soit travailler en mode continu soit imposer un temps d'arrêt dans l'admission d'air.

On a également associé à ces bulles des temps d'arrêt et des séquences de rétrolavage. Ces deux facteurs favorisent la force rétrodiffusive (chapitre I figure I-5) et par là même ralentissent le colmatage. L'ensemble des conditions de filtration testées est récapitulé dans le tableau II-3.

Date	Conditions de filtration	Condition biologique
2002		
novembre-décembre	5/5 30/3600 continue 50 L/h	Ensemencement
	5/10 30/3600 continue 50 L/h	
2003		
3 au 7 avril	2/2 30/1200 continue 50 L/h	adaptation
8 au 11 avril	5/5 30/1200 2/2 100 L/h	
14 au 15 avril	5/10 30/1200 5/5 100 L/h	
16 au 23 avril	5/5 30/1200 1/6 200L/h	
23 avril au 5 mai	5/10 30/1200 1/6 200 L/h	
7 au 15 mai	5/5 30/1200 1/6 200 L/h	
15 au 19 mai	5/1 30/1200 1/6 200 L/h	
20 au 23 mai	5/5 30/1200 1/6 200 L/h	
23 au 27 mai	5/5 30/3600 1/6 200 L/h	
29 mai au 11 juin	10/3 30/3600 1/6 200 L/h	
12 au 24 juin	10/3 30/3600 1/6 200 L/h	
25 juin au 8 juillet	20/3 30/3600 1/2 200 L/h	
10 au 18 juillet	5/5 30/3600 continue 50L/h	
8 au 16 octobre	10/3 0 1/6 200 L/h	Ensemencement Adaptation
17 au 20 oct	10/3 30/2340 1/6 200 L/h	
21 au 22 octobre	10/5 30/2800 1/6 200 L/h	
23 au 25 octobre	10/3 30/3600 1/6 200 L/h	
21 novembre au 1 decembre	10/10 0 1/6 200 L/h	Ensemencement
2 au 4 decembre	10/10 30/3600 1/6 200 l/h	
4 au 18 decembre	10/10 30/3600 1/6 200 l/h	
2004		
6 au 20 janvier	10/10 30/3600 1/6 200 L/h	Ensemencement
21 janvier au 24 février	10/10 30/3600 1/6 200 L/h	Adaptation
25 février au 8 mars	5/5 30/2400 1/6 200 L/h	
8 au 29 mars	5/5 30/3600 1/6 200 L/h	AB = 20jours
7 mai au 25 juin	5/5 30/3600 1/6 200 L/h	AB = 105 jours
26 juin au 18 juillet	5/5 30/3600 1/6 200 L/h	AB = 29 jours
25 aout au 20 septembre	5/5 0 1/6 200 L/h	Ensemencement
21 septembre au 23 novembre	5/5 0 1/6 200 L/h	Adaptation
24 novembre au 25 decembre	5/5 0 1/6 200 L/h	AB = 50 jours

Les conditions de filtration sont indiquées dans le sens temps de filtration / temps de non filtration , fréquence de rétrolavage et mode et débit d'aération.

5/5 = 5 minutes de filtration suivies de 5 minutes de non filtration

30/3600 = 30 secondes de rétrolavage toutes les heures

continue 50 L/h = aération continue à 50 L/h

Tableau II-3 : Ensemble des séquences testées avec l'état physiologique de la boue pour les expériences réalisées avec effluent synthétique.

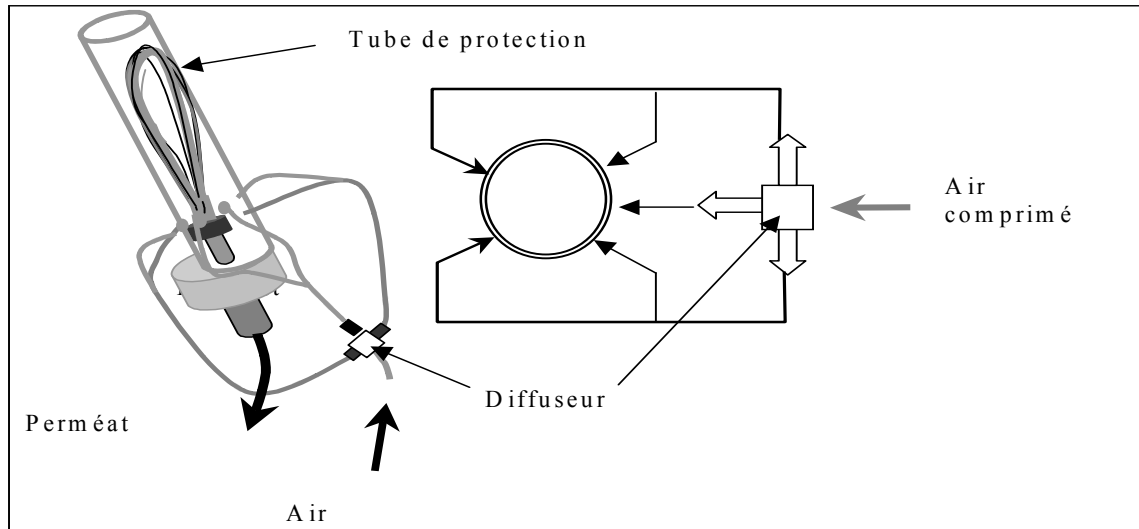


Figure II-4 : Système d'injection grosses bulles

I-5 Test de filtration longue

Ponctuellement des tests de filtration longue, d'environ 30 minutes, ont été réalisés. Ces tests consistent à forcer la filtration pendant un temps plus long que les cycles automatisés. Ils permettent d'amplifier les phénomènes en prolongeant l'accumulation de matière pour pouvoir comparer l'influence de différents paramètres tels que l'état de la membrane, la filtrabilité de la boue ou le débit d'aération sans devoir faire des expériences d'une ou plusieurs semaines. De cette façon la perturbation engendrée est minimisée et les répercussions sur les paramètres globaux, en particulier la stabilité biologique, sont évitées.

II Caractérisation de la liqueur mixte

Divers paramètres permettent une caractérisation de la liqueur mixte pour pouvoir mettre en relation les propriétés de la boue avec les performances du réacteur. Parmi eux, on a systématiquement déterminé :

- quotidiennement la concentration en matière en suspension (§II-2)
- hebdomadairement, la DCO du surnageant (§ II-3) et la filtrabilité de la boue (§II-4).

Des analyses plus ponctuelles ont également été menées telles que des analyses rhéologiques ou des mesures granulométriques.

II-1 Phases de développement de la liqueur mixte

On distinguera trois grandes phases selon la croissance et l'adaptation des micro-organismes :

- Une **phase d'ensemencement** qui correspond aux premiers jours d'expérience après avoir ensemencé le réacteur avec une boue activée de station d'épuration. Pendant cette phase la boue doit s'adapter au nouveau substrat (pour le travail effectué avec l'effluent synthétique).

- Une fois la boue adaptée au nouvel effluent les micro-organismes commencent une phase de multiplication, c'est la **phase d'adaptation**. Une croissance non constante est observée durant cette phase. Elle peut être positive s'il y a multiplication ou négative s'il y a lyse cellulaire.

- Une **phase stabilisée** pendant laquelle la boue s'est adaptée et où on observe une croissance microbienne constante avec une stabilisation de la DCO dans le surnageant. Le temps avant d'obtenir cette phase stabilisée correspond à environ 2 à 2,5 fois l'âge de boue visé. Il peut être plus long si la phase d'adaptation est perturbée par des problèmes techniques (coupure d'air, non alimentation en eau du réseau)

II-2 Analyses des MES

Pour la mesure des matières en suspension, la méthode par centrifugation et séchage a été suivie (norme AFNOR 90-105). Une centrifugeuse 4222 Cantan Instrument équipée de godets de 50 mL de volume a été utilisée.

Le protocole expérimental est le suivant :

On prélève 50 mL de boue. Par souci d'homogénéité l'échantillon est prélevé pendant une phase où le pilote est bien aéré. Les 50 mL sont ensuite répartis dans deux fioles jaugées de 25 mL puis versés dans deux godets, centrifugés pendant 15 minutes à une vitesse de 5000 tours/min. En fin d'opération, on élimine le surnageant et on récupère soigneusement les deux culots de boue qu'on laisse sécher à l'étuve à 105°C jusqu'à atteindre une masse constante (en général pendant au moins 24 heures).

La différence de masse entre l'échantillon initial et le résidu sec obtenu permet de calculer la concentration en MES (Equation II-2).

$$C = \frac{\Delta M}{V_{ech}}$$

Equation II-2

II-3 Mesure de la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

La DCO est la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder chimiquement les substances réductrices présentes dans l'effluent. La DCO est un indicateur de la quantité de composés organiques présente dans la boue. L'oxydant utilisé est du bichromate de potassium.

La mesure a été effectuée suivant la micro méthode Hach (Odysée DR/2500 Method 8000)

Protocole expérimental :

Préparation du blanc : introduction de 2 mL d'eau distillée dans un tube contenant les réactifs préparés.

Préparation de l'échantillon à doser. L'analyse se fait sur la partie soluble. 2 mL de surnageant récupéré après centrifugation de l'échantillon de boue que l'on veut analyser sont donc introduits dans un tube contenant les réactifs préparés.

Bien agiter les tubes.

Les tubes sont ensuite chauffés à 150 °C pendant 2 heures.

Laisser refroidir ensuite pendant environ 20 minutes.

Puis on lit au spectrophotomètre la valeur de l'absorbance de l'échantillon après avoir fait le zéro avec le blanc (gamme de concentration de 30 mg/L à 1500 mg/L) à la longueur d'onde de 620 nm.

Le résultat est exprimé en mg d'oxygène par litre.

II-4 Mesure de la filtrabilité

II-4.1 Détermination de la résistance spécifique

Pour évaluer la filtrabilité de la boue on détermine sa résistance spécifique à la filtration. Pour cela on utilise une cellule de filtration cylindrique de 60 mL de volume connectée à un réservoir d'eau distillée pressurisé par de l'air comprimé et régulé par un manomètre. Le volume d'eau filtré est mesuré et enregistré au cours du temps. Le schéma de l'expérience est présenté sur la figure II-5.

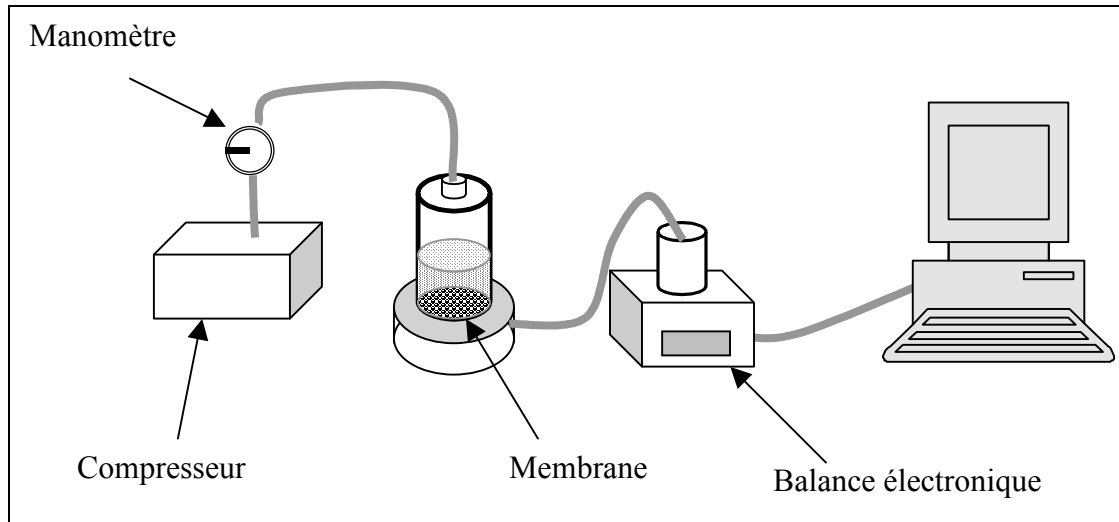


Figure II-5 : Dispositif expérimental de détermination de la résistance spécifique à la filtration.

La filtration est de type frontale, se fait sans agitation et à pression constante fixée par l'expérimentateur. On a choisi une pression de 0,5 bar car significatif et proche de la pression de filtration dans le pilote. La surface de filtration est circulaire avec un diamètre de 45 mm. Le suivi du flux au cours du temps est effectué en pesant le perméat sur une balance et l'acquisition est automatisée (logiciel Labview).

Les membranes utilisées sont des membranes en acétate de cellulose ayant des pores de 0,2 μm de diamètre pour une surface totale de 0,17 cm^2 . Le même type d'analyse a été réalisé avec une membrane en polysulfone. Les résultats sont présentés dans l'annexe 3 : aucune différence significative n'est observée entre ces membranes. Les résultats obtenus avec la membrane en acétate, pourront être transposés à des conditions utilisant la membrane en polysulfone.

Pour calculer la résistance spécifique, on fait l'hypothèse qu'en filtration frontale le colmatage se limite à la formation d'un gâteau de boue. La loi de Darcy modifiée par la présence d'un dépôt de boue s'écrit alors selon l'équation II-3 (ce qui est vérifiée à posteriori chapitre III § III-1)

$$J = \frac{P}{\mu(R_m + R_d)} = \frac{1}{\Omega} \frac{dV}{dt} \quad \text{Equation II-3}$$

Le terme R_d (résistance du dépôt) augmente proportionnellement au volume filtré V et à la masse sèche de gâteau M_d . (équation II-4)

$$R_d = \alpha \cdot M_d = \alpha \cdot C \cdot \frac{V}{\Omega} \quad \text{Equation II-4}$$

En intégrant l'équation II-3 en faisant la substitution du terme R_d , (équation II-4) on arrive à l'expression de l'équation II-5

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu}{\Delta P \cdot \Omega} \left[\frac{\alpha \cdot C}{2 \cdot \Omega} V + R_m \right] \quad \text{Equation II-5}$$

En suivant l'évolution de la filtration à travers la représentation t/V en fonction de V on pourra faire une régression linéaire des données et obtenir la pente de la droite qui nous conduira à la résistance spécifique α d'après l'équation II-6

$$\alpha = \frac{2 \cdot \text{Pente} \Delta P \cdot \Omega^2}{\mu \cdot C} \quad \text{Equation II-6}$$

II-2.2 Détermination du mécanisme de colmatage

Pour déterminer le mécanisme de colmatage on peut utiliser les équations d'Hermans et Bredée (1936) reprises par Grenier (2003), qui décrivent les lois de filtration proposée par Hermia (tableau II-4) sous une représentation commune donnée par l'équation II-7.

$$\frac{d^2 t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad \text{Equation II-7}$$

Cette équation offre la possibilité de représenter les quatre modèles de colmatage dans un système de coordonnées unique. En effet, si on utilise la représentation en échelle logarithmique de $\frac{d^2 t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n$, on peut alors déterminer les paramètres caractéristiques des lois de filtrations : n sera donné par la pente et k par l'ordonnée à l'origine.

Selon le tableau II-5 on peut voir que n diminue de 2 à 0 pour les phénomènes de blocage complet ($n = 2$), blocage standard ($n=1,5$), blocage intermédiaire ($n=1$) et filtration sur gâteau ($n=0$).

L'évolution des deux paramètres que sont k et n nous donne alors l'évolution des mécanismes de colmatage.

Loi de filtration	J/Jo	Forme linéaire
Filtration avec blocage total des pores	e^{-KaUot}	$Q=Q_0-KaUoV$
Filtration avec blocage intermédiaire	$\frac{1}{1+KaUot}$	$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_0} + \frac{Ka}{\Omega} t$
Filtration sur gâteau	$\frac{1}{\sqrt{1+2KcUot}}$	$\frac{t}{V} = \frac{Kc}{2U_0 \cdot \Omega^2} V + \frac{1}{Q_0}$
Filtration avec blocage standard	$\frac{1}{(1+KbUot)^2}$	$\frac{t}{V} = \frac{Kb}{\Omega} t + \frac{1}{Q_0}$

Ka est l'aire de la membrane bloquée par unité de volume de filtrat (m⁻¹)

Kb est la diminution de l'aire de section droite du pore par unité de volume total de filtrat (m⁻¹)

1/Kc représente le volume total de filtrat par unité de surface filtrante (Kc m⁻¹)

Uo vitesse initiale du filtrat (ms⁻¹)

Ω est la surface filtrante (m²)

Qo est le débit volumique initial de filtrat (m³.s⁻¹)

Tableau II-4 : Equations régissant les différentes lois de filtration d'Hermia

Loi de filtration	k	n
Filtration avec blocage total des pores	Ka.Uo	2
Filtration avec blocage intermédiaire	2Kb/Ω ^{1/2}).Uo ^{1/2}	1,5
Filtration sur gâteau	Ka/ Ω	1
Filtration avec blocage standard	Kc/(U0. Ω ²)	0

Tableau II-5 : paramètres des lois de filtration à pression constante en utilisant la représentation d'Hermans et Bredée

II-3 Mesure de la granulométrie de la boue

L'identification de la distribution granulométrique des particules a été faite au moyen d'un granulomètre laser (Malver Mastersizer 2000) avec une longueur focale qui permet les mesures des tailles des floes sur une gamme de 0,2 à 2000 μm.

Ce dernier est un appareil dont le fonctionnement est basé sur la théorie de la diffraction de Fraunhofer selon laquelle l'angle de diffraction est inversement proportionnel à la taille des particules. Les résultats sont ensuite exprimés sous forme d'histogramme en fréquence.

Avant introduction dans le granulomètre, l'échantillon de boue a été dilué pour que la lumière dispersée puisse différencier les particules. La dilution effectuée est de 5 mL de boue dans 100 mL d'eau. La solution ainsi obtenue est aspirée à travers le granulomètre au moyen d'une pompe péristaltique (Figure II-6). Cette méthode a été élaborée ayant observé auparavant un cisaillement des floes par l'introduction directe par le système d'aspiration du granulomètre.

La distribution des tailles des particules, basée sur le volume et la taille moyenne est évaluée par le diamètre moyen équivalent calculé sur le volume ($d_{0,5}$). Pour chaque expérience trois échantillons ont été analysés avec pour chaque échantillon trois passages dans le granulomètre. Les résultats donnés sont alors la moyenne de ces neuf analyses (un pourcentage d'erreur de 10 à 20 % est alors obtenu).

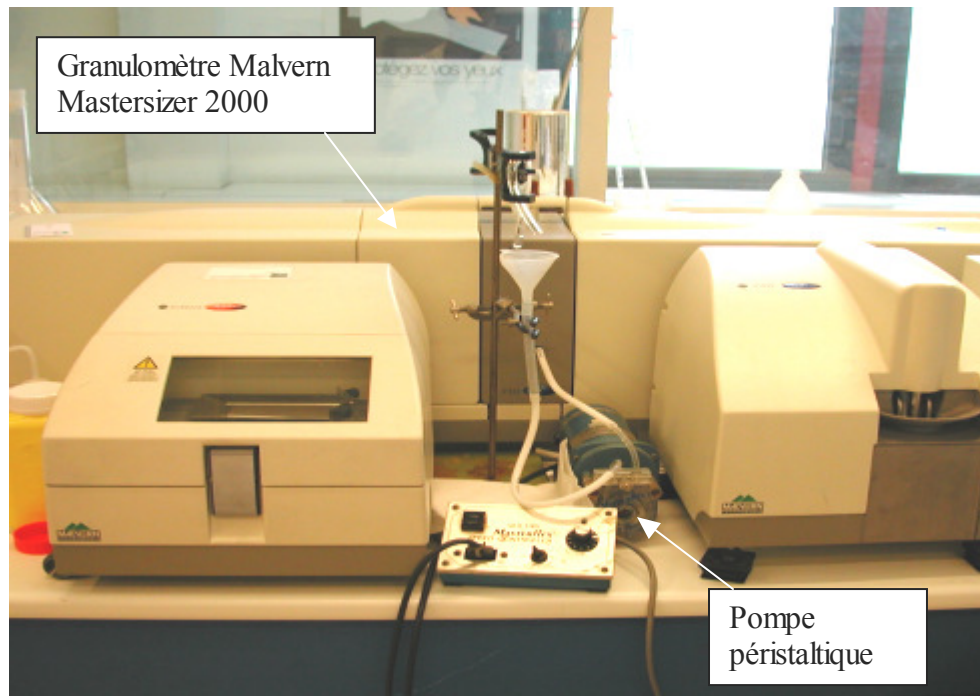


Figure II-6 : Photo de l'appareillage pour l'analyse granulométrique

II-5 Rhéologie

Les études rhéologiques présentées ici ont été faites sur deux types de rhéomètres : un Bohlin C-Vor (IMFT) et un Carri-Med CSL² 500 (LGC). Les deux rhéomètres reposent sur le même principe de mesure. Ils permettent tous les deux de faire des mesures contrôlées de déformation, contrainte ou gradient de vitesse. Le mode classique de mesure reste tout de même à contrainte contrôlée.



Figure II-7 : Rhéomètre Bohlin C-Vor



Figure II-8 : Rhéomètre Carri-Med CSL²500

Le rhéomètre impose à travers une plaque mobile des contraintes tangentielles sur un échantillon de boue déposé sur une plaque fixe. La déformation et le gradient de vitesse de la boue, pour des contraintes imposées en paliers croissants et pour des fréquences de cisaillement fixées sont alors enregistrés.

Ce travail a été effectué selon deux protocoles bien distincts : viscosimétrie et oscillation.

Le premier mode aussi appelé de cisaillement simple renseigne essentiellement sur le comportement en écoulement des matériaux alors que le deuxième, nommé aussi mode de mesure dynamique, permet de caractériser un comportement viscoélastique des matériaux. Avec le mode d'oscillation, une contrainte de cisaillement oscillatoire d'une fréquence donnée ω est imposée à l'échantillon. Les déformations mesurées sont également sinusoïdales et de même fréquence. Le déphasage entre déformation et contrainte renseigne sur l'élasticité du matériau : s'il est parfaitement élastique, le déphasage sera nul, s'il est purement visqueux, le déphasage sera de 90° . Le travail a également été réalisé avec différentes géométries :

- PP 60¹ striés (figure II-9). Ce sont deux plans parallèles avec des rugosités dans le matériau pour combattre le glissement de l'échantillon. Cette géométrie permet en effet de préserver une homogénéité de l'échantillon dans les zones proches des parois. Mais le fait d'utiliser cette géométrie impose des contraintes radiales non homogènes sur l'échantillon.

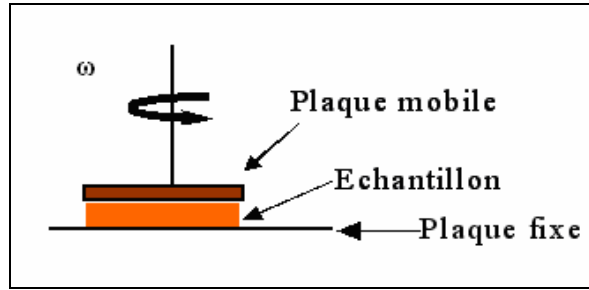


Figure II-9 : Schéma d'une géométrie PP

- CP 2°/ 40 ou 60¹ (figure II-10). C'est une géométrie qui fournit une contrainte homogène sur l'échantillon mais en revanche, on peut être confronté à des problèmes de glissement car il s'agit de géométries lisses. L'angle 2° indique l'inclinaison par rapport à l'horizontale.

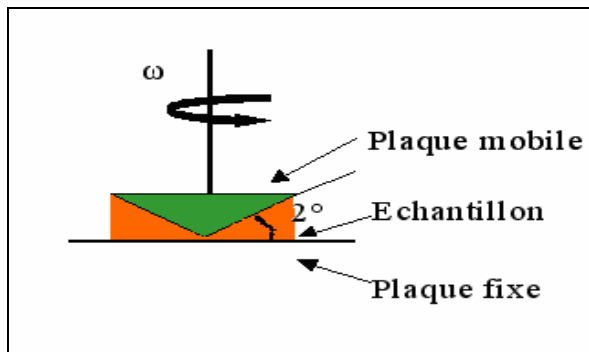


Figure II-10 : Schéma d'une géométrie CP

¹ Le nombre affiché représente la valeur du diamètre des plaques.

III Caractérisation de l'hydrodynamique du pilote

III-1 Anémométrie à film chaud

L'anémométrie à film chaud est une technique permettant de faire des mesures locales de vitesse instantanée d'un liquide.

Le fil ou film chaud qui constitue l'élément sensible de l'anémomètre est une résistance de petite taille (quelques millimètres de long et quelques dixièmes de millimètres de diamètre) qui est plongée dans l'écoulement. Cette résistance est l'un des éléments d'un pont de Wheastone intégré dans un boîtier de mesure. Le principe de l'anémométrie à film chaud repose sur l'influence de l'hydrodynamique au voisinage de la sonde. L'hydrodynamique influe sur l'échange thermique entre la résistance immergée et le liquide environnant : plus le liquide aura une vitesse élevée, plus les pertes d'énergie par convection autour de la sonde seront fortes et plus la tension à appliquer aux bornes de la résistance pour maintenir constante la température du film sera importante.

A la tension mesurée avec l'anémomètre à film chaud correspond une vitesse de liquide autour de la résistance. La sonde doit donc être étalonnée. L'étalonnage est réalisé dans une colonne de diamètre intérieur de 40 mm. Cette colonne verticale a une hauteur de 1 m. Dans la colonne sont placés la sonde d'anémométrie et un tube de Pitot. Un tel dispositif permet pour un débit de liquide donné de mesurer simultanément avec l'anémométrie et le tube de Pitot une même vitesse de liquide. La courbe d'étalonnage est donc construite point par point pour différents débits de liquide (0 à 0,7 m/s).

Grâce à l'étalonnage, la relation entre vitesse du liquide imposée autour de la résistance et tension aux bornes de cette même résistance est déterminée. La relation peut prendre la forme de la loi de King (Equation II-7). (Madec (2000))

$$\text{Tension}^2 = A+B \cdot \text{Vitesse}^c \quad \text{Equation II-7}$$

avec A, B et c constantes

Pour cette étude une sonde à film chaud à une dimension (anémomètre DANTEC à une voie, sonde 55 R11 en quartz) a été choisie (figure II-11). L'utilisation d'une sonde à une dimension suggère que l'écoulement ne possède qu'une seule direction d'écoulement bien définie. Cela n'est bien évidemment pas le cas. Néanmoins, le choix d'une sonde à film chaud unidirectionnelle a été

fait pour faciliter les mesures et les traitements. De plus, l'information amenée par une caractérisation de l'écoulement dans le sens vertical est considérée comme suffisante.

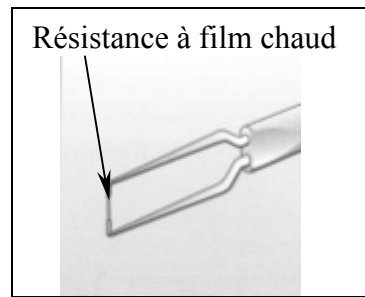


Figure II-11. Dessin d'une sonde anémométrique

Une fois l'étalonnage terminé les mesures peuvent être effectuées dans le pilote. Les mesures ne peuvent être directement réalisées dans la liqueur mixte du fait de la fragilité et de la sensibilité de la sonde aux fibres ou autres matières en suspension. Les mesures ont donc été effectuées dans de l'eau. L'intérêt étant d'évaluer le profil de vitesse engendré par un train de bulles au sein du réacteur, ce type de mesure reste satisfaisant.

La vitesse du liquide a été mesurée en plongeant la sonde à six positions différentes (figure II-12) : une position axiale à la sortie des bulles (position centre) et une position proche de la paroi (position paroi). A ces positions, la sonde a été déplacée verticalement selon trois hauteurs :

- hauteur 1 à 10 cm de la surface du réacteur
- hauteur 2 à 30 cm de la surface du réacteur
- hauteur 3 à 45 cm de la surface du réacteur

Les expériences ont été réalisées pour une aération fines bulles continue et pour des débits d'aération grosses bulles prenant les valeurs successives de 0 L/h, 50L/h, 150 L/h, 200 L/h, 260L/h, 370L/h et 580 L/h.

Deux mesures ont été effectuées pour chaque position et chaque débit. Une bonne répétitivité a été observée.

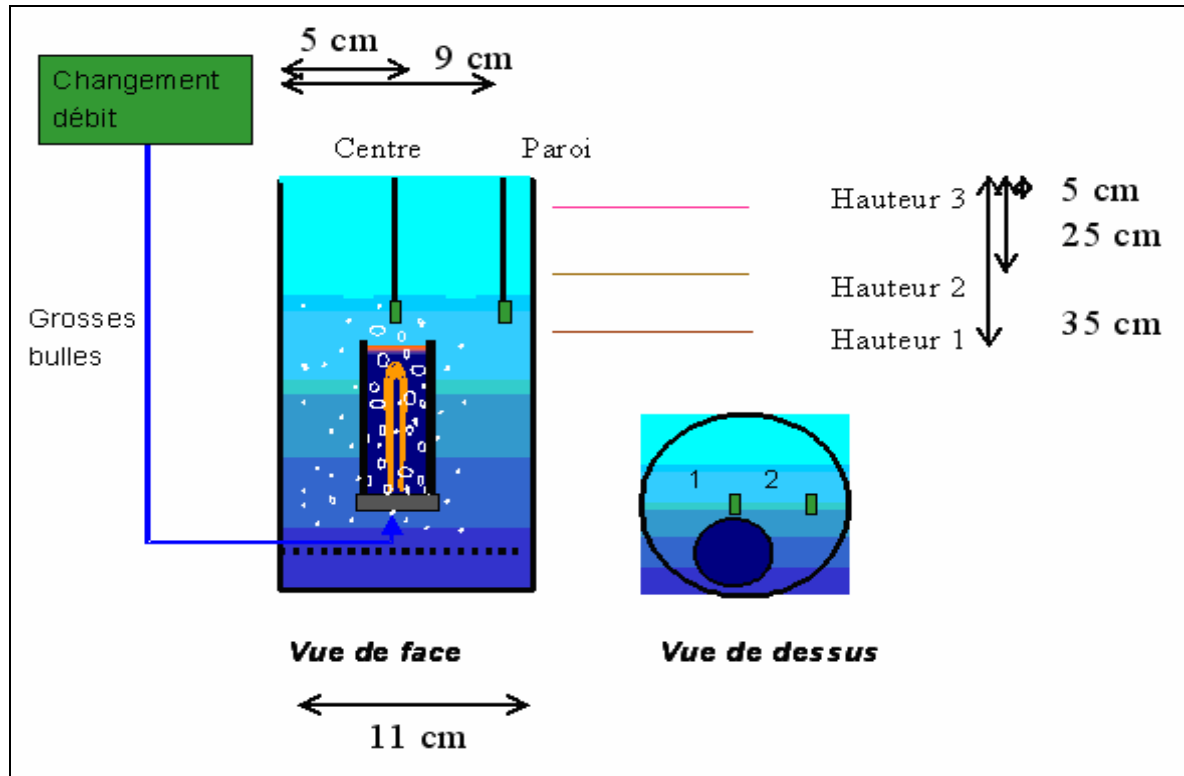


Figure II-12 : Configuration expérimentale pour effectuer les mesures anémométriques

Pour piloter l'anémomètre, un logiciel développé par la société Dantec (StreamLine version 1.16) a été utilisé.

Il est important de noter que les mesures réalisées avec l'anémomètre doivent être effectuées à température constante. Si ce n'est pas le cas, les échanges thermiques entre la résistance et le liquide sont modifiés et les étalonnages ne sont alors plus pertinents pour la plupart des mesures. Il est également important de savoir que la valeur de la vitesse déterminée par anémométrie est une vitesse absolue qui ne différencie pas le sens d'écoulement.

Enfin signalons que le développement de l'anémomètre à film chaud est destiné à des applications en milieu monophasique. La vitesse du liquide dans ne peut donc pas être directement déterminée par l'obtention du signal brut. Les applications de ce système aux écoulements diphasiques nécessitent alors un traitement particulier pour séparer les signaux induits par la phase gazeuse de ceux de la phase liquide. Après avoir exporté toutes les données obtenues, un programme MatLab élaboré au sein du LGC avec la collaboration de l'IMFT (hors cadre de cette thèse) permet de scinder ces deux parties du signal.

III-2 Hydrodynamique et état de la boue

III-2.1 Expérience en cuve agitée

Pour étudier l'effet du cisaillement induit par l'hydrodynamique sur l'état de la boue et notamment sur sa défloculation, des expériences à cisaillement contrôlé ont été effectuées dans un réacteur agité, indépendant du pilote.

Il s'agit d'un récipient en verre Pyrex avec un volume de 700 mL. L'agitation est assurée par une hélice marine de 5 cm de diamètre (Figure II-13). Le mouvement rotatif est maintenu par un moteur électrique de puissance mécanique maximale de 105 W capable de produire une gamme de vitesse de 50 tours/min à 2000 tours/min. Ces vitesses de rotation ont été contrôlées avec un tachymètre HIOKI 3402 TACHO HI Tester. La durée de chaque application de cisaillement a été fixée à 20 minutes.

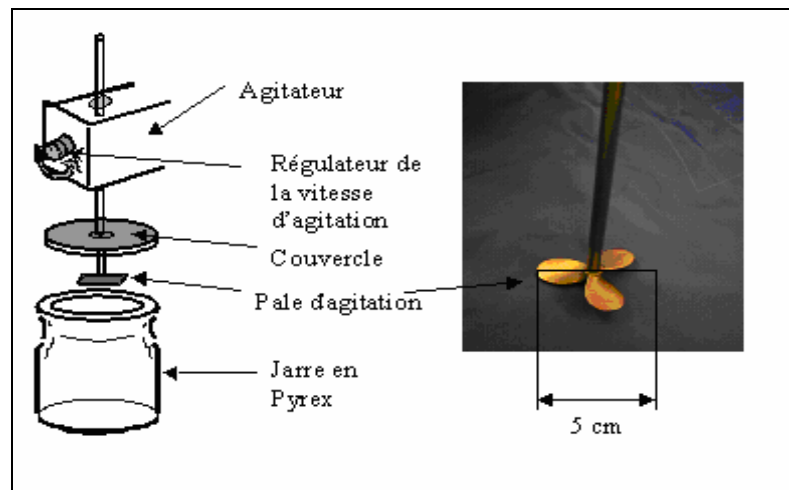


Figure II-13 : Schéma de la cuve agitée

II-2.2 Turbiscan On Line

Le Turbiscan On Line a été développé pour la caractérisation optique en ligne de milieux dispersés concentrés. L'appareil se compose d'une tête de lecture fixe et comporte une cellule de mesure en verre cylindrique où circule le milieu à analyser. Ainsi cet instrument permet de suivre en temps réel les évolutions du milieu diffusif en écoulement. Le Turbiscan On Line peut se placer en ligne de procédés ou en dérivation afin de suivre l'évolution au cours du temps du flux transmis ou rétrodiffusé par une dispersion. Dans le cadre de notre étude le Turbiscan est placé en dérivation de la cuve agitée représentée figure II-13 et c'est le pourcentage de lumière rétrodiffusée (%R) qui va

être mesuré. Une pompe péristaltique Masterflex est placée en amont du Turbiscan afin d'aspirer la solution en la soumettant à un minimum de cisaillement avant analyse (figure II-14).

La cellule de mesure capte l'intensité lumineuse. Une variation de 0,3 % de cette intensité lumineuse est significative d'un changement de structure du milieu :

- une diminution de l'intensité de la lumière transmise peut être apparentée à une déstructuration du milieu.
- une diminution de l'intensité de la lumière rétrodiffusée est signe d'un phénomène d'agglomération du milieu. (figure II-15).

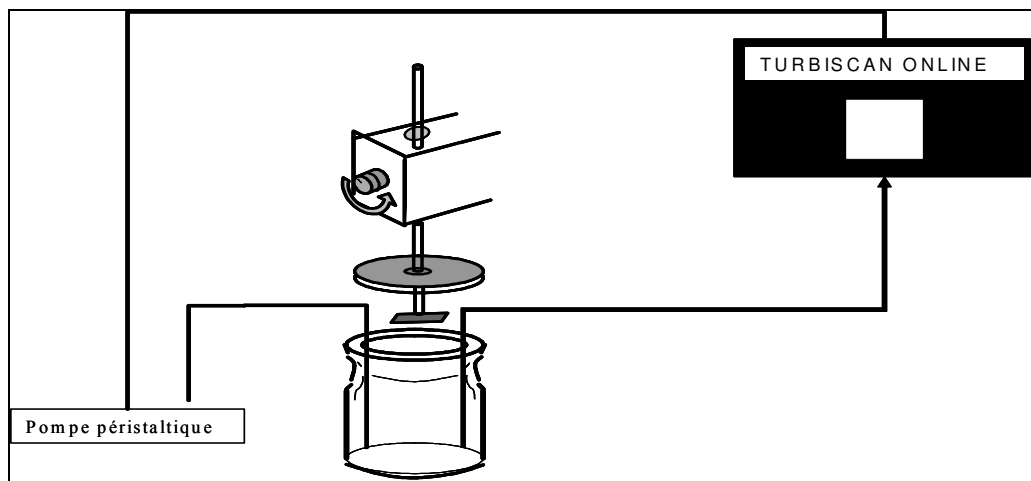


Figure II-14 : Schéma du montage d'analyse avec le Turbiscan Online

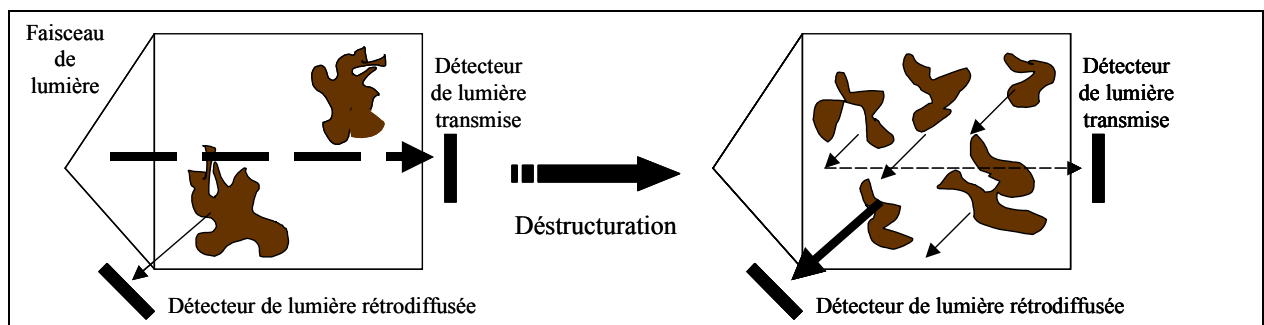


Figure II-15 : Influence de la structuration du milieu dans l'intensité de la lumière rétrodiffusée et de la lumière transmise par l'analyse du Turbiscan Online

CHAPITRE III

PARAMETRES DE FILTRATION

—

**CARACTERISATION DU MILIEU
BIOLOGIQUE.**

—

**CLEFS DE LA GESTION DU
PROCEDE ?**

En s'appuyant sur l'étude bibliographique nous avons dégagé deux grandes classes de facteurs dont la contribution globale conduit au colmatage :

- Les conditions de filtration d'une part (temps et flux de filtration, rétrolavage ...)
- La nature et la structure du milieu biologique d'autre part (état de floculation, résistance spécifique ...).

Pour que les bioréacteurs à membranes puissent un jour se développer et se répandre largement une gestion de ce colmatage est nécessaire. L'objectif de cette étude est de pouvoir proposer, pour une boue aux caractéristiques données, des conditions opératoires optimales de filtration. Pour cela on cherchera, grâce à une description simple de la boue, à évaluer l'influence des diverses conditions opératoires de filtration, à la fois sur les performances du procédé et sur la qualité même de la boue. Les conditions biologiques sont prises en compte par les caractéristiques de la boue auxquelles elles conduisent, sans pour autant en faire des variables du procédé, et en occultant pour cette étude tout le volet épuration. Ces derniers éléments font cependant l'objet d'une étude à part entière développée en parallèle.

On a donc focalisé ici les efforts sur la filtration et la description des phénomènes la limitant.

L'état de colmatage de la membrane a été suivi pendant les trois années d'expérimentation pour différentes conditions biologiques et pour différentes conditions de filtration (différents temps de filtration, temps de non-filtration, séquences de rétrolavage et mode d'aération). L'influence de l'âge de boue a été testée mais l'accent a plus particulièrement été mis sur l'influence du mode de filtration.

On présentera tout d'abord la réponse du procédé aux différentes conditions imposées avant de rentrer plus en détail sur l'influence du mode de filtration. Une caractérisation du milieu biologique viendra enfin expliciter les résultats.

I Observation globale de la capacité de colmatage en fonction des conditions opératoires

Comme il a été explicité dans le chapitre II (§ I-4.2), la dérive de pression est un indicateur direct de l'état de colmatage de la membrane. On a alors suivi son évolution en fonction des conditions biologiques imposées.

I-1 Âges de boue et dérive de pression

La figure III-1 rapporte des exemples de courbes d'évolution de la pression transmembranaire obtenues à partir de l'enregistrement automatique installé sur le bioréacteur. Sur cette figure, sont seulement représentés les profils de pression pour des périodes où le bioréacteur est considéré comme stabilisé.

Les dérives de pression qu'on peut associer à ces phases stabilisées sont consignées dans le tableau III-1. On peut noter que ces dérives sont relativement faibles quel que soit l'âge de boue. Une dérive extrêmement faible est obtenue pour des âges de boue de 29 jours et 50 jours (7 et 8 Pa/h). Pour des âges de boues de 21 et 105 jours la dérive augmente légèrement pour atteindre des valeurs de l'ordre de 30 à 40 Pa/h. Cette dérive représente moins de 0,01 bar d'augmentation par jours. Pour un âge de boue de 14 jours l'augmentation de pression atteint en revanche 0,1 bar/j.

I-2 Profil de dérive en phase d'adaptation

Les conditions opératoires (phases de développement et concentration en biomasse durant cette période) et les dérives associées à ces expériences, sont consignées dans le tableau III-2 et représenté sur la figure III-2. On peut également trouver en annexe 3, « l'historique » du déroulement de ces trois années d'expérimentation avec les événements particuliers qui se sont produits induisant une augmentation du temps d'adaptation. (changement de stator de pompe, changement de membrane du à une membrane cassée et autres problèmes techniques).

Les valeurs des dérives varient beaucoup :

- un minimum de 16,9 Pa/h est atteint pour une période d'ensemencement et de concentrations en MES comprises entre 2,6 et 3,9 g/L.

- Le maximum atteint est de 900 Pa/h ou 0,2 bar/j. Dans ces conditions, sachant que la pression maximale admise dans un BAMI est d'environ 0,6 bar le pilote pourra fonctionner au maximum 3 jours.

- La valeur moyenne de dérive pour les phases non stabilisées est de 260 Pa/h (0,06 bar/j).

Il semble donc que les phases de lancement soient des phases critiques.

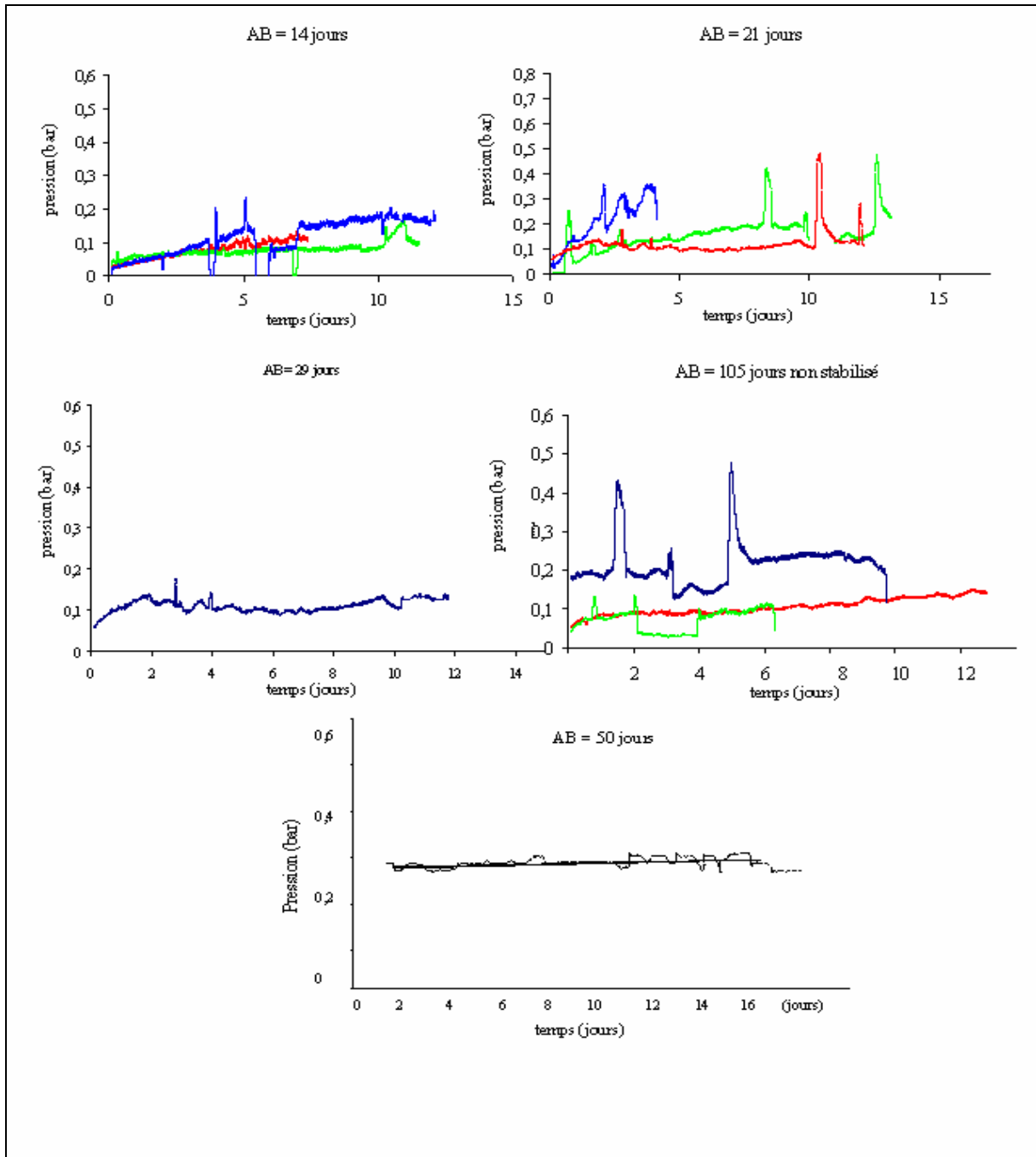


Figure III-1 : Courbes d'évolution de la pression transmembranaire en fonction de l'âge de boue

AB (jours)	Dérive (Pa/h)		
	14 (C = 5 g/L)	55	20
21 (C = 10 g/L)	270	19	42
105 non stabilisé (C = 7 g/L)	13	20	23
29 (C = 7 g/L)		7	
50 (C = 5 g/L)		8	

Tableau III-1 : Dérive de pression en fonction de l'âge de boue

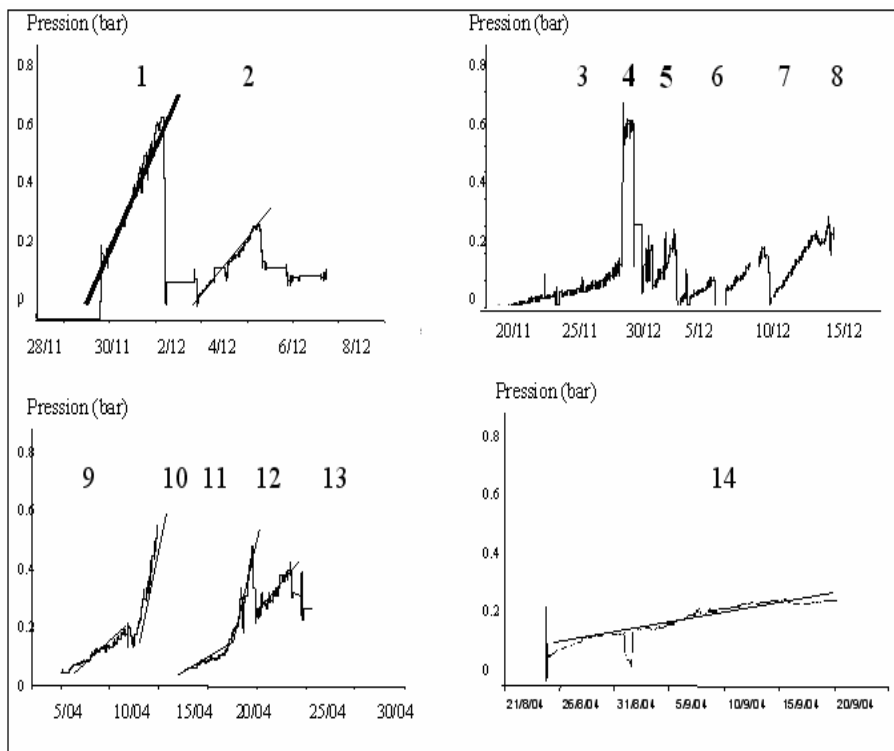


Figure III-2 : Courbes d'évolution de la pression transmembranaire pour des expériences réalisées pendant des phases d'adaptation et d'ensemencement

Phase de développement	Expérience	Dérive Pa/h
Ensemencement (C = 4,5-4,6g/L)	1	903
	2	500
Ensemencement (C = 4,6-3,3g/L)	3	54,47
	4	163,5
	5	531,2
	6	128,8
	7	207,3
	8	303,6
Adaptation (C=3-4,7g/L)	9	86
	10	541,7
	11	63,7
	12	54,7
Ensemencement (C=3,9-2,6g/L)	13	169,3
	14	16,9

Tableau III-2 : Dérives de pression en fonction pour différents cycles de filtration pour des phases d'ensemencement et d'adaptation

Ce paragraphe a pour but de ne présenter que l'allure générale des courbes expérimentales des trois années de travail. Sur ces phases là, aucune conclusion spécifique sur des résultats globaux ne peut bien sûr être avancée du fait des changements incessants de paramètres biologiques et de filtration.

Il semble tout de même que le colmatage soit plus important pendant les phases d'adaptation que pendant les phases stabilisées. Peu de différence est observable pour des conditions stabilisées en âges de boues alors que les dérives associées aux phases d'adaptation peuvent atteindre des valeurs très élevées (jusqu'à 900 Pa/h). Il apparaît alors important de définir le rôle de chaque paramètre (biologique et de filtration).

II Effet des conditions de filtration sur les performances du bioréacteur.

Le mode de filtration choisi pour minimiser le colmatage est un mode discontinue alliant des successions de cycles de filtration / arrêt / rétrolavage avec injection tangentielle d'air. Dans un souci de rentabilité il est nécessaire d'évaluer la pertinence de ces paramètres en quantifiant leurs effets dans notre système d'étude.

On présentera alors dans cette section l'intérêt du temps d'arrêt, l'influence des rétrolavages ainsi que l'effet de l'aération grosses bulles. L'effet de ces trois facteurs sera également discuté en fonction de la filtrabilité de la boue.

II-1 Influence du rétrolavage

Selon la littérature le rétrolavage (RL) limite le colmatage interne en prévenant du bouchage des pores mais favorise aussi l'évacuation de la boue du faisceau de fibres. Les résultats des recherches concernant ce paramètre sont très variés et dépendent en réalité de l'effluent traité, de la configuration du réacteur et de celle du module membranaire (taille des fibres et du faisceau, compacité, perte de charge le long des fibres).

Dans le cadre de cette étude on a donc mené dans un premier temps une analyse préliminaire afin de déterminer les conditions optimales de fonctionnement des rétrolavages. Les expériences menées ont eu pour objectif de déterminer l'influence de la fréquence des rétrolavages et de leurs

durées sur la dérive de la pression transmembranaire. L'efficacité des rétrolavages en fonction des conditions biologiques et de la filtrabilité de la boue a ensuite été étudiée.

II-1.1 Expérience préliminaire (Albasi et al (2003))

Pour les premières expériences, la durée des rétrolavages avait été fixée à 1 minute. Aucune dérive significative de la pression n'a été observée. Afin de diminuer la consommation de perméat, la durée du rétrolavage a été réduite. Des essais avec une durée de rétrolavage de 30 secondes ont été réalisés. Le même résultat a été observé que pour une minute de rétrolavage. Par la suite la durée des rétrolavages a été réduite à 20 secondes ce qui a alors conduit à une augmentation de la dérive de la pression transmembranaire jusqu'à 85 Pa/h.

Des essais ont été ensuite réalisés en conservant une durée de 30 secondes et en modifiant la fréquence d'injection. Deux fréquences ont été testées : une injection de 30 secondes toutes les 20 minutes ou une injection toutes les heures. Aucune différence n'est observée entre ces deux modes. Ces deux fréquences conduisent à une dérive de 30 Pa/h. Une fréquence de rétrolavage de 30 secondes toutes les heures a donc été retenue comme condition de rétrolavage adéquate pour le système d'étude.

En terme d'interprétation des phénomènes, il semble que ces rétrolavages ont essentiellement un effet de "déconcentration". En effet, même si les fibres sont libres, le faisceau est maintenu dans un tube (pour en faciliter la manipulation, remplissage 10%), et les rétrolavages permettent d'évacuer les amas formés en filtration. Dans le tableau III-3, sont consignés les volumes d'eau de rétrolavage et la longueur de tube correspondante. Sachant que le tube fait 250 mm de long, on constate que pour évacuer le volume du tube, il faut des rétrolavages d'au moins 30 secondes.

Débit de rétrolavage : 20 l/h ; Débit de perméat : 3L/h Taux de remplissage 10% ; Longueur du tube : 250mm		
Temps RL (sec)	Vol de RL (ml)	Longueur (mm)
20	111	153
30	167	231
60	333	462

Tableau III-3 : volume de rétrolavage en fonction de sa durée.

Tel que nous l'avons observé, l'effet du rétrolavage a donc bien été une déconcentration du carter contenant le module.

II-1.2 Rétrolavage, perméabilité journalière et conditions biologiques

Comme présenté dans la partie bibliographique (Bouhabila et al.(2001)), la perméabilité journalière (définition chapitre II § I-2.2) peut être utilisée comme indicateur de l'efficacité des séquences de rétrolavage. On a alors comparé l'évolution de la perméabilité journalière sans rétrolavage et pour un rétrolavage de 30 secondes toutes les heures dans différentes conditions biologiques.

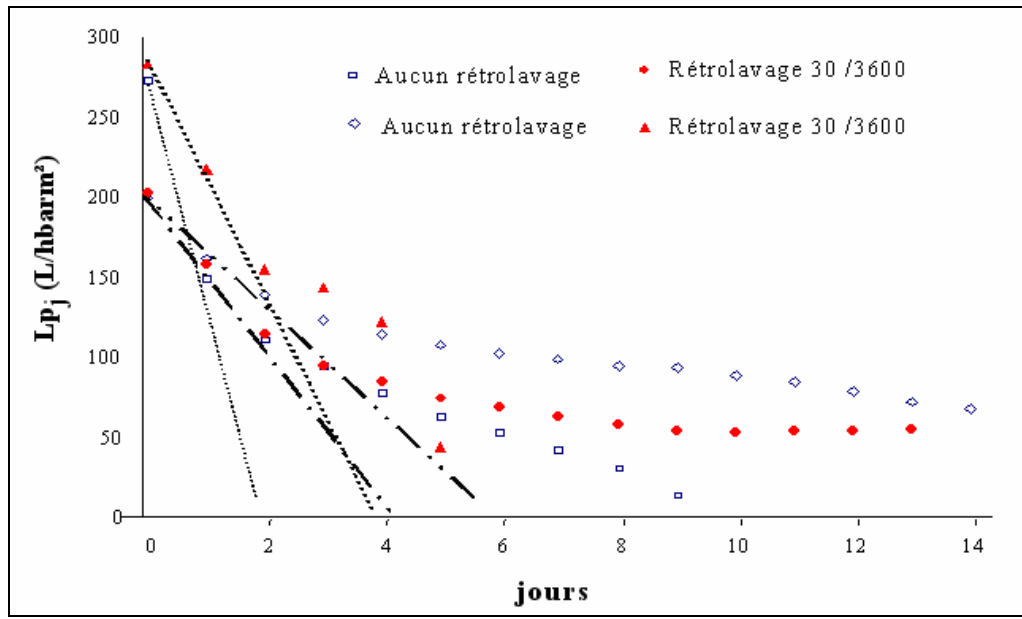
Pour comparer l'effet unique du rétrolavage les conditions de filtration restent identiques pour chaque expérience (5 minutes de filtration suivies de 5 minutes de relaxation et une aération synopée en marche une minute sur six). Les expériences ont été réalisées pour quatre conditions biologiques différentes : une première phase de lancement (qui correspond aux tout premiers jours de fonctionnement du bioréacteur après ensemencement), une phase dite d'adaptation (caractérisée par un changement dans le métabolisme microbien), une deuxième phase de lancement, et une phase stabilisée à un âge de boue de 14 jours.

La figure III-3 représente les résultats obtenus pour ces différentes séquences de rétrolavages.

- La première expérience effectuée sans rétrolavage pendant la phase de lancement (◇) conduit à une chute relativement lente de la perméabilité journalière pour atteindre au bout d'une semaine une stabilisation de la perméabilité journalière autour de 60 L/h.bar.m².

- Un résultat similaire est obtenu pour l'expérience réalisée avec rétrolavage pendant une phase stabilisée (●)

- En revanche, pour les deux autres expériences, effectuées pendant une deuxième phase de lancement sans rétrolavage (□) et une phase d'adaptation avec rétrolavage (▲), on observe une rapide chute de la perméabilité journalière sans stabilisation. Les expériences ont du alors être respectivement arrêtées au bout de dix et six jours.



- ◇ : ensemencement (MES = 3,9 g/L), □ lancement ensemencement (MES = 4,6 g/L)
- ▲ : phase d'adaptation (MES = 5,2 g/L) ● AB = 14 jours stable (MES = 5,1 g/L)

Figure III-3 : Evolution de la perméabilité journalière avec ou sans rétrolavage. Expériences réalisées pour des conditions de filtration de 5 minutes suivies de 5 minutes de relaxation et une aération syncopée en marche 1 minute sur 6

L'intérêt du rétrolavage semble d'après ces expériences assez limité dans les conditions dans lesquelles le travail a été effectué. Il ne ressort des expériences précédentes aucun avantage manifeste quant à la mise en place de rétrolavages.

L'inutilité des rétrolavages est confirmée par l'allure des pentes de la chute des perméabilités instantanées sur les 3 premiers jours d'expérience. Qu'il y ait ou pas de rétrolavage ces pentes sont similaires : les rétrolavages dans les conditions de notre étude ne permettent donc pas de limiter le colmatage, tout au moins plus qu'il ne l'est déjà.

Ces résultats soulignent en fait que l'efficacité des rétrolavages dépend finalement moins de son séquençage que des conditions biologiques. En effet d'après l'allure de la perte de perméabilité journalière, le colmatage est néanmoins limité mais de façon différente selon les expériences considérées. Or nous avons affaire ici à des fluides obtenus dans des conditions biologiques différentes. Nous allons par conséquent dans une étape suivante essayer de relier l'efficacité du rétrolavage à la nature du milieu colmatant.

II-1.3 Rétrolavage et filtrabilité de la boue

Pour pouvoir discuter de l'influence de la filtrabilité de la boue sur l'efficacité du rétrolavage on a comparé la dérive de pression de deux expériences réalisées dans des conditions de filtration strictement identiques et pour des boues ayant une filtrabilité bien distincte. Les expériences ont donc été effectuées pour des cycles de 5 minutes de filtration 5 minutes de relaxation, 30 secondes de rétrolavage toutes les heures et une aération grosses bulles fonctionnant 1 minute toutes les 6 minutes.

Dans un premier cas (figure III-4a) la résistance spécifique vaut $2,11 \cdot 10^{12}$ m/kg alors que dans le deuxième cas (figure III-4b) elle vaut $1,09 \cdot 10^{14}$ m/kg, soit 50 fois plus forte.

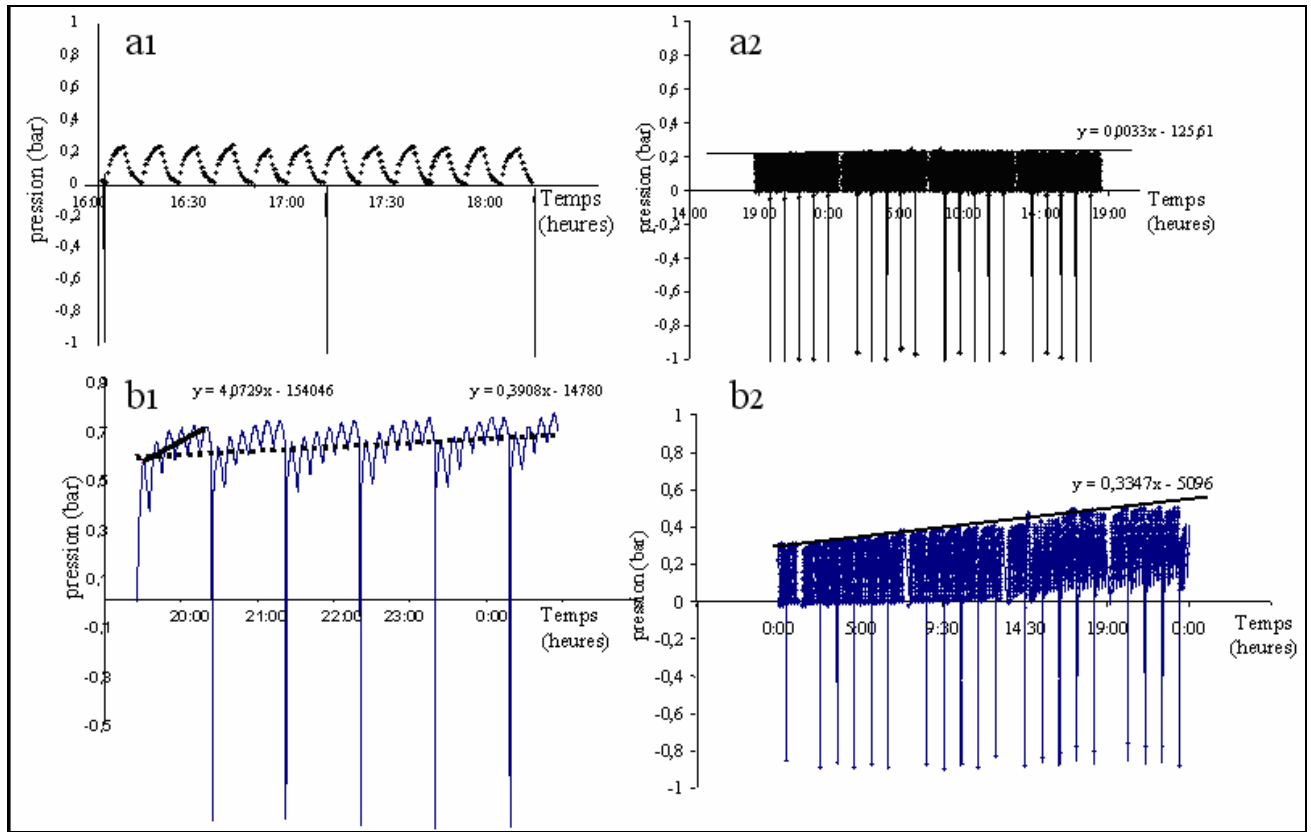
Cette différence dans la valeur de la résistance spécifique est à l'origine d'une efficacité de rétrolavage totalement différente.

- Dans le premier cas, la dérive de pression entre deux rétrolavages est nulle (figure III-4a1). La filtration non continue associée à une faible valeur de la résistance spécifique suffit pour limiter le colmatage. Il en résulte une très faible dérive de pression entre deux phases de rétrolavage (a1) et ce, sur une journée (a2). Le rétrolavage dans ce cas n'a aucun intérêt.

- dans le deuxième cas on peut noter qu'entre deux rétrolavages la dérive de pression est extrêmement forte (4,7 bar/j) (figure III-4b1), alors que sur l'ensemble des cycles la dérive est de 0,33 bar/j (figure III-4b2). Dans ce cas le rétrolavage permet de diminuer d'un facteur 10 la dérive de pression quotidienne. Dans le cas où la boue est caractérisée par une forte résistance spécifique les conditions de filtration entre deux rétrolavages ne permettent pas d'empêcher le dépôt de matière à la surface de la membrane. Le rétrolavage est dans ce cas utile pour décolmater la membrane. Néanmoins même dans ce dernier cas la dérive de pression avec les rétrolavages reste très importante. Au bout d'une journée la pression transmembranaire est si haute que le pilote doit être arrêté afin de nettoyer chimiquement la membrane. Cette dernière remarque renforce l'idée du faible intérêt de l'insertion de séquence de rétrolavage dans les cycles de filtration – arrêt.

Finalement l'indépendance de la chute de la perméabilité journalière avec les séquences de rétrolavage montre la faible efficacité du rétrolavage dans la prévention ou du dépôt de particules à la surface de la membrane. D'autre part même quand les rétrolavages semblent bénéfiques à une limitation de la dérive de la pression, un lavage chimique est tout de même à court terme nécessaire. Le rétrolavage ne permet donc pas non plus d'éviter un colmatage par adsorption ou de rallonger l'intervalle entre deux lavages chimiques.

La dépense énergétique liée à de telle séquence sera alors discutée dans le chapitre V comparativement aux autres facteurs prévenant du colmatage (temps d'arrêt, aération).



a Expérience réalisée pour une résistance spécifique de $1,09 \cdot 10^{14}$ m/kg

b Expérience réalisée pour une résistance spécifique de $2,11 \cdot 10^{12}$ m/kg

Figure III-4 Intérêt du rétrolavage en fonction de la filtrabilité de la boue

II-2 Intérêt du temps de non filtration

De nombreuses études ont montré qu'un temps d'arrêt dans la filtration était primordial dans les bioréacteurs à membrane immergée. Ce temps de pause permet en effet de limiter l'apport de matière à la surface de la membrane et ralentit ainsi la vitesse de colmatage globale. C'est en général la seule explication avancée pour appuyer l'intérêt de ce facteur et rares sont les études qui donnent une explication pour fixer la durée de ce temps d'arrêt.

Pour bien appréhender l'influence de ce temps d'arrêt, revenons sur le principe de fonctionnement d'un BAMI. La filtration dans un tel réacteur s'effectue en dépression. Quand elle est stoppée le système met un certain temps pour revenir à pression atmosphérique. On appelle cette phase, le temps de relaxation. Ce temps dépend de l'état de colmatage de la membrane puisque c'est par une circulation du fluide à travers la membrane éventuellement colmatée que le système retrouve la pression atmosphérique. Deux paramètres vont alors influencer directement sur ce temps de relaxation :

- La valeur de la perméabilité de la membrane : plus la perméabilité sera faible et plus le temps de relaxation sera long.

- La capacité de colmatage du milieu. En absence de toute force rétrodiffusive (aération ou rétrolavage) le dépôt de matière sur la membrane, pour un temps de filtration donné, va être d'autant plus important que la résistance spécifique du milieu sera importante. La surface de la membrane s'en trouve alors d'autant plus réduite et en conséquence la quantité de fluide qui devra passer pour que le système retrouve la pression atmosphérique mettra plus de temps pour s'écouler. En conséquence, on peut supposer que plus la résistance spécifique de la boue sera élevée et plus le temps de relaxation sera long.

Idéalement le temps d'arrêt entre les séquences de filtration devrait être fixé égal au temps de relaxation. Mais il est évident que si ce dernier est trop long, le temps d'arrêt ne pourra être équivalent faute de rentabilité. Il apparaît alors intéressant d'étudier l'évolution du temps de relaxation pour différentes qualités de boue (différentes résistances spécifiques) et de discuter de sa durée selon la valeur de la perméabilité de la membrane.

II-2.1 Temps de relaxation et filtrabilité de la boue

Pour mesurer le temps de relaxation on a opéré une filtration longue et on a ensuite mesuré le temps nécessaire pour que la pression transmembranaire revienne à la pression atmosphérique après arrêt de la filtration. La filtration longue est dans un premier temps réalisée en absence d'aération et jusqu'à ce que la pression transmembranaire atteigne 0,5 bar. Des expériences ont également été réalisées pour une aération syncopée d'une minute sur six pour une boue ayant une capacité de colmatage différente. Les résultats de ces expériences sont respectivement présentés sur les figures III-5a et III-5b.

Si l'on compare l'évolution de la résistance spécifique avec le temps de relaxation mesuré en absence d'aération (figure III-5a) on peut remarquer que ces deux paramètres évoluent de la même manière. Une augmentation de la résistance spécifique induit une augmentation du temps de relaxation.

En revanche aucun lien direct entre ce temps de relaxation et la valeur de la résistance spécifique n'est observable. Ainsi le passage d'une résistance de l'ordre de 10^{14} m/kg (point A) à une résistance de 10^{13} m/kg (point B) n'induit pas une forte chute du temps de relaxation. Ce dernier reste en effet, respectivement de 17,4 et 15,5 minutes.

En revanche sur la figure III-5b, on peut remarquer que le passage d'une résistance spécifique de l'ordre de 10^{16} m/kg (zone C) à une résistance de l'ordre de 10^{14} - 10^{15} m/kg (zone D) induit une forte chute du temps de relaxation puisque ce dernier passe de 15-30 minutes à 5 minutes.

Cette première analyse montre bien qu'une variation dans la résistance spécifique de la boue induit une variation dans le même sens du temps de relaxation. Mais cette augmentation n'est pas proportionnelle à l'augmentation de la résistance spécifique si cette dernière est dans une gamme de 10^{14} à 10^{15} m/kg. Le passage d'une résistance de 10^{16} à 10^{15} m/kg conduit, en revanche, à une diminution nette du temps de relaxation.

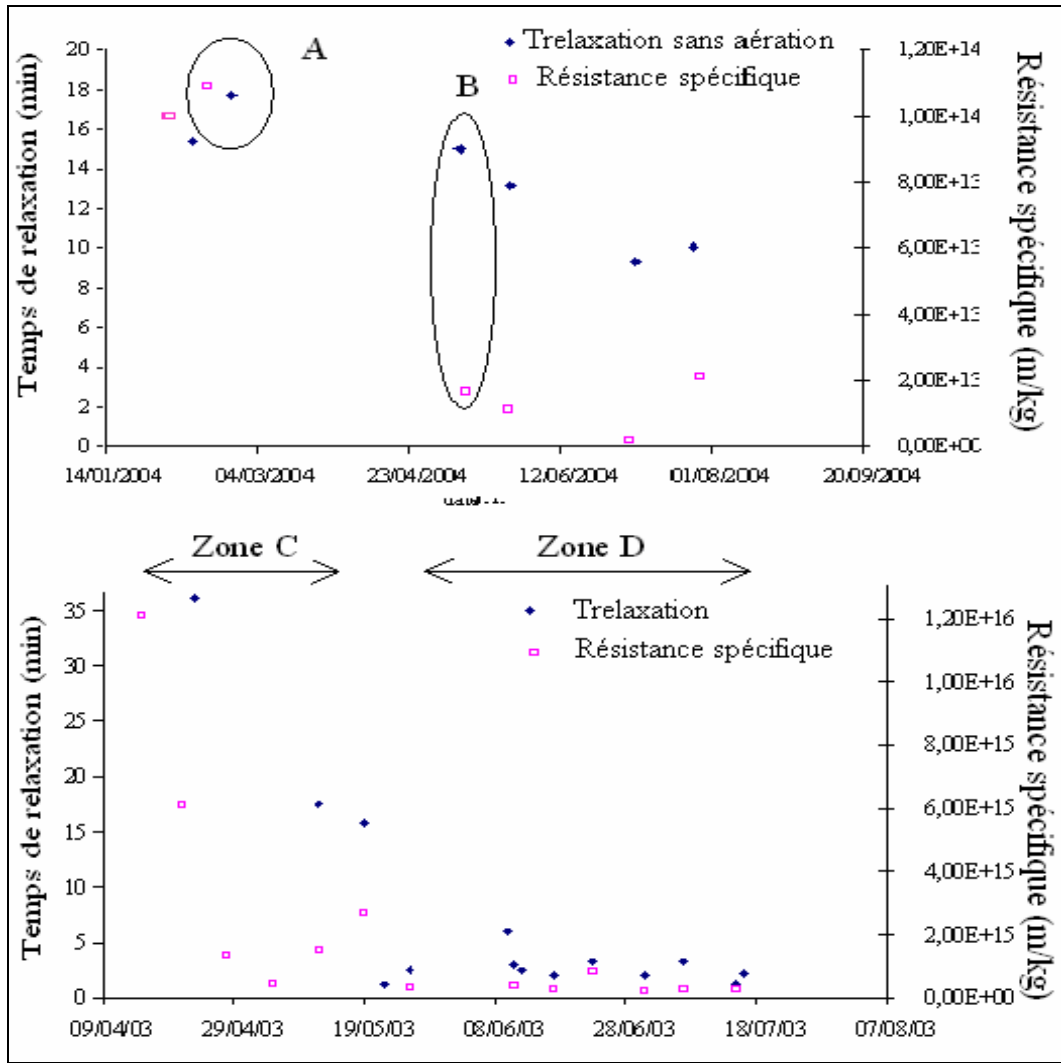
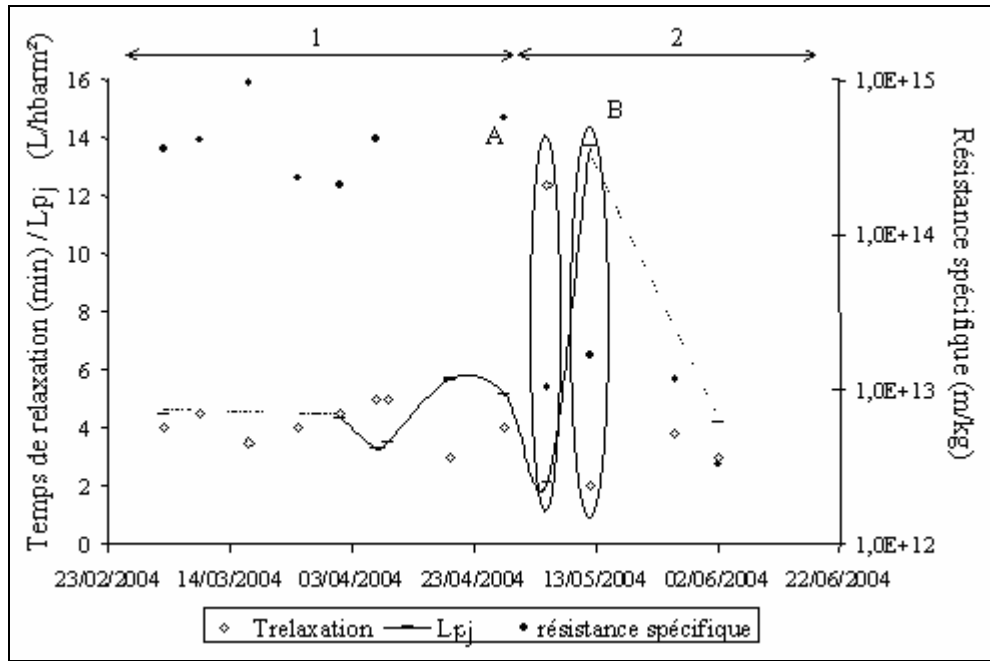


Figure III-5 : Evolution comparée de la résistance spécifique et du temps de relaxation évaluée d'après des tests de filtration longue

II-2.2 Temps de relaxation filtrabilité et perméabilité journalière.

Le test de filtration longue ne peut être réalisé quotidiennement puisqu'il nécessite l'arrêt momentané du pilote et nuit à un suivi rigoureux de ses performances, en particulier celles liées à l'effet des conditions biologiques sur le long terme. C'est pourquoi on a par la suite déterminé le temps de relaxation sur les cycles de filtration imposés, c'est à dire sans opérer de filtration longue. Le temps de relaxation est donc calculé en mesurant le temps moyen nécessaire pour que la pression transmembranaire revienne à pression atmosphérique après chaque cycle de filtration. Si le temps d'arrêt initialement imposé est plus long que le temps de relaxation, ce dernier est aisément mesuré. En revanche si le temps d'arrêt est trop court une extrapolation linéaire a alors été effectuée. En parallèle la perméabilité journalière a été calculée.

Ce type d'analyse a pour objectif d'évaluer l'influence comparée de la résistance spécifique et de l'état de la membrane (L_p) sur le temps de relaxation nécessaire. Les résultats sont consignés sur la figure III-6.



Temps de relaxation déterminé après 5 minutes de filtration

Figure III-6 : Evolution comparée de la résistance spécifique, du temps de relaxation et de la perméabilité journalière.

Deux parties peuvent être distinguées selon la valeur de la résistance spécifique : dans la première partie de la figure III-13 (zone 1), les résistances spécifiques sont comprises entre 10^{14} m/kg et 10^{15} m/kg. Sur la deuxième partie de la courbe (zone 2), on peut noter une chute de la résistance spécifique jusqu'à une valeur de 10^{13} m/kg. Pour ces deux zones la variation du temps de relaxation reste faible et oscille autour de 4 à 5 minutes ; en parallèle aucune variation nette de la perméabilité n'est globalement observable. Une valeur moyenne de 40 L/h.bar.m² peut être calculée.

Si l'on regarde plus précisément le passage de la zone 1 à la zone 2 on peut noter deux points avec des comportements remarquables :

- Le point A conduit, pour une résistance spécifique de $1,02 \cdot 10^{13}$ m/kg à un temps de relaxation de 12,35 minutes.
- Le point B conduit, pour une résistance spécifique du même ordre ($1,66 \cdot 10^{13}$ m/kg) à un temps de relaxation de seulement 2 minutes, ce qui est le temps le plus faible de toutes les expériences.

Pour expliquer ce phénomène il faut regarder la valeur de la perméabilité journalière. Pour le point A, la perméabilité est de $21,4 \text{ L/h.bar.m}^2$ alors que pour le point B la perméabilité est de 137 L/h.bar.m^2 . Pour des perméabilités journalières différentes, les temps de relaxation ne vont plus nécessairement suivre la même tendance que l'évolution de la résistance spécifique. Une diminution de la résistance spécifique ne conduit pas obligatoirement à une diminution du temps de relaxation. En effet dans ce cas il faut tenir compte de la valeur de la perméabilité de la membrane. En fait le temps de relaxation évolue de façon inverse à la perméabilité journalière. Le temps de relaxation varie peu autour de 4 minutes quand la perméabilité journalière oscille autour de 40 L/h.bar.m^2 , en revanche si la perméabilité passe en dessous de 30 L/h.bar.m^2 , on note une forte augmentation du temps de relaxation. Au contraire si la perméabilité passe au dessus de 100 L/h.bar.m^2 on peut noter une nette diminution du temps de relaxation.

Ces valeurs de perméabilité journalière pourraient alors être des indicateurs de la nécessité de lavage chimique.

Finalement d'après ces expériences on peut conclure que :

- L'influence de la résistance spécifique sur le temps de relaxation, dans une gamme de 10^{14} à 10^{15} m/kg, reste faible. Dans ce cas, pour des perméabilités journalières similaires, la variation de la résistance spécifique conduit à une variation dans le même sens du temps de relaxation mais un changement dans la gamme de valeur de résistance spécifique ne conduit pas à un changement brutal du temps de relaxation.

- Si la résistance spécifique atteint les 10^{16} m/kg, une augmentation significative du temps de relaxation est alors enregistrée

- Quelles que soient les valeurs des résistances spécifiques, le temps de relaxation évolue de façon inverse à la valeur de la perméabilité journalière. En dessous de 30 L/h.bar.m², le temps de relaxation devient très long . Autour de 40 L/h.bar.m² le temps de relaxation ne varie que très peu et au dessus de 100 L/h.bar.m², le temps devient très court.

II-3 Influence de l'aération grosse bulle.

Il a été souligné dans la partie bibliographique que l'aération est un paramètre clé dans la prévention du colmatage mais c'est également le paramètre le plus coûteux énergétiquement. Une bonne maîtrise de ce facteur est donc indispensable pour la rentabilité du procédé. L'objectif de ce paragraphe est donc de proposer les clés de la gestion de ce facteur.

II-3.1 Etude préliminaire : influence d'un débit d'aération continue

Il est reconnu qu'une augmentation du débit d'aération conduit à une diminution du colmatage mais de nombreuses études font également mention d'un débit seuil au-delà du quel aucune amélioration n'est percevable.

Une étude préliminaire a donc été menée afin de déterminer si dans le cadre de notre pilote un tel phénomène était observable ou non. Cela permettra de fixer la plage de travail ultérieure. On a alors suivi la dérive de pression transmembranaire sur 48 heures associée à différents débits d'aération. Les résultats sont consignés sur la figure III-7.

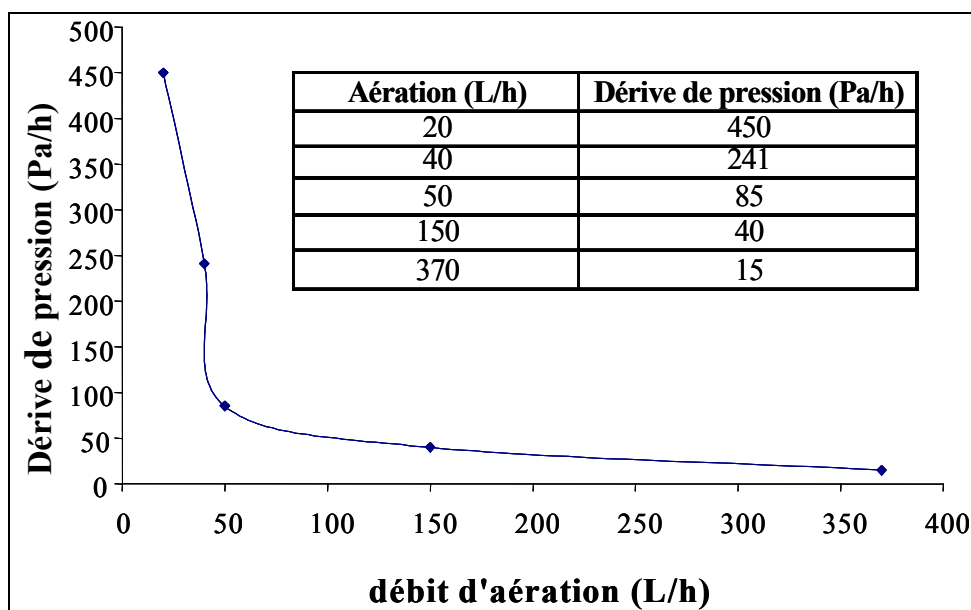


Figure III-7 : Dérive de pression en fonction du débit d'aération

L'analyse de la figure III-7 montre qu'en dessous de 50 L/h la dérive de pression est significative. Une diminution du débit de 20 % engendre en effet une augmentation de la dérive de 183 %. Un fort colmatage a lieu par prise en masse du faisceau de membranes. L'aération n'est pas suffisante pour prévenir de cet encrassement et surtout ne suffit pas pour l'enlever.

La dérive devient faible à partir de 50 L/h et totalement négligeable pour un débit d'aération de 370 L/h. On peut considérer ici que la valeur seuil se trouve autour de 50 L/h puisqu'une augmentation de débit de 300 % n'engendre qu'une diminution de pression de 50 %. Le reste du travail sera donc effectué dans cette gamme de débit.

II-3.2 Influence du mode d'aération

II-3.2a Aération et dérive

Pour minimiser la consommation énergétique engendrée par l'injection de ces bulles il faut minimiser la dérive de pression en utilisant un débit le plus petit possible. Au vu des résultats consignés sur la figure III-7 on a choisi de travailler à un débit proche de 50 L/h soit un flux de 166 L/hm² (ou 5m³ air/h.m³ réacteur) mais distribué différemment.

- Dans une première expérience l'air a été injecté à 50 L/h en continu
- Une deuxième expérience a consisté à injecter un débit de 100 L/h d'air une minute sur deux
- Dans la troisième expérience un débit de 200 L/h d'air a été injecté une minute toutes les six minutes (flux net 111 L/h.m²).
- Une dernière expérience a été réalisée avec un débit d'air de 370 L/h d'air mais en espaçant la fréquence d'injection toutes les 12 minutes (flux net 100 L/h.m²).

A la fin de chaque expérience la membrane est sortie du réacteur et remplacée par une autre afin de partir du même état initial.

Les dérives de pression associées à ces différentes expériences sont représentées sur la figure III-8. Les dérives de pression diminuent quand la fréquence d'aération diminue. Pour une aération continue on observe une faible dérive de pression pendant les trois premiers jours. Ce résultat est cohérent avec les résultats préliminaires mais cette dérive augmente brutalement après le quatrième jour de fonctionnement pour atteindre au final une dérive de 493 Pa/h. Un phénomène

similaire est observable pour la deuxième expérience avec une aération syncopée une minute sur deux.

Ces résultats peuvent être expliqués en considérant l'interprétation faite par Ognier et al. (chapitre I-§ III-1). Initialement les conditions de filtration en termes de flux séquencé et de débit d'aération suffisent pour observer un faible colmatage. Mais même dans les conditions d'un flux durable, un colmatage progressif s'opère. Dans ces conditions, au bout de 3 jours d'expérience la surface disponible de membrane est trop faible, le flux durable devient un flux critique et une forte dérive de pression est enregistrée.

En revanche, pour l'aération intermittente d'une minute sur six, une très faible dérive est enregistrée durant les deux semaines d'expérience (58 Pa/h). Si on augmente encore l'espacement dans la fréquence d'injection des bulles on obtient alors une très faible dérive de 39 Pa/h.

D'après cette expérience il est indéniable que le fait de syncoper l'aération soit bénéfique pour une meilleure prévention du colmatage. Cette technique ouvre également une voie dans la minimisation de la consommation énergétique. On reviendra sur ce sujet dans le chapitre V.

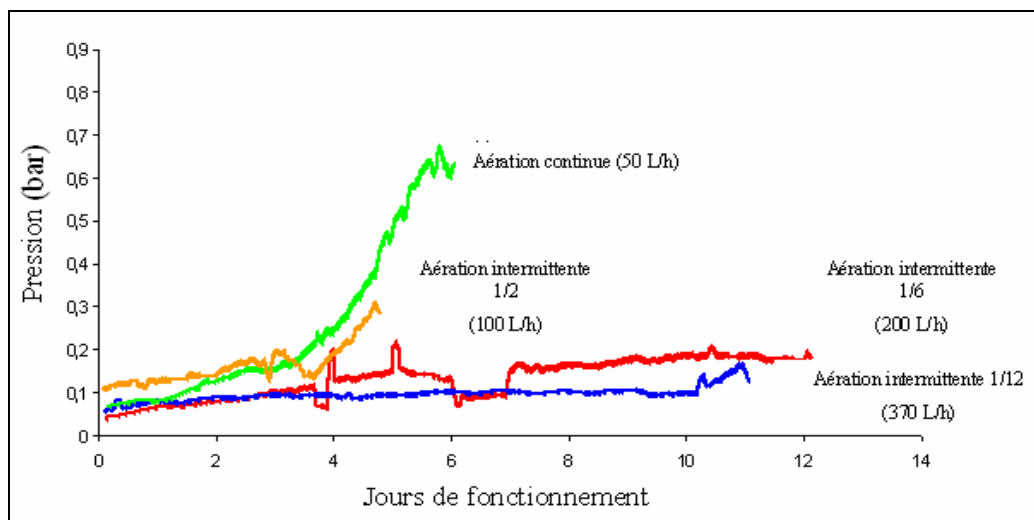


Figure III-8 : Evolution de la pression transmembranaire selon le mode d'injection du débit d'aération.

II-3.2b Aération et état de la boue

En parallèle des expériences menées précédemment on a suivi l'indice de décantation de la boue selon ces différents modes d'aération. Cette expérience a été réalisée afin d'étudier l'impact du

mode d'aération sur l'état de la boue. Les résultats sont consignés dans le tableau III-4. Il est intéressant de noter que l'indice de boue décroît avec une diminution de la fréquence d'aération.

Pour une aération continue la boue est non décantable alors que pour une aération syncopée une minute sur douze l'indice de décantation souligne une boue ayant une bonne floculation. Il semble donc qu'une augmentation du débit d'aération ne perturbe pas l'état de floculation de la boue.

En revanche plus l'aération est fréquente (tendance à être continue) et plus l'état de la boue s'en trouve perturbé (augmentation de son indice de boue). Ces résultats suggèrent qu'une perturbation et un cisaillement continu aussi minime soit-il, induisent une destructuration de la boue. Une analyse plus approfondie sur l'effet de la perturbation hydrodynamique sur l'état de la boue sera proposée dans le chapitre IV.

Mode	Débit	Indice de boue
C ontinu	50 L/h	Non décantable
1/6	200 L/h	241 (Décantable)
1/12	370 L/h	86 (Très décantable)

Tableau III-4 : Lien entre mode d'aération et état de floculation pour un âge de boue de 14 jours

II-4 Synthèse sur l'influence du mode de filtration

Les paragraphes précédents ont conduit à l'obtention de conditions opératoires pour le pilote alimenté par une solution synthétique. Cette obtention est passée par un protocole consistant en une caractérisation de la boue en filtration, et une adaptation des paramètres de la filtration selon leur efficacité pour cette boue. Il est apparu que :

- Les rétrolavages sont utiles à une déconcentration du carter de protection de la membrane. Mais aucune action sur l'évacuation effective d'un gâteau de boue ou sur la limitation de l'adsorption quelles que soient les conditions biologiques n'a pu être démontrée dans le cas de la configuration du pilote utilisé dans cette étude.

- La variation du temps de relaxation (temps pour que la pression transmembranaire revienne à pression atmosphérique après une phase de filtration) dépend de la résistance spécifique de la boue et de la perméabilité journalière de la membrane.

- Pour une résistance spécifique comprise entre 10^{14} et 10^{15} m/kg le temps de relaxation varie peu et reste faible (de l'ordre de 5 minutes).
- Si la résistance spécifique atteint les 10^{16} m/kg une augmentation significative du temps de relaxation est observée. Ce temps passe de 5 à 35 minutes pour des résistances spécifiques respectives de $2 \cdot 10^{15}$ et $1,2 \cdot 10^{16}$ m/kg.
- Quelles que soient les résistances spécifiques le temps de relaxation évolue de façon inverse à la valeur de la perméabilité journalière. En dessous de 30 L/h.bar.m² le temps devient très long (15 minutes). Autour de 40 L/h.bar.m² il varie peu autour de 3 minutes. Au dessus de 100 L/h.bar.m² il devient très court (inférieur à 2 minutes)

- Un débit d'aération de 50 L/h a été dans un premier temps déterminé comme un seuil d'efficacité de ce paramètre. Une augmentation de ce débit n'entraîne pas sur 48 heures d'amélioration significative dans la diminution du colmatage. En revanche, sur des expériences plus longues un débit de 200 L/h est nécessaire pour limiter le colmatage. Un mode d'aération syncopé est alors préconisé afin de minimiser la dépense énergétique. Cette technique semble apparaître également comme moins destructrice pour la boue.

De façon à pouvoir généraliser cette méthodologie on va chercher par la suite à fournir une interprétation à l'effet observé des paramètres limitant le colmatage.

III Détermination du type de colmatage et de sa nature en fonction du mode de filtration

III-1 Détermination du type de colmatage.

Afin de déterminer le type de colmatage se produisant majoritairement au sein du bioréacteur on a suivi le protocole proposé par Grenier et al. (2003) présenté dans le chapitre II « matériel et méthodes » § II-4.2. On a donc prélevé des échantillons de boue puis on les a filtrés à travers une membrane en acétate de cellulose 0,2 microns à 0,3 bar. La dérivée seconde du rapport temps sur volume a été ensuite tracée en fonction de la dérivée première de ce même rapport. Comme indiquée dans la partie « matériel et méthodes » cette technique permet ainsi d'identifier une éventuelle succession de différents types de colmatages. Les membranes utilisées pour cette

analyse n'ont pas la même composition que les membranes utilisées dans le bioréacteur, mais une étude présentée dans l'annexe 3 a permis de montrer que les résultats pour ce genre d'analyse étaient similaires pour les deux types de membrane.

La figure III-9 représente les courbes obtenues suite à la filtration de boue extraites quand le pilote fonctionnait à un âge de boue de 20 jours, pendant une phase d'adaptation et à un âge de boue de 29 jours. Pour les trois conditions le tracé de dt^2/dV^2 en fonction de dt/dV aboutit à une pente proche de zéro. On a donc dans tous les cas un colmatage par gâteau. Ce traitement a été répété chaque fois qu'une résistance spécifique a été déterminée. Dans tous les cas un résultat révélateur d'un colmatage par gâteau a été obtenu.

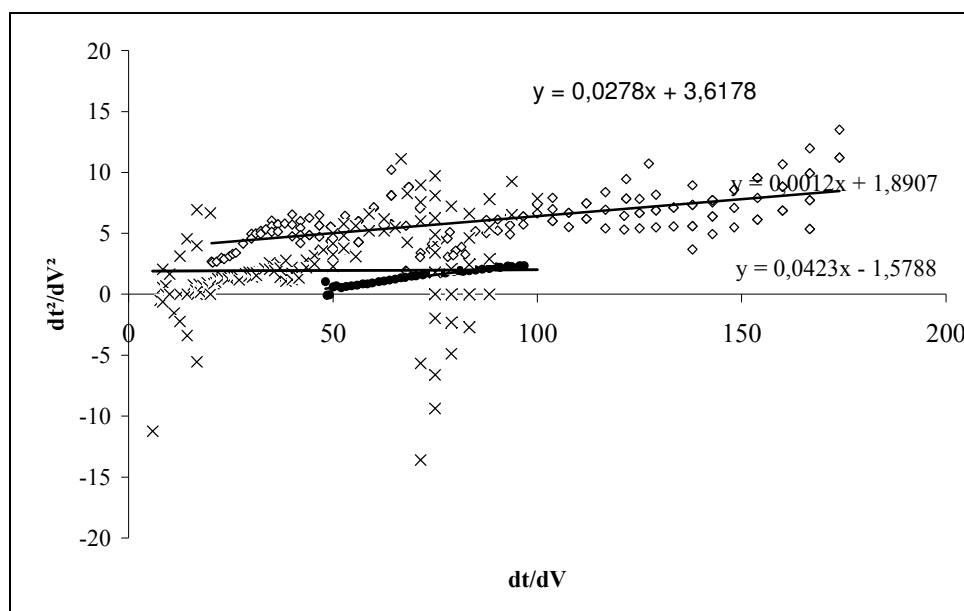


Figure III-9 : détermination du type de colmatage.

Ce genre d'analyse permet de mettre en évidence que la boue du bioréacteur a une forte tendance naturelle à former un gâteau quelles que soient les conditions biologiques. Mais ce n'est pas parce que cette technique n'a pas permis d'identifier d'autres phénomènes que ces derniers n'existent pas. On peut notamment penser qu'un colmatage par adsorption pourrait avoir lieu dans le bioréacteur. Pour rechercher plus précisément les causes et les phénomènes impliqués dans le colmatage on a alors mené une série d'expériences spécifiques afin de déterminer la part relative de colmatage réversible et irréversible au sein du bioréacteur.

III-2 Détermination de la part relative de colmatage réversible et irréversible.

Une série de six expériences sur des cycles de 8 à 15 jours a été menée en faisant varier le temps de filtration et le mode d'aération avec un double objectif d'obtenir d'une part une réponse de la dynamique du système en filtration et d'autre part des informations spécifiques à l'état de la membrane seule. Les conditions opératoires de ces expériences sont toutes consignées dans le tableau III-5. La figure III-10 représente l'évolution des perméabilités journalières de ces expériences. Deux modules membranaires ont été alternativement utilisés. Entre chaque expérience la membrane a été soumise au protocole de lavage chimique décrit au chapitre II § I-2.2 afin de repartir toujours avec le même état initial. Toutes les analyses présentées dans ce paragraphe sont basées sur ces six expériences.

Expériences	Temps de Filtration (min)	Temps d'arrêt (min)	Rétrolavage (s)	Mode d'aération	Etat physiologique
1	5	5	30/3600	1/6	adaptation
2	5	5	30/3600	1/6	adaptation
3	10	3	30/3600	1/6	stable
4	10	3	30/3600	1/6	stable
5	20	3	30/3600	1/12	stable
6	5	5	30/3600	continue	stable

AB de 14 jours, $C_m = 0,4 \text{ gDCO/gMES.j}$.

30/3600 = rétrolavage de 30 secondes toutes les heures

1/6 = aération intermittente une minute toutes les six minutes (200 L/h)

1/12 = aération intermittente une minute toutes les douze minutes (370 L/h)

Tableau III-5 : Conditions opératoires de six expériences

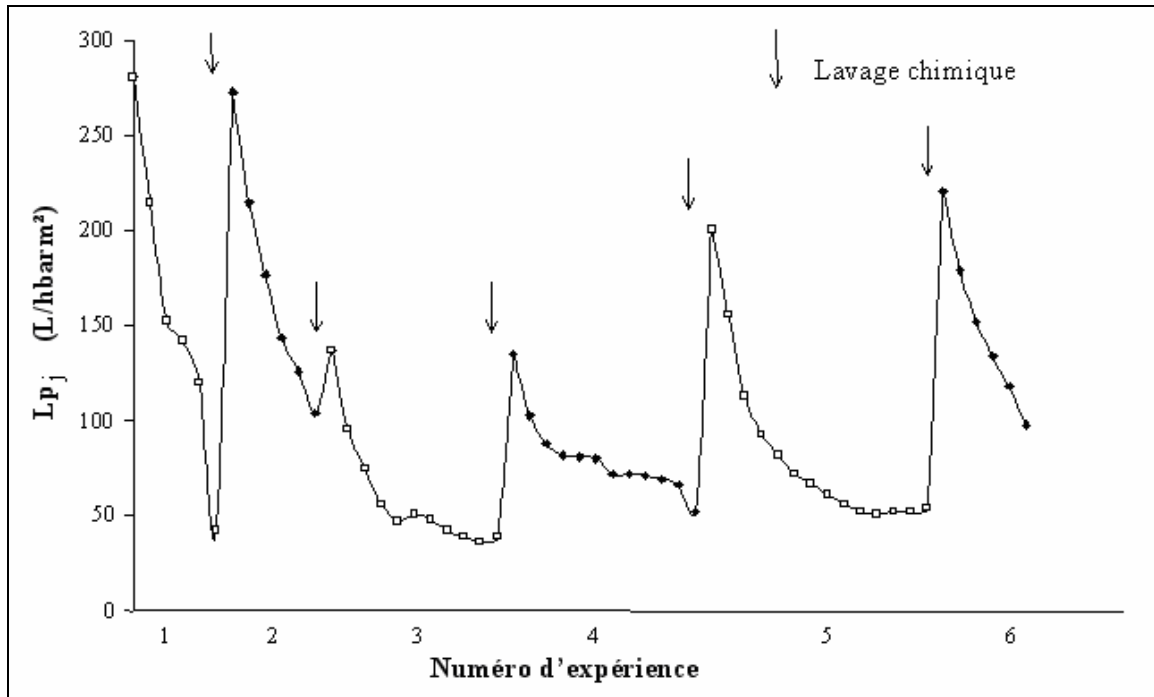


Figure III-10 : Evolution de la perméabilité instantanée pour un âge de boue de 14 jours

Sur la figure III-10 on peut noter que toutes les expériences conduisent à une forte chute de la perméabilité journalière (entre 60 et 70 % de la perméabilité initiale) dès les premiers jours de fonctionnement, ceci pour les deux membranes. On peut ensuite observer une tendance à une stabilisation pour les expériences 4, 5 et 6 autour de 50 L/h.bar.m². Cette stabilisation peut avoir

deux origines. La première proviendrait de la stabilisation de la formation d'un gâteau à la surface de la membrane. La membrane dans ce cas se comporterait comme une nouvelle membrane ayant une résistance intrinsèque augmentée de 70 %. La deuxième hypothèse consisterait à dire que la rapide chute de pression est due à un phénomène d'adsorption qui se stabiliserait après quelques jours de fonctionnement.

Pour vérifier ces hypothèses une étude en deux temps a été effectuée. Tout d'abord la simple observation de la membrane est reliée à la perte de perméabilité journalière. Par la suite les parts relative de colmatage réversible et irréversible ont été quantifiées en comparant la valeur de la perméabilité à l'eau et la perméabilité journalière de la membrane.

III-2.1 Analyse de l'évolution de la perméabilité journalière

Il est à noter que suite aux expériences 1 et 2 la perméabilité initiale au début des expériences 3 et 4 n'est pas totalement récupérée malgré le lavage chimique. Le lavage chimique ne permet en effet

de récupérer que 49 % de la perméabilité de la membrane entre les expériences 1 et 3 et 49,5 % entre les expériences 2 et 4. En revanche entre les expériences 3 et 5 et les expériences 4 et 6 le lavage chimique permet de récupérer à nouveau la perméabilité initiale de la membrane.

D'autre part la simple observation de la membrane avant le lavage chimique permet d'apprécier un comparatif entre une membrane neuve et une membrane colmatée. Une différence de couleur entre les deux membranes est clairement observable.

Le manque d'efficacité du lavage chimique pour les deux premières expériences et la simple observation de l'état de colmatage de la membrane font alors penser à un colmatage par adsorption.

Néanmoins lors des changements des membranes entre deux expériences on a également pu observer avant le lavage chimique que des morceaux de gâteau de boue s'étaient formés entre les fibres de la membrane.

Il semble donc au final que les résultats obtenus sur la figure III-10 soient l'expression conjuguée d'un colmatage par adsorption et formation d'un gâteau. La stabilisation de la perte de perméabilité journalière étant liée à la stabilisation de l'un des deux phénomènes.

III-2.2 Quantification de la part relative de colmatage réversible et irréversible

III-2.2a Théorie

Un schéma conceptuel de la détermination de la part relative de colmatage réversible et irréversible est présenté sur la figure III-11. Pour déterminer ces différents parts on a comparé la valeur de la dérive de pression induite par la perte de perméabilité de la membrane à l'eau $\Delta(\Delta P)_{théo}$ (équation III-1) avec la dérive de pression expérimentale $\Delta(\Delta P)_{LM}$ résultant de la filtration de la boue activée. Pour cela on a mesuré la perméabilité de la membrane à l'eau au début et à la fin de chaque expérience (Equation III-2). La perte de perméabilité associée conduit à une valeur de dérive théorique $\Delta(\Delta P)_{théo}$ que l'on peut alors exprimer selon l'équation III-3. Cette dérive représente la part irréversible du colmatage. La part de colmatage réversible est alors calculée selon l'équation III-4 en se basant sur la différence entre la dérive de pression théorique et la dérive de pression expérimentale.

$$\Delta(\Delta P)_{théo} = \frac{\Delta P_f - \Delta P_0}{T_0^f}$$

Equation III-1

Avec $\Delta P_i = \frac{J}{Lp_i}$ Equation III-2

Donc $\Delta(\Delta P)_{théo} = \frac{J \cdot (Lp_0 - Lp_f)}{T_0^f \cdot Lp_0 \cdot Lp_f}$ Equation III-3

Colmatage réversible = $\frac{\Delta(\Delta P)_{LM} - \Delta(\Delta P)_{théo}}{\Delta(\Delta P)_{théo}} \cdot 100$ Equation III-4

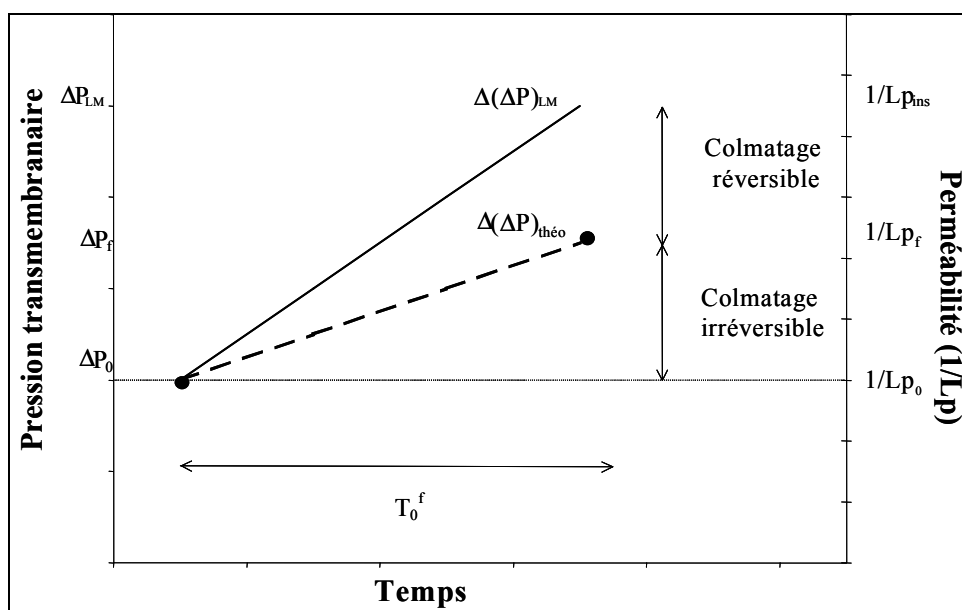


Figure III-11 Schéma conceptuel entre le colmatage réversible et irréversible

III-2.2b Résultats expérimentaux

Expérience	Perte de Lp	$\Delta(\Delta P)_{théo}$ (Pa/h)	$\Delta(\Delta P)_{LM}$ (Pa/h)	Colmatage irréversible	Colmatage réversible
1	70%	45	43	100%	0%
2	71%	45	56	81%	19%
3	72%	47	58	81%	19%
4	46%	18	20	90%	10%
5	45%	19	39	49%	51%
6	34%	9	493	2%	98%

Tableau III-6 : Part relative de colmatage réversible et irréversible pour six séquences de filtration.

Le tableau III-6 résume les résultats obtenus. On y constate que la part majoritaire de colmatage est irréversible exception faite des deux dernières expériences. Une analyse comparée du tableau III-6 et de la figure III-10 permet d'affiner les interprétations.

L'expérience 1 conduit à 100 % de colmatage irréversible et sur la figure III-10 on observe une forte chute de la perméabilité journalière sans stabilisation. La chute initiale de perméabilité est donc exclusivement due au phénomène d'adsorption.

Pour le reste des expériences on constate que le colmatage est à la fois induit par de l'adsorption (part irréversible) et par la formation d'un gâteau (part réversible) ce qui confirme les observations faites de la membrane avant son lavage chimique (§ II-2.1).

L'expérience 2 réalisée dans les mêmes conditions que l'expérience 1 conduit à 81 % de colmatage irréversible et donc 19 % réversible. Là aussi l'analyse de la figure III-10 montre une forte chute de la perméabilité sans stabilisation. Ici la chute de perméabilité est associée pour une grande partie à de l'adsorption comme pour l'expérience 1.

Pour les expériences 3 et 4, la part de colmatage irréversible est encore très importante (81 et 90 %) mais on observe sur la figure III-10 une chute de la perméabilité puis une stabilisation. D'après le commentaire associé à l'expérience 1, la chute de la perméabilité est donc initiée par le phénomène d'adsorption. Dans ce cas la stabilisation de la perméabilité peut être expliquée par un contrôle de la formation du gâteau.

En revanche la sixième expérience qui conduit essentiellement à un colmatage réversible (98 %) présente la même allure que la courbe associée à la première expérience qui a conduit à 100 % de colmatage irréversible. Dans ce dernier cas une forte chute de perméabilité journalière est associée à une faible perte de perméabilité à l'eau de la membrane (34 %). L'adsorption n'est alors pas le phénomène prépondérant dans cette chute. Au final le fait de ne pas observer de stabilisation vient de l'incapacité dans la prévention de la formation de ce gâteau. La gestion des paramètres de filtration et notamment cette capacité à prévenir ou à stabiliser la formation du gâteau prennent alors tout son sens.

Dans la suite de ce paragraphe l'influence du temps de filtration associé aux différents modes d'aération va être alors plus particulièrement analysée. Le concept de compétition entre une force attractive et une force rétrodiffusive sera employé pour cette analyse (chapitre I figure I-6).

Dans les conditions de filtration des expériences 1 et 2 (5 minutes de filtration 5 minutes de relaxation et une aération syncopée en marche 1 minute sur 6) la majeure partie du colmatage est irréversible et la dérive de pression $\Delta(\Delta P)_{LM}$ est faible (43 et 56 Pa/h). Les conditions de filtration imposées sont donc satisfaisantes pour limiter le colmatage. A priori la résultante entre la force attractive amenant la matière à la membrane (temps de filtration) et la force rétrodiffusive (rétrolavage, aération), la dégageant ou l'empêchant de se déposer est plutôt favorable à la force rétrodiffusive. Des conditions de filtration plus poussées en vue d'augmenter le rendement du procédé sont donc envisageables (expériences 3,4 et 5)

Pour les expériences 3 et 4 le temps de filtration est augmenté jusqu'à 10 minutes, le temps d'arrêt réduit à 3 minutes en gardant le même mode d'aération. Pour ces deux expériences on observe là encore une très faible dérive (respectivement de 58 et 20 Pa/h) avec majoritairement un colmatage irréversible. L'aération suffit encore dans ce cas à contrebalancer l'apport de matière engendré pendant les 10 minutes de filtration.

Finalement le temps de filtration a été augmenté jusqu'à 20 minutes (expérience 5) en conservant toujours le même mode d'aération. On observe alors une nette augmentation du colmatage réversible : pour cette expérience la dérive de pression est due pour une part équivalente à un colmatage réversible et irréversible. Le temps de filtration est dans ce cas trop long pour que l'aération puisse correctement dès les premiers jours prévenir de la formation d'un gâteau de boue. Néanmoins, du fait de la faible perte de perméabilité la dérive de pression reste faible. On observe en fait sur la figure III-10 une forte chute de perméabilité qui est ici due à la formation initiale du gâteau puis une stabilisation qui pourrait être due à l'équilibre dans la formation de ce gâteau.

Enfin selon l'expérience 6 réalisée dans les mêmes conditions de filtration que les expériences 1 et 2 mais avec une aération continue, on observe une forte dérive très majoritairement due à un colmatage réversible. Ici, le pouvoir rétrodiffusif de l'aération est trop faible pour prévenir de la formation du gâteau malgré des faibles temps de filtration.

Selon ces six expériences. Il apparaît qu'un temps de filtration de 20 minutes est envisageable quand la filtrabilité de la boue le permet. Il est intéressant également de souligner qu'a priori le pilote peut fonctionner même quand la perméabilité de la membrane est faible.

III-3 Synthèse

Cette partie d'étude a permis dans un premier temps de mettre en évidence que le mécanisme de colmatage majoritaire était un colmatage par gâteau de boue, ceci quelles que soient les conditions biologiques imposées.

Une étude sur l'influence des conditions de filtration sur la nature de colmatage (réversible ou irréversible) a ensuite été abordée dans une condition biologique donnée (AB = 14 jours). Il a été démontré que :

- Une forte chute de la perméabilité journalière apparaissait dès les premiers jours de fonctionnement du pilote. Ce phénomène se produisant quelles que soient les conditions de filtration imposées. L'explication donnée repose sur deux causes. La première est la chute de perméabilité à l'eau de la membrane à cause d'un phénomène d'adsorption. La seconde provient de la prise en masse du faisceau du fait d'un apport trop conséquent de matière à la membrane.
- Une faible dérive de pression (donc un faible colmatage) est atteinte même pour des pertes de perméabilité à l'eau importante (70%). Une stabilisation de la perméabilité journalière autour de 50 L/h.bar.m² apparaît dans ce cas. Malgré le phénomène d'adsorption la filtration peut perdurer quand le mode de filtration et plus particulièrement le mode d'aération permet de limiter la formation du gâteau de boue.

Ces effets ont été ici quantifiés pour une condition biologique donnée (AB = 14 jours). Pour confirmer ces résultats, une étude plus spécifique a été menée sur l'efficacité de l'aération dans la limitation du dépôt en fonction des conditions biologiques imposées.

IV Aération et filtrabilité

IV-1 Protocole expérimental et théorie

Comme tous les autres facteurs l'efficacité de l'aération dépend des conditions biologiques qui induisent une différence dans la filtrabilité et le pouvoir colmatant de la boue. Pour étudier ce lien entre efficacité d'aération et pouvoir colmatant on a mesuré la réduction de masse déposée induit par l'injection de grosses bulles à différents débits et pour différentes conditions biologiques (ensemencement, phase d'adaptation, phase stabilisée à différents AB).

Ne pouvant pas laisser l'aération sur des longues périodes du fait des perturbations qu'elle peut engendrer quant au suivi continu effectué en parallèle sur l'influence des conditions biologiques sur les performances du bioréacteur, on a ponctuellement effectué des tests de filtrations longues avec et sans aération.

Pour en déduire l'efficacité de l'aération, une simulation de la courbe de filtration longue a été menée. Cette simulation repose sur l'hypothèse que l'augmentation de la pression transmembranaire observée lors de ces expériences est uniquement due à un apport de matière à la

surface de la membrane. Cette hypothèse est en accord avec les résultats présentés § III-1 et puisque ces expériences ne durent qu'une trentaine de minutes les phénomènes d'adsorption peuvent être considérés comme négligeables.

Conformément à la mise en équation des mécanismes de colmatage présenté chapitre I § II-2.2 la loi de Darcy combinée avec la loi des résistances en série (équation III-5) permet donc de simuler la courbe de filtration longue.

La résistance du gâteau formé R_d est déterminée selon l'équation III-7 pour un flux constant.

$$\Delta P = \mu.J.(R_m + R_d) \quad \text{Equation III - 5}$$

$$\text{Avec } R_m = \frac{1}{Lp_0} \quad \text{Equation III - 6}$$

$$R_d = \alpha.C.\int J.dt = \alpha.C.J.t \quad \text{Equation III - 7}$$

Mais en réalité la pompe de filtration n'atteint pas son régime de flux constant instantanément. Il lui faut un temps non négligeable pour ce mettre en régime (figure III-12). Ce temps est noté t_0 .

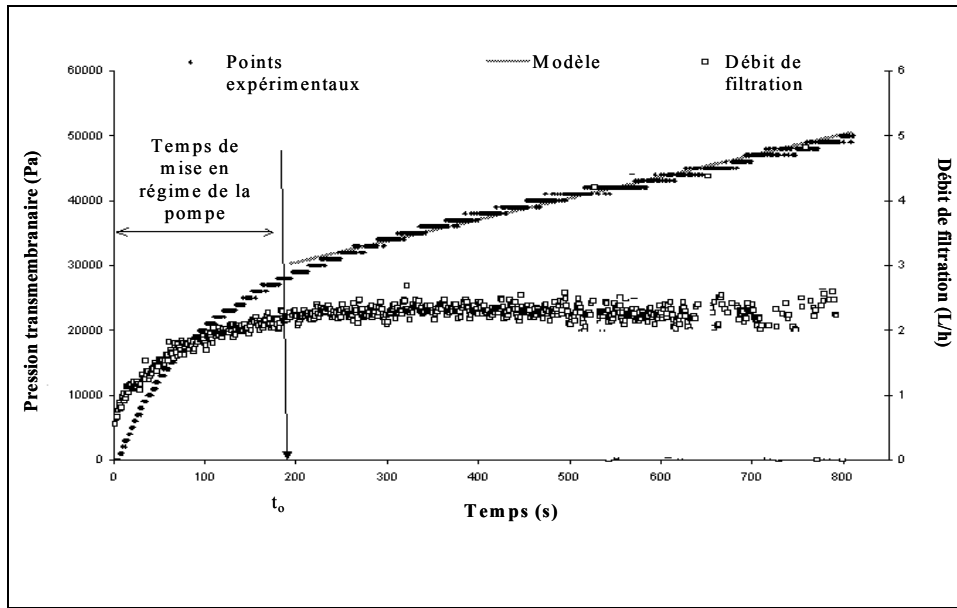


Figure III-12 : Courbe de filtration longue

ne résistance supplémentaire $R'd$ apparaît donc avant d'atteindre le régime stationnaire (équation III-8). La résistance Rd ne peut être calculé qu'une fois le flux de perméat constant c'est à dire à partir du temps t_0 . (équation III-9). Finalement la loi de Darcy modifiée s'écrit en tenant compte de ces deux résistances et est donnée par l'équation III-10. Les facteurs Lp_0 et K sont ensuite déterminés par une identification paramétrique en utilisant le solveur d'Excel (méthode de résolution Newton, critère de convergence 1.10^{-4}).

$$R'd = \alpha.C \cdot \int_0^{t_0} J \cdot dt \quad \text{Equation III - 8}$$

$$Rd = \alpha.C \cdot \int_{t_0}^t J \cdot dt = \alpha.C \cdot J \cdot (t - t_0) \quad \text{Equation III - 9}$$

$$\Delta P = \frac{J}{Lp_0} \left[J + Lp_0 \cdot K \cdot J \cdot (t - t_0) + Lp_0 \cdot K \cdot \int_0^{t_0} J \cdot dt \right] \quad \text{Equation III - 10}$$

Avec $K = \mu \cdot \alpha \cdot C$

L'équation III-10 représente l'évolution de la pression transmembranaire en considérant que toute la matière apportée vers la membrane s'y dépose, c'est-à-dire en considérant une filtration frontale. Pour tenir compte de l'efficacité de l'aération on introduit un facteur λ inférieur à 1 devant le terme de résistance liée au dépôt. λ correspond à la fraction de matière qui s'est déposée sur la

membrane. L'efficacité de l'aération est alors évaluée par la fraction de matière non déposée, c'est à dire le facteur $(1 - \lambda)$. Plus λ sera faible et plus l'efficacité de l'aération sera importante.

Les facteurs L_{p0} , K et λ sont ensuite déterminés à l'aide d'une identification paramétrique comme précédemment.

Afin d'évaluer l'efficacité de l'aération on a donc réalisé différents tests de filtrations longues. Une expérience type est représentée sur la figure III-12, la simulation étant basée sur l'équation III-11.

$$\Delta P = \frac{1}{L_{p0}} \cdot [J + \lambda \cdot L_{p0} \cdot K \cdot J^2 \cdot (t - t_0) + \lambda \cdot L_{p0} \cdot K \cdot J \int J \cdot dt] \quad \text{Equation III-11}$$

IV-2 Résultats

IV-2.1 Expériences sans aération

Les paramètres K et L_{p0} vont être à la base de la discussion. K renseigne sur le pouvoir colmatant du milieu puisque proportionnel à la résistance spécifique (μ et C étant constant pour chaque expérience). Plus K est élevé et plus le milieu peut être considéré à haut pouvoir colmatant. L_{p0} indique l'état de la membrane.

Comme le présente le schéma de la figure III-13 la rapidité du colmatage dépend de la combinaison de ces deux paramètres. Quatre situations se dessinent :

- | | |
|--------------------|--|
| Les extrêmes | <ul style="list-style-type: none">• une boue peu colmatante (K faible) et une membrane ayant une bonne perméabilité (L_p élevée)• une boue très colmatante (K élevé) et une membrane avec une mauvaise perméabilité (L_p bas) |
| Les intermédiaires | <ul style="list-style-type: none">• une boue peu colmatante (K faible) et une membrane ayant une mauvaise perméabilité (L_p bas)• une boue très colmatante (K élevé) et une membrane avec une bonne perméabilité (L_p élevée) |

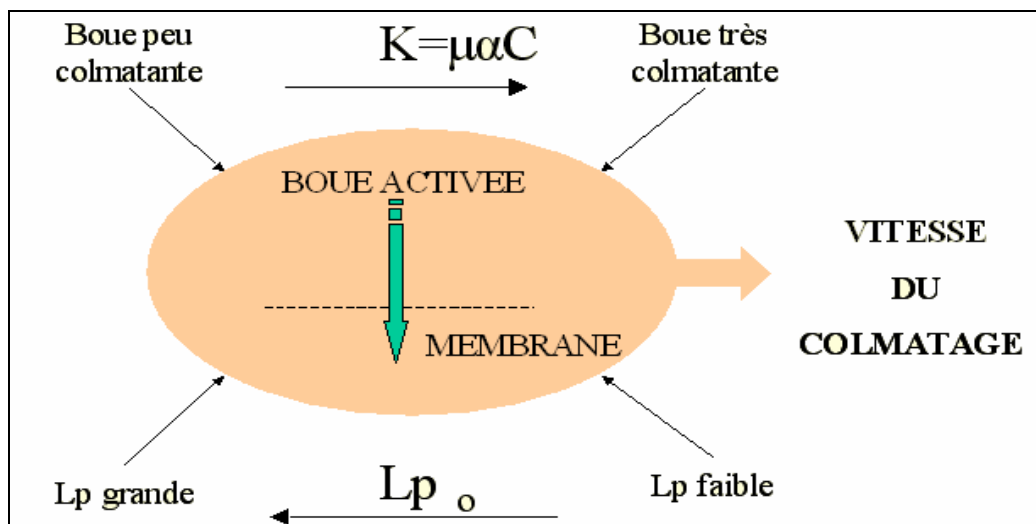


Figure III-13 : Schéma de la problématique engendrée par la filtration de la boue. Importance du colmatage selon les facteurs de perméabilité (Lp_o) et du pouvoir colmatant de la boue (K)

Pour les situations extrêmes la réponse semble simple. Dans la situation la plus favorable avec une boue peu colmatante et une perméabilité de membrane élevée le colmatage sera manifestement lent. Au contraire dans la situation la plus défavorable (Lp faible, boue très colmatante) on s'attend à un colmatage très rapide.

En revanche pour les situations intermédiaires aucune réponse évidente ne peut être a priori énoncée. Une première série d'expériences a donc été réalisée afin d'apprécier la rapidité du colmatage dans ces situations.

Des tests de filtration longue sans aération ont donc été effectués. La vitesse de colmatage a alors été déterminée en mesurant le temps nécessaire pour atteindre 0,5bar de pression transmembranaire ($t_{0,5}$). On considérera qu'une perméabilité supérieure à 40 L/h.bar.m² est élevée puisqu'on a montré que dans ces conditions une faible dérive de pression apparaissait (§III-2) et que le temps de relaxation était court (§II-2).

Les résultats de ces filtrations longues sont présentés sur la figure III-14 dans l'ordre de rapidité de colmatage décroissant.

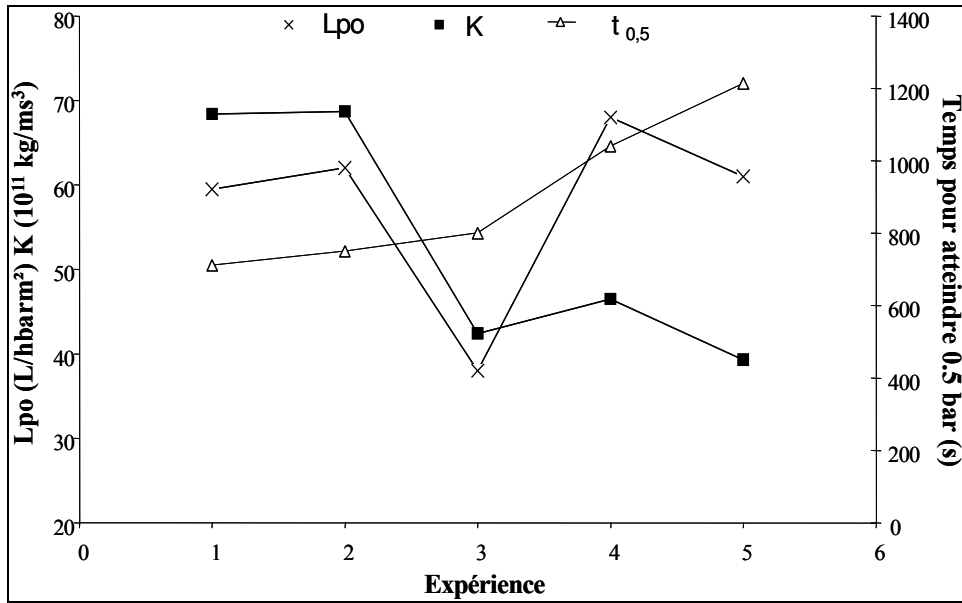


Figure III-14 : Evaluation de la rapidité du colmatage en fonction des caractéristiques de boue (K) et de la membrane (Lpo) d'après des tests de filtration longue effectués sans aération

Les expériences 1 et 2 conduisent à un $t_{0,5}$ d'environ 750 s qui est la valeur la plus basse de toutes les expériences. Ce résultat est obtenu respectivement pour une combinaison (K ; Lpo) de ($68.10^{11} \text{ kg/m}^3.s$; 60 L/h.bar.m^2) et ($68.10^{11} \text{ kg/m}^3.s$; 62 L/h.bar.m^2). On peut considérer dans ce cas que la valeur K correspond à une capacité de colmatage élevée. Le couple (K ; Lpo) correspond donc à une situation intermédiaire au sens de la figure III-13. Dans ce cas un rapide colmatage a lieu.

L'expérience 3 représente une autre situation intermédiaire pour laquelle la capacité de colmatage est faible ($42.10^{11} \text{ kg/m}^3.s$) et la perméabilité de la membrane basse (38 L/h.bar.m^2). En conséquence on observe également un rapide colmatage ($t_{0,5} = 800 \text{ s}$).

Les deux situations intermédiaires présentées sur lesquelles des doutes pouvaient exister quant à leur répercussion sur le colmatage résultent au final pour toutes les deux à un colmatage rapide.

On peut remarquer que pour les expériences 4 et 5 correspondant à une capacité de colmatage faible (42 et $38 \text{ kg/m}^3.s$) et une bonne perméabilité de membrane ($> 60 \text{ L/h.bar.m}^2$), la vitesse de colmatage est comme prévue lente ($t_{0,5} = 1000$ et 1200 s respectivement)

Si on revient sur les situations présentées sur la figure III-13, un seul cas est au final révélateur d'un colmatage naturellement lent (K faible (de l'ordre de $40 \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$) et L_p supérieure à $60 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$). Dans les autres cas la boue aura une capacité naturelle à colmater rapidement.

IV-2.2 Test de filtration longue avec aération.

Pour évaluer l'efficacité de l'aération selon les conditions biologiques, des tests de filtration longue avec aération ont donc été effectués pour des boues à caractères filtrants différents (K différents). Les mêmes paramètres que pour la figure III-14 ont été représentés mais avec en plus la valeur de $(1-\lambda)$ qui représente l'efficacité de l'aération : pour $\lambda = 0$ c'est-à-dire $1-\lambda = 1$, l'aération est totalement efficace (aucune particule ne se dépose). On appellera donc « efficacité de l'aération » l'aptitude du processus d'aération à empêcher le dépôt ou enlever $x\%$ de ce qui ce serait déposé en filtration frontale. L'efficacité de l'aération a été testée pour trois débits d'aération différents (50 L/h , 200 L/h et 370 L/h). Les résultats obtenus sont représentés sur la figure III-15 :

- Les trois premières expériences ont été réalisées avec un débit d'aération de 50 L/h . L'efficacité de l'aération pour l'expérience 1 est de 10% alors que pour les expériences 2 et 3 les efficacités atteignent respectivement 91 et 89% . Les combinaisons (K ; L_{po}) associées à ces expériences sont respectivement de ($52,8 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$; $30 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$) ($18,6 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$; $32 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$) et ($37,7 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$; $71 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$). Pour une capacité de colmatage de la boue de $52,8 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$, l'efficacité de l'aération est donc médiocre et le colmatage est alors rapide. L'aération devient efficace à ce débit si la capacité de colmatage de la boue diminue (passage de $K = 52,8 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$ à $18,6 \cdot 10^{11} \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$) ou si la perméabilité de la membrane peut être augmentée (passage de $L_{po} = 30$ à $71 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$).

- Pour les expériences 4, 5 et 6 la capacité de colmatage de la boue est similaire (K varie de $39,3$ à $46,5 \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$) l'efficacité de l'aération est alors semblable et atteint les 90% . En revanche pour la quatrième expérience on peut observer un colmatage rapide alors que pour les expériences 5 et 6, le colmatage est lent. Ce résultat s'explique par la différence de perméabilité. On retrouve ici la notion de perméabilité seuil au dessous de laquelle un fort colmatage se produit. En dessous d'une perméabilité de $30 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$ le colmatage sera rapide même avec une aération efficace.

- La dernière expérience réalisée avec un débit d'aération de 370 L/h et une perméabilité de membrane de $62 \text{ L/h}\cdot\text{bar}\cdot\text{m}^2$ conduit à une efficacité d'aération de seulement 55% et donc à un colmatage rapide. Ceci s'explique par la forte capacité de colmatage du milieu ($K = 68,7 \text{ kg/m}^3\cdot\text{s}$). Dans ce cas, malgré une forte aération et une bonne perméabilité, le colmatage ne peut être évité.

Si l'on compare maintenant les expériences 3,5 et 6 qui ont été réalisées avec des boues ayant la même capacité de colmatage, des perméabilités de membrane similaires mais avec des flux d'aération différents on peut noter que toutes les expériences conduisent à une efficacité d'aération quasiment maximum induisant un colmatage lent. Dans ces conditions un débit d'aération de 50 L/h suffit pour limiter le colmatage et une augmentation du débit d'aération pour prévenir du colmatage n'a donc aucun intérêt.

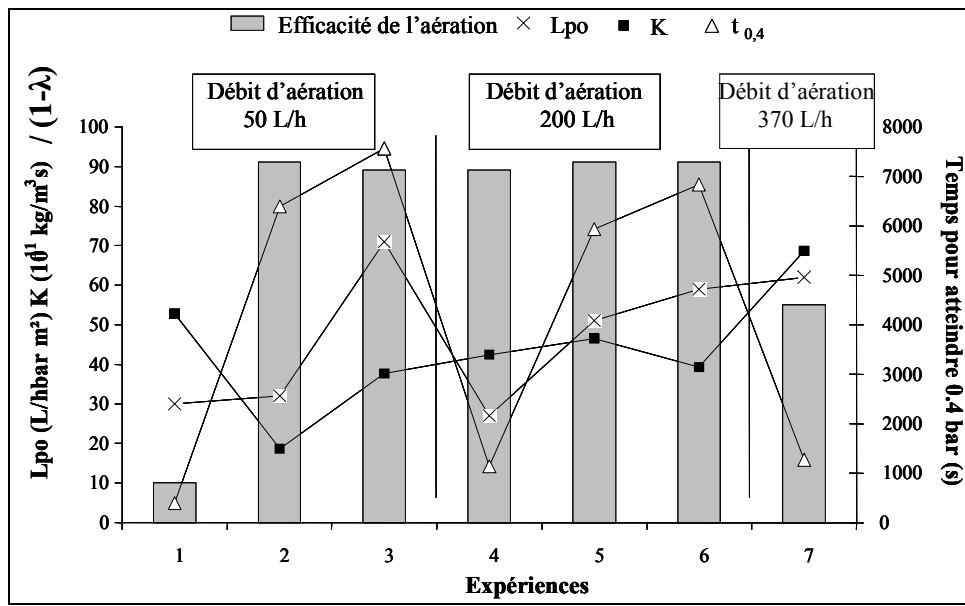


Figure III-15 : Evaluation de la rapidité du colmatage et de l'efficacité de l'aération en fonction des caractéristiques de boue (K) et de la membrane (L_{po}) d'après des tests de filtration longues effectués à 3 débits d'air (50,200 et 370 L/h)

IV-3 Synthèse sur l'influence de l'aération

Il avait déjà été démontré dans ce chapitre, pour des conditions biologiques données (AB = 14 jours), qu'un débit d'aération au-delà de 50 L/h n'apportait aucune amélioration significative dans la limitation du colmatage sous 48 heures d'expérience. Mais ce débit devait être d'au moins 200 L/h avec possibilité de le syncoper, pour enregistrer une faible dérive sur une ou deux semaines d'expérience (§II-3).

Dans cette partie d'étude l'efficacité de l'aération a été évaluée selon la capacité de colmatage de la boue. Il apparaît alors que si la boue a une capacité de colmatage supérieure à 50 kg/m³.s l'efficacité de l'aération est médiocre. Inversement pour une capacité de l'ordre de 40 kg/m³.s ou

moins, l'efficacité d'aération atteint 90 %. Un débit d'aération de 50 L/h suffit alors dans ce cas pour limiter la formation d'un gâteau.

Mais le développement et la rapidité du colmatage dépendent en fait d'une part de l'efficacité de l'aération et d'autre part de l'état de la perméabilité de la membrane. Ainsi pour une perméabilité inférieure à 30 L/h.bar.m² un rapide colmatage est observé malgré une efficacité d'aération atteignant 90 %.

L'importance d'identifier les causes et les conditions de la perte de perméabilité de la membrane apparaît alors. Une caractérisation de la boue et des différentes fractions la composant est alors nécessaire.

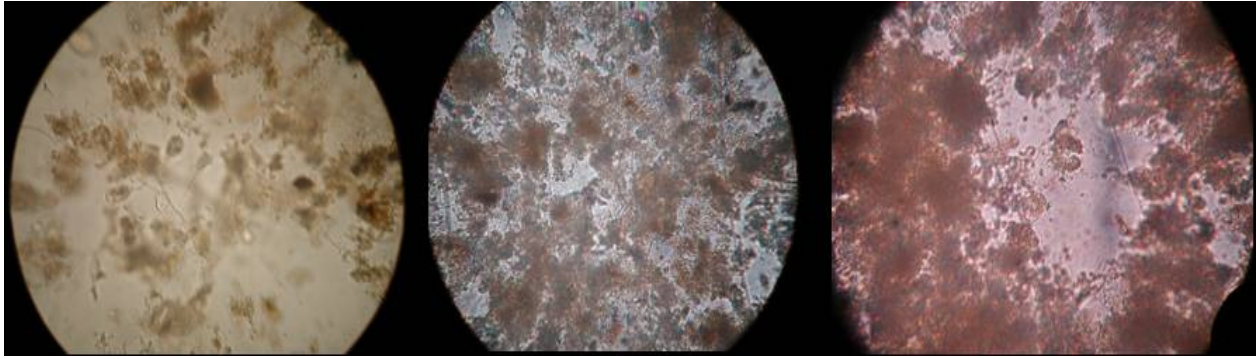
V Caractérisation de la boue

On a pu lors de cette première partie d'étude apprécier l'importance de la filtrabilité de la boue sur l'efficacité des facteurs prévenant le colmatage. Pour mieux comprendre ce phénomène une caractérisation de la boue a été effectuée en parallèle des expériences décrites dans les paragraphes précédents. L'influence de la boue fait l'objet d'une thèse en parallèle, on ne rentrera donc pas dans les détails de cette analyse. La partie qui suit n'a de visée que d'explicitier les résultats présentés ci-dessus et restera donc sommaire.

Les analyses qui suivent ont été effectuées à partir d'échantillons de boue prélevés dans le réacteur fonctionnant à différentes conditions biologiques. Toutes les analyses sont réalisées en parallèle du fonctionnement normal du pilote par des mesures annexes.

V-1 Aspect de la boue. Lien avec sa filtrabilité.

Afin d'avoir une vision la plus précise du milieu sur lequel on a travaillé on a prélevé de la boue du bioréacteur et on l'a observée au microscope. On a également en parallèle de ces analyses microscopiques mesuré l'indice de décantation de la boue ainsi que sa résistance spécifique. Cette technique simple permet de visualiser l'allure du milieu et ainsi de caractériser son aspect en fonction de ces propriétés de floculation ou de filtrabilité.



Indice de boue = 500	Indice de boue = 150	Indice de boue = 82
$\alpha = 1,5 \cdot 10^{15} \text{ m/kg}$	$\alpha = 2,1 \cdot 10^{14} \text{ m/kg}$	$\alpha = 4,8 \cdot 10^{12} \text{ m/kg}$

Tableau III-7 : photos microscopiques de la boue (grossissement 200) avec leur résistance spécifique et indice de boue correspondant

Le tableau III-7 présente les photos de boue obtenues par analyse microscopique pour des périodes différentes de fonctionnement du bioréacteur. On y a également associé la valeur de la résistance spécifique et de l'indice de boue correspondant.

On peut voir sur les photos du tableau III-7 que la boue est un système non homogène a priori non monomodal et avec une forme non définie. La floculation dans les exemples choisis semble plutôt être dispersée. Mais on peut noter si l'on regarde le lien avec l'indice de boue et la résistance spécifique que plus l'indice de boue est faible, c'est-à-dire plus la boue est floculée et plus la résistance spécifique est petite c'est-à-dire que la filtration est plus aisée. Visuellement on peut associer une augmentation de l'indice de boue avec une augmentation de la proportion de fines particules. Sur la première photo (photo de gauche du tableau III-7) on observe une très grande hétérogénéité de la taille des floccs mais avec une grande proportion de fines. Cet aspect conduit à la plus grande valeur de résistance spécifique.

Par cette simple analyse visuelle on montre que la proportion de fines particules joue un rôle non négligeable dans la filtration de la boue.

Une boue ainsi fragmentée conduit à une résistance spécifique plus élevée. Le résultat n'est pas surprenant en terme de filtration particulière. La visualisation de la structure de la boue permet néanmoins une interprétation qualitative des valeurs d'indice de boue et de résistance spécifique.

Cette première étape laisse présager d'un lien entre l'état de floculation de la boue et sa capacité à la filtration. On a alors suivi ces deux paramètres en parallèle en fonction des conditions biologiques.

V-2 Influence de l'âge de boue sur l'état de la boue

Afin d'évaluer l'influence de l'âge de boue sur la structure et l'état de floculation de la boue on a suivi l'évolution de l'indice de décantation de la boue pour différents âges de boues. Les résultats sont présentés sur la figure III-16 pour des âges de boues de 14, 21, 29 et 105 jours. Il faut noter que les expériences réalisées pour un âge de boue de 105 jours n'ont jamais pu être amenées en régime stabilisé à cause de problèmes techniques (membranes cassées, coupure électrique/aération, bouchage alimentation ...)

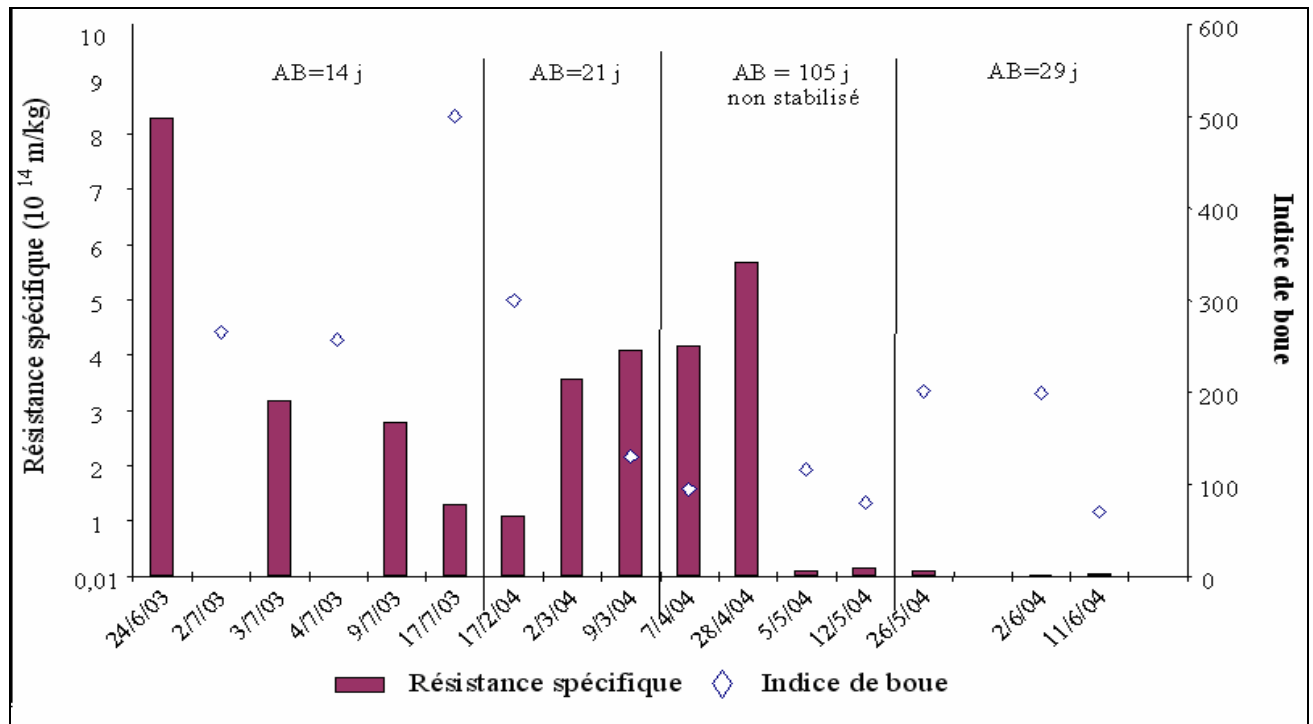


Figure III-16 : Evolution de la résistance spécifique et de l'indice de boue pour différents âges de boues

Une première analyse de la figure III-16 montre que la valeur de la résistance spécifique oscille autour de $3,5 \cdot 10^{14}$ m/kg pour des âges de boue de 14 et 21 jours. En parallèle on peut observer des valeurs d'indice de boue de l'ordre de 250-300 mg/L, ce qui est élevé et prouve d'une floculation dispersée.

Pour un âge de boue de 29 jours, la valeur de la résistance spécifique est environ 100 fois plus basse et on peut noter que l'indice de boue tend à décroître. Il atteint une valeur de 80 mg/L en fin de session ce qui est signe d'une floculation dense.

Cette première analyse confirme les résultats du paragraphe précédent : plus l'indice de boue est bas et plus la filtration est aisée. Elle montre également que la structure de la boue dépend des conditions biologiques et en particulier de l'âge de boue. Dans le cas de notre étude il est clair qu'un âge de boue de 29 jours permet d'obtenir une boue mieux structurée et donc plus facilement filtrable.

Néanmoins une analyse plus précise de la figure III-16 montre des incohérences dans cette conclusion. En effet on peut observer des points où la valeur de l'indice de boue est signe d'une boue clairement défloculée et pourtant on obtient des valeurs de résistance spécifique meilleure qu'avec des indices de boue plus bas. C'est le cas par exemple du dernier point obtenu à un âge de boue de 14 jours où un indice de boue de 500 mg/L est associé à une résistance spécifique de $1,2 \cdot 10^{14}$ m/kg alors que pour ce même âge de boue, un indice de boue de 300 mg/L représente une résistance spécifique de $3,1 \cdot 10^{14}$ m/kg. Pour un âge de boue de 21 jours on note en fait qu'une diminution de l'indice de boue de 300 à 150 mg/L conduit à une augmentation de la résistance spécifique de 1 à $4 \cdot 10^{14}$ m/kg. Enfin pour l'âge de boue de 105 jours on peut remarquer que pour une valeur d'indice de boue similaire on peut obtenir des valeurs de résistance spécifique qui varient de $2 \cdot 10^{12}$ à $6 \cdot 10^{14}$ m/kg.

Nous proposons par la suite une explication à cette non systématique adéquation entre l'indice de décantation et la valeur de la résistance spécifique par une étude sur l'influence du surnageant.

V-3 Influence du surnageant sur la capacité de colmatage de la boue.

Il a été souligné dans la synthèse bibliographique l'hétérogénéité des résultats quant à l'effet du surnageant sur la capacité de colmatage de la boue. Il en ressort tout de même l'importance des composés présents dans le surnageant. Ces composés ont en effet deux rôles majeurs dans le colmatage. Ils contribuent à la structure même de la liqueur mixte et selon les propriétés physico-chimiques de ces composés ils vont plus ou moins interagir avec la membrane.

Le but de cette partie est donc d'évaluer dans un premier temps dans quelle mesure le surnageant influe sur la filtrabilité de la boue et dans un deuxième temps d'appréhender son éventuel rôle dans la perte de perméabilité. Pour cela on a choisi de prendre comme indicateur de la quantité de composés présents dans le surnageant la valeur de sa DCO. La capacité de filtration de la boue sera évaluée par sa résistance spécifique.

V-3.1 Lien entre DCO du surnageant et résistance à la filtration

Pour étudier l'influence de la partie soluble de la boue sur sa capacité de filtration, on a suivi dans un premier temps l'évolution de la résistance de colmatage engendrée par la filtration du surnageant seul en fonction de sa DCO..

La figure III-17 révèle une bonne corrélation entre ces deux paramètres. La résistance au colmatage liée à la filtration du surnageant augmente proportionnellement à la DCO.

D'autre part la valeur de la résistance est non négligeable, notamment au delà d'une concentration en DCO de 200 mg/L. On peut ainsi atteindre une résistance de $5,10^{12} \text{ m}^{-1}$ pour une DCO de 200 mg/L et jusqu'à $3,10^{13} \text{ m}^{-1}$ pour une DCO de 760 mg/L.

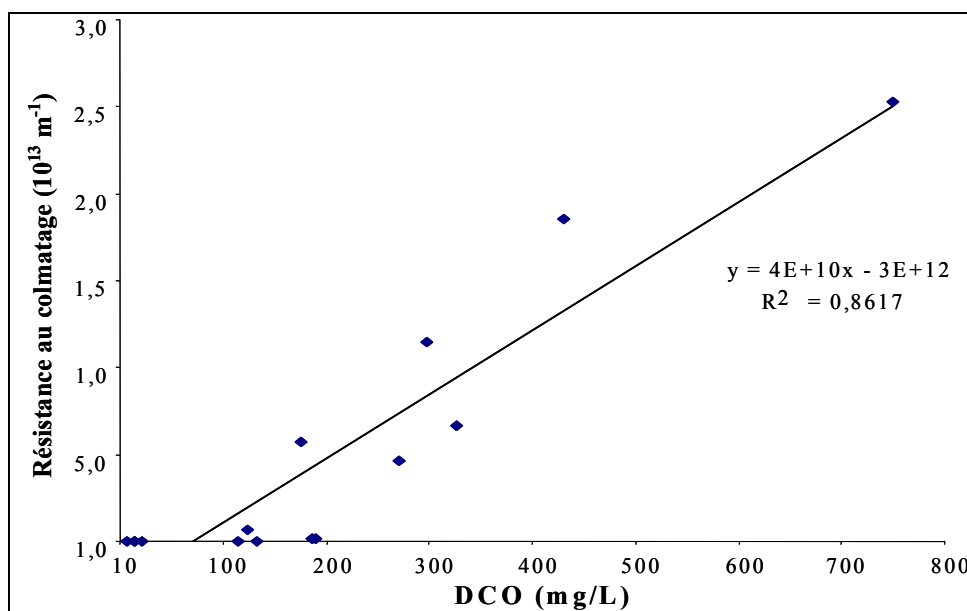


Figure III-17 : Evolution de la résistance de colmatage du surnageant en fonction de sa DCO

Ces expériences ont été réalisées seulement avec du surnageant. Or c'est bien sûr la liqueur mixte entière qui est filtrée dans le réacteur. Il est donc indispensable de connaître la part relative de colmatage lié à la filtration du surnageant en fonction de celle liée à la filtration de la liqueur mixte.

Pour ce faire on a tracé la figure III-18 qui représente la résistance de colmatage liée à la filtration du surnageant et de la boue en fonction de la DCO du surnageant.

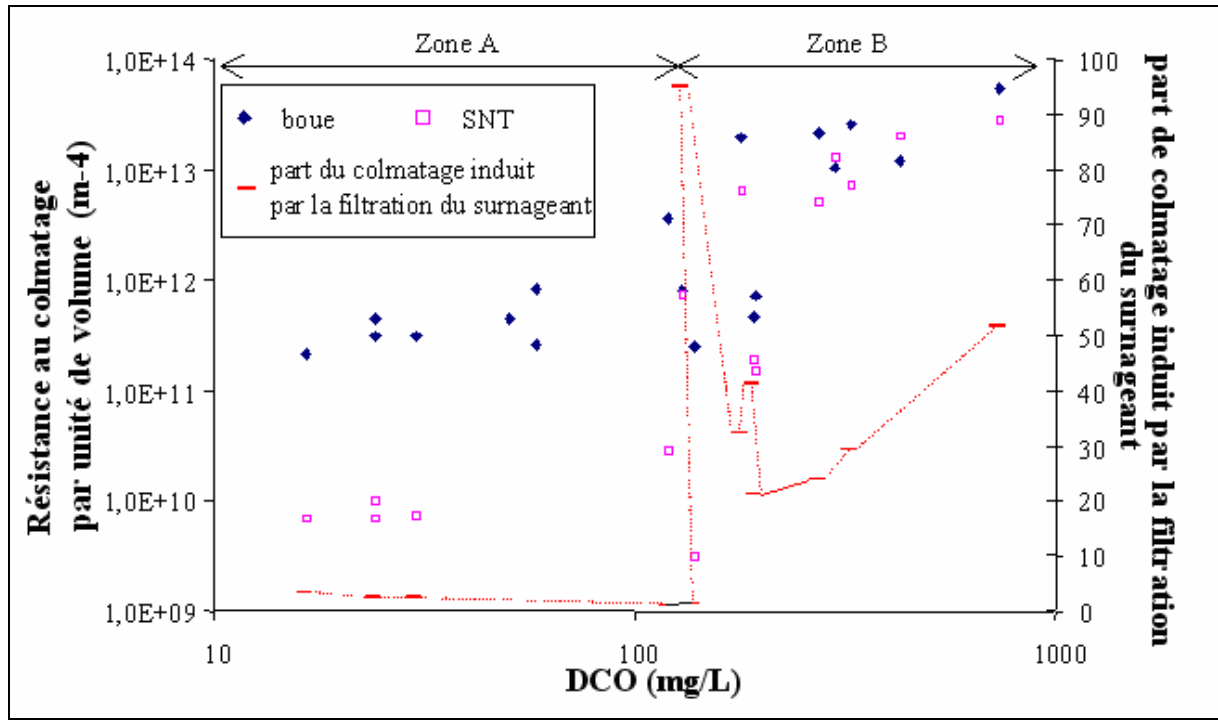


Figure III-18 : Evolution comparée de la résistance de colmatage par unité de volume filtré de la boue et du surnageant en fonction de la DCO du surnageant. Part relative de colmatage lié à la filtration du surnageant.

On peut voir sur la figure III-18 que la résistance de colmatage de la boue et du surnageant n'ont pas un rapport constant. Il semble que pour des valeurs de DCO faibles (zone A) il existe une proportionnalité de 2 % entre la résistance au colmatage liée à la filtration du surnageant et celle liée à la boue. Quand la DCO du surnageant augmente la résistance liée au colmatage est en très grande partie due à la résistance liée à la filtration du surnageant. Le rapport entre la résistance du surnageant et de la boue totale varie en effet de 30 à 98 %. (zone B)

Il est important de comprendre alors dans quelles conditions on peut trouver une DCO importante ou faible dans le surnageant. Quelles sont les conditions biologiques qui vont induire ou non une excrétion importante de DCO dans le surnageant ? Pour répondre à cette question on a alors étudié le lien entre la filtration du surnageant et l'âge de boue.

V-3.2 Lien entre filtration du surnageant et âge de boue.

La synthèse bibliographique (§ II-3.1) indique que l'influence du surnageant dépendait des conditions biologiques. La part de colmatage induit par le surnageant dépend en particulier de l'âge de boue.

Clefs de la gestion du procédé ?

Puisque le travail effectué dans cette première partie a été réalisée avec un effluent synthétique, les variations de DCO dans le surnageant ne sont dues qu'aux métabolismes microbiens. Il est intéressant alors de connaître la répercussion de l'âge de boue sur l'ampleur de ce phénomène

Les figures III-19 et III-20 regroupent les résultats obtenus pour des âges de boue de 21, 29 et 50 jours.

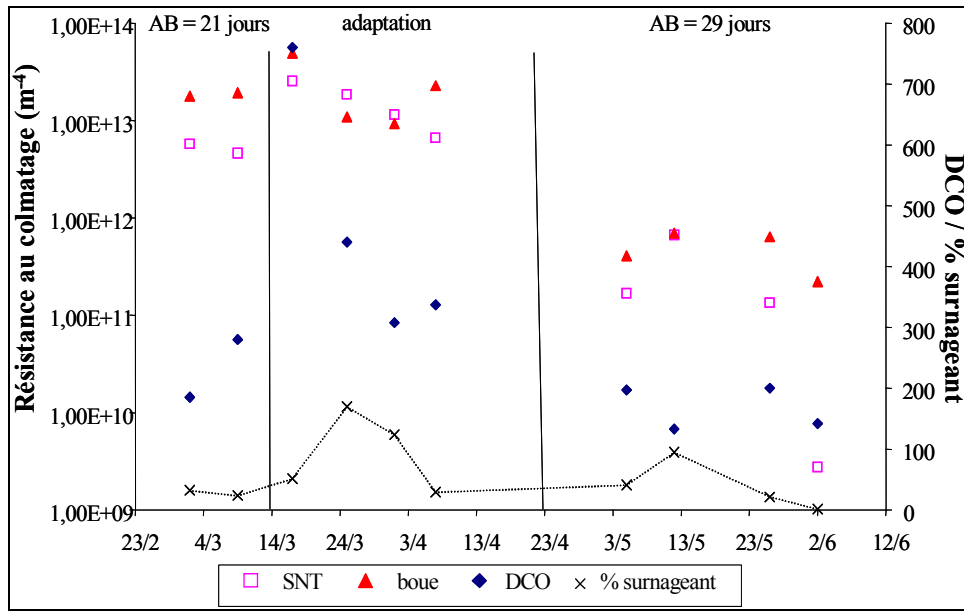


Figure III-19 : Evolution de la résistance au colmatage de la boue activée et du surnageant en fonction des conditions biologiques. (AB = 21 et 29 jours et phase d'adaptation)

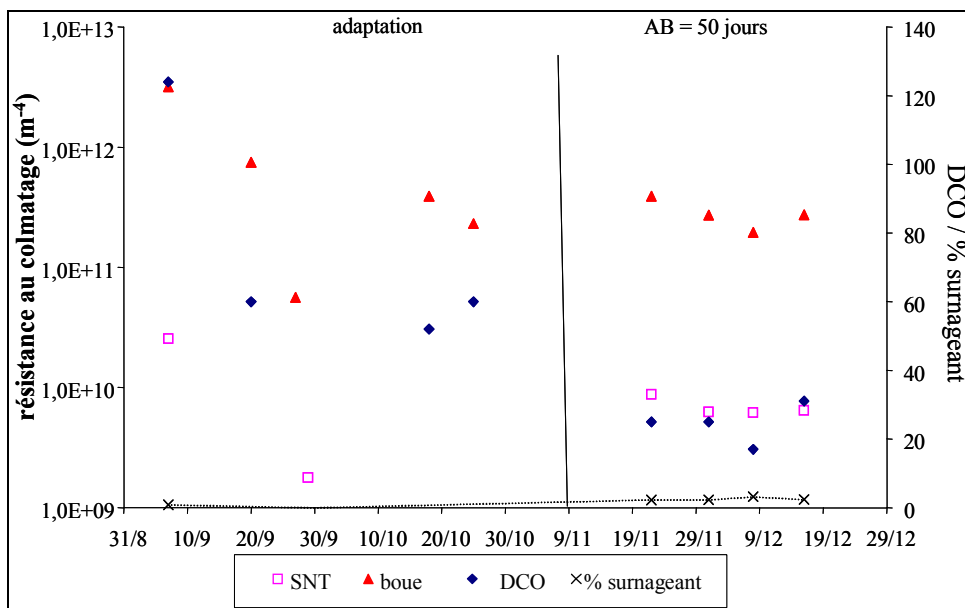


Figure III-20 : Evolution de la résistance au colmatage de la boue activée et du surnageant en fonction des conditions biologiques. (AB = 50 jours non stabilisés et phase d'adaptation)

Sur la figure III-19 comme sur la figure III-16, on peut noter que la résistance au colmatage est nettement plus importante à un âge de boue de 21 jours qu'à un âge de boue de 29 jours. Si l'on compare maintenant la part relative du surnageant dans ce colmatage on peut noter que pour un âge de boue de 21 jours la filtration du surnageant joue pour une part proportionnelle à la filtration de la boue activée : 30 % de la résistance totale est due à la filtration du surnageant. En revanche pour un âge de boue de 29 jours la proportionnalité entre les résistances ne s'observe plus. Le surnageant participe à hauteur de 2 à 98 % de la résistance.

Sur la figure III-20 qui correspond à des expériences réalisées dans l'objectif de travailler à un âge de boue de 50 jours on remarque que la DCO n'excède pas 140 mg/L. En conséquence le rapport entre la résistance liée à la filtration du surnageant et celle de la boue (% surnageant) est très faible. Il est en effet de 2 % pour la stabilisation à l'âge de boue de 50 jours.

Il est indéniable que la structure et l'état de la boue joue un grand rôle dans la filtration. Plus la boue va être floculée et plus aisée sera la filtration. Mais ce seul paramètre ne peut expliquer tous les résultats obtenus. Une étude sur le pouvoir colmatant du surnageant souligne sa part majeure dans la résistance au colmatage. On peut alors expliquer le résultat observé figure III-16 où une résistance au colmatage faible était associée à un indice de boue élevé. Ce résultat est effet possible si la DCO du surnageant reste basse. Respectivement, si la valeur de la DCO du surnageant est

élevée on peut obtenir une valeur de résistance au colmatage élevée malgré un indice de décantation faible signe d'une boue floculée. Une caractérisation systématique de la fraction liquide sera donc à adopter pour gérer au mieux les conditions opératoires du procédé.

V-4 Synthèse sur la caractérisation de la boue

La gestion et le choix des conditions du mode de filtration ne peuvent être effectués sans tenir compte de la capacité de colmatage de la boue. Sa caractérisation pour chaque condition de travail est donc nécessaire. L'aptitude à la décantation de la boue, sa résistance spécifique et la résistance de colmatage de ces différentes fractions ont donc été déterminées durant les différentes phases de cette étude. Il apparaît que :

- l'indice de boue varie de 80 mg/L à un indice non mesurable (boue non décantable). Mais aucun lien direct entre les conditions biologiques imposées (AB) et ce paramètre ne peut être identifié.

- la caractérisation de la fraction liquide de la boue revêt un intérêt certain pour la gestion du procédé. Il a été en effet démontré que :

. La résistance de colmatage liée à la filtration du surnageant augmente de façon linéaire à une augmentation de DCO à partir d'une valeur de 200 mg DCO/L.

- Si la DCO du surnageant est inférieure à 200 mg DCO/L la part de colmatage liée à sa filtration reste négligeable (2%) vis à vis du colmatage liée à la filtration de la boue. Dans le cas contraire ce rapport est en moyenne de 30 % et peut atteindre jusqu'à 98 % de la résistance de colmatage totale. Cette dernière situation a été obtenue quand le travail a été effectué avec des âges de boues de 21 et 29 jours.

La caractérisation et la quantification de la fraction liquide apparaissent comme un élément prépondérant pour la gestion du procédé. En effet, de là va dépendre l'ampleur du phénomène d'adsorption. Or il semble que si la perméabilité de la membrane ne descend pas en dessous de 30 ou 40 L/h.bar.m² les performances du réacteur sont satisfaisantes. De plus si la DCO du surnageant est supérieure à 200 mg/L la filtration de cette fraction intervient pour une part non négligeable dans le colmatage. Pour limiter cet effet on pourrait alors mettre en place des techniques pour éviter que cette valeur de DCO n'augmente trop (coagulant, colonne d'adsorption etc...).

Une attention particulière est à porter durant les phases d'adaptation où justement cette DCO du surnageant peut être importante. Toute perturbation susceptible d'augmenter la DCO dans le surnageant est à éviter.

VI Synthèse générale

L'objectif de ce chapitre était de proposer des conditions de filtration adaptées dans le cas de boues avec des caractéristiques données. Pour répondre à ce premier objectif une série d'expérience a été réalisée sur un effluent synthétique. Les conditions biologiques (AB) ont donc pu être fixées sans se soucier d'éventuelles variations dans la composition de l'effluent d'entrée.

L'essentiel de l'étude a consisté en l'analyse de la réponse du procédé pour plusieurs séquences de filtration-arrêt-rétrolavages pour des âges de boues variant de 14 à 105 jours. Dans chacune de ces conditions une caractérisation de la boue en terme de résistance spécifique, DCO du surnageant et aptitude à la décantation, a été effectuée. L'influence et le choix des paramètres du procédé limitant le colmatage ont alors été discutés selon cette caractérisation.

L'influence de ces différents facteurs a tout d'abord été analysée individuellement. Ensuite, l'analyse s'est portée sur la nature et le type de colmatage induit par les différentes séquences de filtration.

Ainsi :

- Le temps de non filtration est apparu comme un facteur pouvant être fixé directement en suivant l'évolution de la résistance spécifique de la boue. Si la boue est caractérisée par une résistance spécifique comprise entre 10^{14} et 10^{15} m/kg le temps de non filtration peut être fixé à 5 minutes. Ce temps suffit en effet pendant la phase de non filtration à ce que la pression revienne totalement à pression atmosphérique évitant ainsi une dérive de pression.

- Quelles que soient les caractéristiques de la boue le rétrolavage est inutile. L'efficacité du temps de non filtration est telle, qu'aucun intérêt dans la mise en place de séquence de rétrolavage n'a été observé. Dans le cadre de cette étude les rétrolavages ne servent ni à évacuer un éventuel dépôt formé sur la membrane, ni à prévenir de l'adsorption.

- Un débit d'aération seuil au delà duquel aucune amélioration dans la limitation du colmatage n'est observable, a été mis en évidence. Un débit d'aération de 200 L/h a été déterminé comme un débit satisfaisant à une limitation du colmatage sur du long terme. Un mode d'aération syncope est alors préconisé afin de minimiser la dépense énergétique. Cette technique semble apparaître également comme moins destructrice pour la boue.

Une étude sur l'influence des conditions de filtration sur la nature de colmatage (réversible ou irréversible) a ensuite été abordée dans une condition biologique donnée (AB = 14 jours). Il a été démontré que :

- Une forte chute de la perméabilité instantanée apparaissait dès les premiers jours de fonctionnement du pilote. Ce phénomène se produisant quelles que soient les conditions de filtration imposées. Les phénomènes d'adsorption et de formation de gâteau sont à l'origine de ce comportement.

Clefs de la gestion du procédé ?

- Une stabilisation de la perméabilité journalière autour de 50 L/h.bar.m² a lieu quand le mode de filtration et plus particulièrement le mode d'aération sont adaptés. Une aération injectée de façon intermittente à 200 L/h est dans ce cas un moyen efficace.

L'efficacité de l'aération a ensuite été discutée selon la capacité de la boue à colmater :

Si la boue a une capacité de colmatage supérieure à 50 kg/m³s l'efficacité de l'aération est médiocre. Inversement pour une capacité de l'ordre de 40 kg/m³s ou moins, l'efficacité d'aération atteint 90 %. Mais le développement et la rapidité du colmatage dépendent en fait d'une part de l'efficacité de l'aération et d'autre part de l'état de la perméabilité de la membrane. Ainsi pour une perméabilité inférieure à 30 L/h.bar.m² un rapide colmatage est observé malgré une efficacité d'aération de 90 %.

Finalement l'analyse de la caractérisation de la boue a souligné l'effet prépondérant de la fraction liquide dans sa participation au colmatage. Toute perturbation susceptible d'augmenter la DCO dans le surnageant est à éviter.

CHAPITRE IV

CARACTERISATION HYDRODYNAMIQUE

—

INFLUENCE SUR LA FILTRABILITE DE LA BOUE

Il a été souligné dans le chapitre I que l'hydrodynamique avait un double effet : elle permet dans un premier temps de limiter le colmatage en favorisant la turbulence proche de la membrane ; mais si la turbulence est trop forte une déstructuration des flocs apparaît. Les flocs ainsi déstructurés auront tendance à colmater davantage. Il faut donc adapter les paramètres du procédé pour gérer cet antagonisme. Une étude précise sur l'effet de l'hydrodynamique au sein de notre bioréacteur a donc été menée.

Deux hypothèses ont été envisagées :

- L'hydrodynamique a une influence directe sur une déstructuration physique des flocs avec une restructuration identique ou non ; les flocs déstructurés modifient la filtrabilité de la boue.

-L'hydrodynamique a une influence sur le métabolisme microbien qui modifie globalement la liqueur mixte et donc sa filtrabilité.

Le chapitre précédent (chapitre III § II-3) a d'autre part soulevé deux interrogations :

1) Comment expliquer qu'une aération continue de 50 L/h soit plus destructrice qu'une aération de 200 L/h injectée de façon intermittente ?

2) Pourquoi au-delà d'un débit d'air de 150 L/h aucune amélioration dans la limitation du colmatage n'a été observée ?

Afin de répondre à ces interrogations, la démarche suivante a été adoptée :

- Etude des caractéristiques de la boue (filtrabilité, tailles des flocs, turbidité, DCO)
- Etude expérimentale et théorique du profil hydrodynamique engendré par les bulles dans le BAM.
- Etude rhéologique de la boue

I Influence d'une agitation sur la floculation

I-1 Démarche scientifique

Conformément à l'étude bibliographique menée à ce sujet (chapitre I § III-5), le montage expérimental utilisé pour évaluer l'effet de l'agitation sur la floculation de la boue consiste à soumettre les boues à un cisaillement donné dans une cuve agitée. Des échantillons de boues sont ensuite prélevés de cette cuve pour les différents cisaillements et analysés le plus souvent en terme de granulométrie. La taille des particules est en effet le paramètre essentiellement retenu pour

caractériser l'effet de l'agitation sur la floculation. Il a également été démontré (chapitre I § III-5.2) l'intérêt, pour les milieux biologiques, d'analyser la composition de la partie soluble. On peut en effet y détecter des substances révélatrices d'une forte défloculation telles que les sucres ou les protéines. Ces composés peuvent, de plus, donner des informations sur la capacité de colmatage du milieu cisailé.

Pour évaluer la résistance au cisaillement de la boue du BAMI, on a alors adopté dans un premier temps la même démarche scientifique que la majorité des études réalisées à ce sujet (chapitre I § IV). On a alors utilisé une cuve agitée (décrite chapitre II). Pour déterminer l'effet du cisaillement, deux appareils de mesure différents ont été employés :

- Le premier est le Turbiscan Online. Cet appareil renseigne sur l'évolution de l'état d'agrégation en se basant sur la réflexion de la lumière (chapitre II). L'intérêt de cet appareil est de pouvoir effectuer les mesures en ligne. Le problème d'échantillonnage n'a pas lieu d'être dans ce cas.

- Le deuxième appareil de mesure utilisé pour déterminer l'effet du cisaillement sur la floculation est le granulomètre Laser. L'avantage de cet appareil réside dans le fait qu'il mesure une distribution de tailles. Les mécanismes de défloculation peuvent dans ce cas alors être mis en évidence. Si on observe une simple translation de la courbe granulométrique en fonction du cisaillement on parlera de simple destructuration. Au contraire si on observe une augmentation de la part de fines particules en augmentant le cisaillement on parlera alors d'érosion. En revanche le problème lié à ce type de mesure est la représentativité de l'échantillon analysé. Le champ de cisaillement dans la cuve agitée n'étant pas homogène, le prélèvement de l'échantillon peut ne pas être représentatif du cisaillement appliqué.

L'objectif final est de connaître la répercussion que peuvent avoir les contraintes de cisaillement sur la filtration de la boue. Toutes les expériences d'agitation ont donc été associées en parallèle à une analyse de la filtrabilité de la boue (calcul de sa résistance spécifique).

Ces expériences ont été réalisées pour différents échantillons de boue à différents stades du projet. Dans un premier temps seul l'effet mécanique a été évalué. Pour mieux comprendre les phénomènes intervenant dans le cisaillement de la boue, une mesure de la DCO du surnageant a ensuite été effectuée. Les résultats de ces expériences sont présentés dans la section qui suit.

Pour chaque expérience un échantillon différent a été utilisé.

I-2 Résultats expérimentaux

I-2.1 Analyse avec le Turbiscan Online

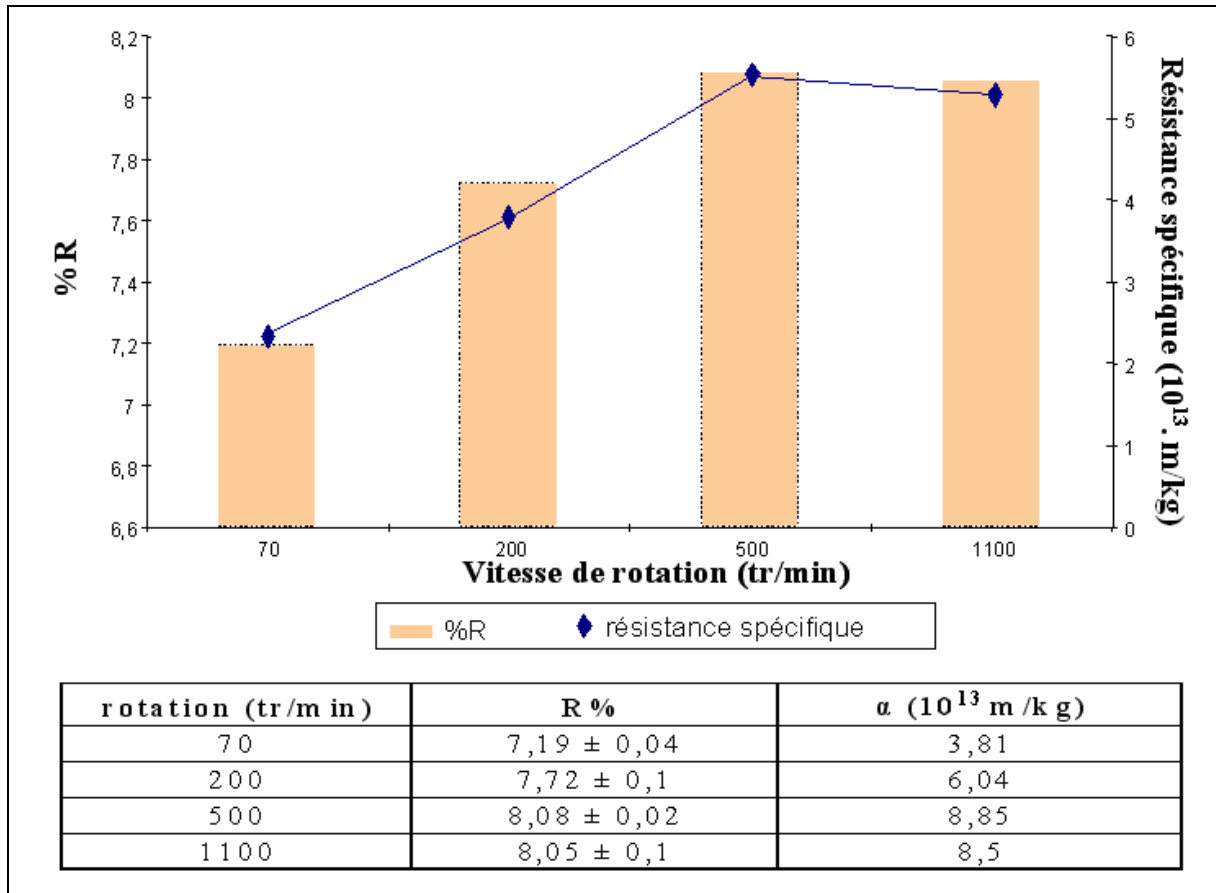


Figure IV-1 : Caractérisation de l'état d'agglomération de la boue par l'évolution de l'intensité de la lumière rétrodiffusée (R %) et de la résistance spécifique en fonction de la vitesse de rotation

On a tout d'abord analysé à l'aide du Turbiscan Online l'effet d'une augmentation progressive du cisaillement de 70 à 1100 rpm sur l'état d'agglomération de la boue. Chaque temps de cisaillement a été fixé à 20 minutes. Avant de passer à la vitesse de rotation supérieure un échantillon de boue est prélevé pour en déterminer sa résistance spécifique. La figure IV-1 représente l'intensité de la lumière rétrodiffusée (R%) en fonction de la vitesse d'agitation. Comme présenté dans le chapitre II matériel et méthodes, une augmentation de l'intensité de la lumière rétrodiffusée révèle une désorganisation du milieu. Selon la figure IV-1 une augmentation de la vitesse d'agitation de 70

rpm à 200 rpm engendre une augmentation de la lumière rétrodiffusée de 0,53 % et jusqu'à 0,89 % pour une vitesse de 500 rpm. Ensuite aucune variation significative n'est observable.

Ces résultats suggèrent donc que plus l'agitation devient intense et plus il apparaît une désorganisation du système jusqu'à atteindre un état d'équilibre.

La répercussion sur la filtration est donnée en exploitant l'évolution de la résistance spécifique en fonction de l'agitation. La résistance spécifique suit en fait la même évolution que l'intensité de la lumière rétrodiffusée. Une augmentation de 59 % de la valeur de la résistance spécifique est observée pour un passage de 70 rpm à 200 rpm. Le passage de 200 rpm à 500 rpm conduit à une augmentation de la résistance spécifique de 46 % pour se stabiliser ensuite autour de $8,6 \cdot 10^{-13}$ m/kg à partir de cette vitesse.

Cette expérience montre donc qu'une augmentation de la vitesse de rotation et donc du cisaillement, engendre une désorganisation du milieu qui nuit à sa filtration jusqu'à l'obtention d'un niveau palier.

I-2.2 Analyse au granulomètre

Pour conforter les résultats précédents et préciser le mécanisme de désorganisation de la boue, une expérience similaire a été effectuée en substituant au Turbiscan Online un granulomètre Laser. Les mesures ont été effectuées avant agitation et pour des vitesses de rotation de l'hélice de 100, 400 et 1000 rpm. L'agitation a été maintenue pendant 20 minutes et un échantillon a été prélevé avant de passer à la vitesse d'agitation supérieure. Ce même échantillon a été caractérisé par sa granulométrie et sa résistance spécifique. Les résultats sont présentés sur les figures IV-2.

On peut observer sur cette figure que dans un premier temps la distribution granulométrique de la boue tend à se déplacer vers des plus grandes tailles. Le diamètre moyen des particules augmente en effet de 100 à 150 μm . Ensuite une augmentation de la vitesse de rotation engendre une diminution de ce diamètre moyen. On passe ainsi respectivement pour des vitesses de 400 et 1000 rpm à des diamètres moyens de 100 et 80 μm .

Si l'on regarde maintenant la répercussion que peut avoir ce changement sur la filtrabilité de la boue, on peut s'apercevoir que l'augmentation de la granulométrie (observée pour 100 rpm) est associée à une diminution de la résistance spécifique et qu'ensuite quand la granulométrie diminue (400 et 1000 rpm) la résistance spécifique augmente.

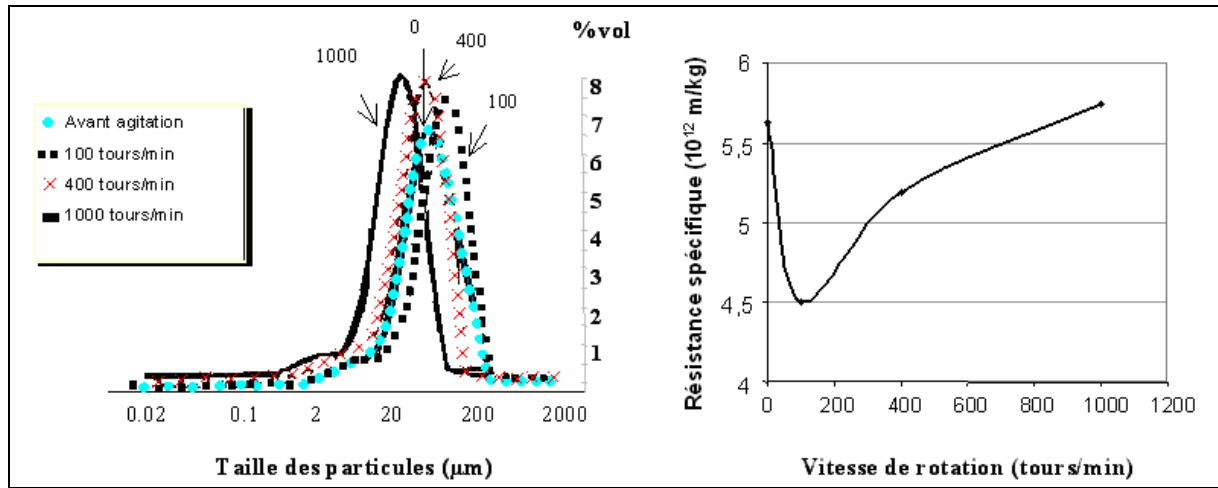


Figure IV-2 : Evolution de la résistance spécifique α et de la granulométrie d'une boue en fonction de la vitesse d'agitation.

On observe d'autre part sur la figure IV-2 que les courbes granulométriques semblent être des translations les unes des autres, avec la même configuration de courbe. Cette observation tend à prouver que l'agitation intervient plus dans une destructuration du milieu que dans une éventuelle érosion des particules. Selon la vitesse d'agitation les floccs de boue vont s'organiser en " paquets " de plus ou moins petite taille.

Comme présenté dans la partie bibliographique ces résultats montrent qu'une phase d'agrégation prédomine quand le cisaillement est faible mais que si ce cisaillement est trop intense un phénomène de désagrégation prend le dessus. Le fluide ainsi transformé n'a plus le même comportement en filtration.

I-2.3 Analyse de la DCO

Un résultat souligné dans le chapitre III était la contribution des composées du surnageant dans la filtrabilité de la boue. Il a été montré que selon les conditions biologiques imposées la DCO dans le surnageant était plus ou moins importante, ce qui induisait un changement dans la résistance spécifique (chapitre III, figure III-18). Au delà d'une DCO de 200 mg/L la partie liquide de la boue jouait pour une grande part dans le colmatage de la membrane.

Les résultats présentés dans les sections précédentes (I-2.1 et I-2.2) de ce chapitre ont montré qu'une augmentation de l'agitation trop intense induisait une destructuration du milieu. Dans cette partie de l'étude on a alors voulu, évaluer la part de DCO rejetée dans le surnageant par ce phénomène de destructuration.

Les expériences de cisaillement de la boue dans le réacteur agité ont été renouvelées dans l'objectif de la quantification de la DCO relarguée par le cisaillement. Les paramètres granulométriques et la résistance spécifique ont aussi été mesurés pour différentes vitesses d'agitation (tableau IV-1). Cette analyse a été effectuée alors que la boue était dans une phase d'adaptation.

boue	Résistance spécifique (m/kg)	DCO (mg/L)	Diamètre des particules (μm)
non cisillée	$3,08.10^{14}$	124	60
500 rpm	$2,78.10^{14}$	122	60
1000 rpm	$2,96.10^{14}$	138	60
2000 rpm	$3,57.10^{14}$	175	50

Tableau IV-1 : Evolution de la résistance spécifique de la DCO du surnageant et du diamètre moyen des floes de boue pour différentes vitesses d'agitation. Boue extraite du réacteur pendant une phase d'adaptation

Les résultats consignés dans le tableau IV-1 suivent les mêmes tendances que les résultats précédents mais avec des changements moins marqués. Néanmoins, on observe comme précédemment que pour un faible cisaillement (500 rpm) la boue semble s'agglomérer (la résistance spécifique diminue). Pour une agitation plus intense 1000 rpm et 2000 rpm, on remarque une tendance à la destruction (la résistance spécifique réaugmente). Les changements sont peu significatifs jusqu'au passage à une vitesse d'agitation de 2000 rpm. A cette étape, la résistance spécifique augmente de 16 % et la taille des particules diminue de 10 μm .

La DCO du surnageant évolue également dans le même sens : peu de variation est mesurée pour des vitesses de 500 et 1000 rpm alors qu'une augmentation de 41 % de la valeur de la DCO est mesurée entre la boue non cisillée et la boue soumise à une agitation de 2000 rpm. Une faible destruction du milieu engendre donc une forte augmentation de la DCO dans le surnageant et conformément aux résultats présentés au chapitre III ceci entraîne une augmentation de la résistance spécifique.

Cette partie réalisée en cuve agitée a permis d'appréhender l'effet mécanique de l'agitation sur l'état de floculation de la boue et sa répercussion sur sa filtrabilité. Les résultats obtenus montrent un effet net de l'agitation : une augmentation du cisaillement engendre une désagrégation de la boue qui nuit à sa filtrabilité. Ces résultats ont été obtenus pour des boues avec des caractéristiques

de filtration différentes. Les résistances spécifiques s'étendent de 10^{12} à 10^{14} m/kg. Pour toutes les expériences, des résultats similaires ont été observés. On peut néanmoins remarquer que pour une résistance spécifique de 10^{14} m/kg, le phénomène de destruction est moins marqué. Le résultat peut être expliqué par le fait qu'une valeur élevée de cette résistance associée à une faible valeur du diamètre moyen des particules est révélateur d'un état de défloculation avancée. Une faible destruction de la boue (diminution du diamètre des floes) entraîne tout de même une forte augmentation de la DCO dans le surnageant. Or conformément aux résultats obtenus au chapitre précédent (chapitre III § V-3), cette augmentation de DCO est nuisible à la filtration.

Ces résultats rappellent ceux obtenus par Park et al.(2005) ou Wisniewski et Grasmick (1998) (chapitre I) dans un BAME. Une augmentation trop intense de la vitesse de recirculation induisait une destruction des floes avec un relargage d'exopolymères dans la partie liquide.

Dans notre étude la circulation n'est pas induite par une pompe mais par l'injection de bulles. La suite du travail s'est donc attachée dans un premier temps à caractériser le profil de vitesse engendrée par un train de bulles dans le réacteur. Dans un second temps, on a étudié les conséquences de l'agitation à la fois sur la réponse biologique et sur la filtrabilité de la boue.

II Caractérisation hydrodynamique par anémométrie à film chaud

II-1 Profil de vitesse

Le profil de vitesse engendré par un train de bulles injecté à différents débits a tout d'abord été déterminé. Pour cela la méthode anémométrique détaillée dans le chapitre II (partie III-1) a été utilisée. Toutes les expériences anémométriques ont été réalisées selon le schéma présenté sur la figure II-12 du chapitre II. La vitesse du liquide a été déterminée pour une position centrale et une position proche de la paroi et pour trois hauteurs différentes. Les mesures ont été effectuées dans de l'eau et pour sept débits d'aération grosses bulles croissants (nul, 50 L/h, 150L/h, 200L/h, 260 L/h, 370 L/h et 580 L/h). Le temps de mesure est de 2 minutes avec une fréquence d'acquisition de 8 Hz. Les expériences sont réalisées en absence de filtration. La vitesse du liquide est donc uniquement engendrée par le train de bulles. Initialement le fluide est mis en mouvement uniquement par les fines bulles (débit grosses bulles nul).

La figure IV-3 représente les valeurs moyennes des vitesses de la phase liquide obtenues à partir des mesures anémométriques après traitement du signal brut. La figure IV-3a est obtenue à partir des mesures réalisées au centre du pilote alors que la figure IV-3b est tracée à partir des mesures effectuées proches de la paroi.

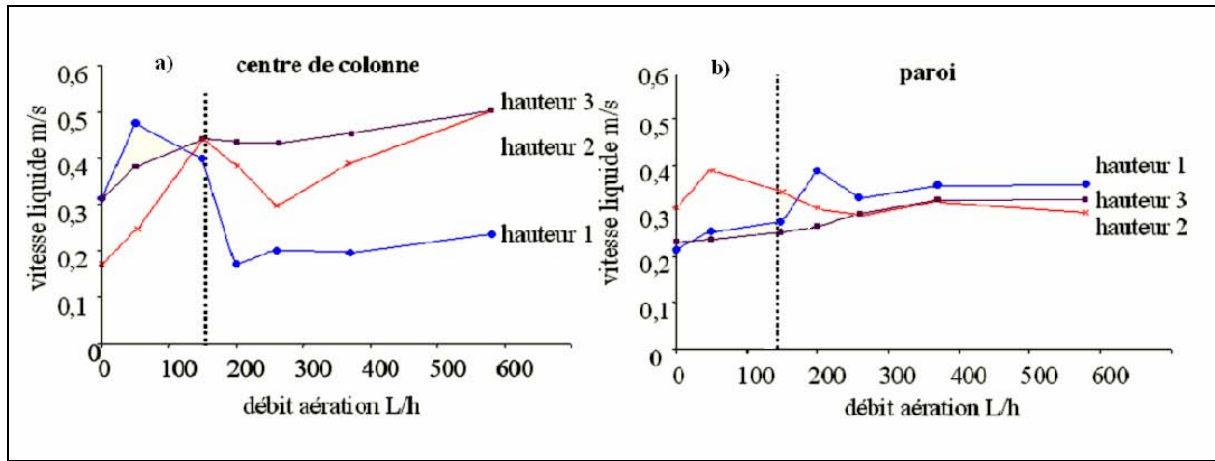


Figure IV-3 : Profils de vitesse déterminés à partir de mesures anémométriques

La figure IV-3a montre une forte variation des profils de vitesse du liquide si la sonde est placée au dessus de l'arrivée d'air. Les hauteurs 2 et 3 montrent une tendance à une augmentation de la vitesse avec un accroissement du débit. Proche de la sortie du carter (hauteur 1) on peut noter au contraire que plus le débit d'aération augmente plus la vitesse du liquide diminue. Ce dernier résultat est plutôt surprenant et peut être expliqué soit par un décalage de la sonde hors de l'axe principal d'écoulement lors de la mesure des vitesses pour des débits supérieurs à 150 L/h, soit par un mauvais traitement du signal brut du fait de la proximité du point de mesure avec la zone d'injection d'air. La grande quantité d'air en ce point peut avoir perturbé le traitement du signal.

On doit remarquer que les positions correspondant aux hauteurs 1 et 3 sont en fait des positions correspondant à des interfaces. La hauteur 3 se trouve proche de la surface libre du réacteur (à 5 cm) et la hauteur 1 près de la sortie de l'air. Les mesures effectuées à ces hauteurs sont donc à prendre avec précautions du fait des phénomènes d'interfaces pouvant se produire à ces niveaux.

D'après la figure IV-3b, on observe que la vitesse de l'eau près de la paroi subit moins de variations quel que soit le débit d'aération et quelle que soit la hauteur de mesure. La vitesse varie en effet de 0,2 m/s en surface du réacteur à faible débit d'aération pour atteindre un maximum de 0,35 m/s à fort débit d'aération et en profondeur (hauteur 1).

Il aurait été bon de pouvoir multiplier les expériences pour déterminer un profil dans le volume. Il aurait fallu pour cela déplacer la sonde longitudinalement. Cette expérience bien que prévue n'a pu être réalisée à cause d'un problème technique (bris de la sonde et indisponibilité de l'appareil).

Le résultat le plus important à souligner est la faible variation de la vitesse après une aération de 150 L/h quelle que soit la configuration. Ce résultat est intéressant car permet d'expliquer la notion de débit seuil discuté dans le chapitre III partie IV-3. On rappelle que pour un débit au-delà de 150 L/h aucune amélioration significative dans la diminution de la dérive de pression n'est identifiée.

On peut expliquer ce résultat par le confinement du carter dans lequel sont injectées les grosses bulles. Les grosses bulles sont en effet injectées en cinq points à la base d'un carter de 5 cm de diamètre et 170 cm³ de volume dans lequel est placée la membrane. Les bulles coalescent alors forcément dans le carter avant de se disperser dans le volume du réacteur. L'augmentation du débit d'aération n'engendre alors pas de variation dans la vitesse du liquide.

II-2 Evaluation de l'effet induit par un train de bulles sur la floculation

II-2.1 Caractérisation de l'effet de la turbulence dans un milieu triphasique : théorie

Le système étudié étant triphasique gaz-liquide-solide, l'hydrodynamique a été étudiée sous deux aspects :

- gaz - liquide qui génère le mouvement
- liquide - solide , le mouvement de liquide influençant la taille du solide.

Dans le cadre de notre étude, l'hydrodynamique au sein du réacteur est induite par un train de bulles qui génèrent dans leur sillage des tourbillons (turbulence). Ces tourbillons génèrent de l'énergie cinétique en se désintégrant petit à petit jusqu'à atteindre leur taille limite inférieure. A ce stade, les tourbillons dissipent l'énergie cinétique sous forme visqueuse. L'échelle de Kolmogorov représente la taille des tourbillons quand ils ont atteint leur taille limite inférieure.

Lorsque les tourbillons passent d'une taille à une autre en dissipant de l'énergie cinétique ils peuvent alors engendrer un effet destructif sur tout objet de taille supérieure. On va donc chercher

dans cette étude à savoir si la turbulence engendrée par l'injection des bulles est susceptible d'avoir une action destructrice sur les floccs.

- Si $\eta_K < d_f$: on se trouve alors dans un régime inertiel. Théoriquement dans ce régime les floccs passant dans les tourbillons de tailles déterminés par l'échelle de Kolmogorov ont une tendance à se fragmenter selon le mécanisme schématisé figure IV-4. Les floccs participent en effet à la transmission de l'énergie.

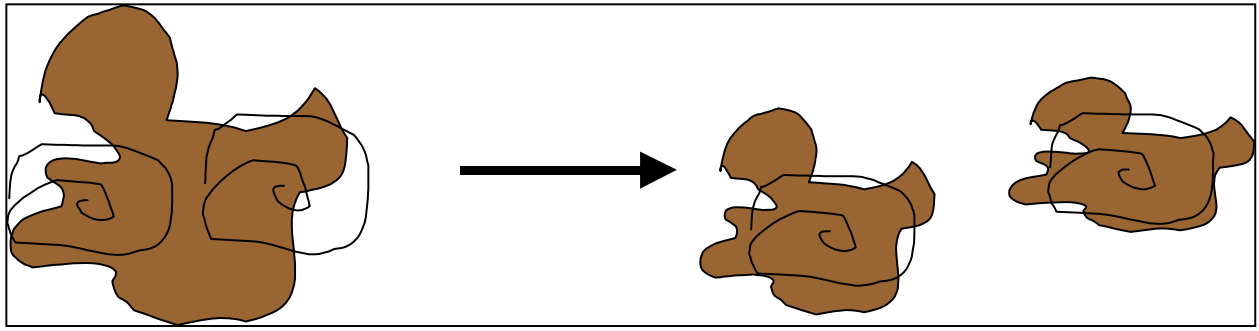


Figure IV-4 : Schéma de la déstructuration d'un flocc du au passage de tourbillons

- Si $\eta_K > d_f$ ou $\eta_K \approx d_f$: on peut considérer qu'on est dans un régime de dissipation visqueuse. Les tourbillons ont atteint leur taille limite et ils ne vont donc pas affecter la taille des floccs.

Pour calculer l'échelle de Kolmogorov plusieurs étapes sont à suivre. L'échelle de Kolmogorov est donnée par l'équation IV-1.

$$\eta_K = \left(\frac{\varepsilon}{\nu^3} \right)^{-\frac{1}{4}} \quad \text{Equation IV-1}$$

Où ν est la viscosité cinématique et ε est l'énergie de dissipation visqueuse donnée par l'équation IV-2

$$\varepsilon = F_D \cdot u_r \quad \text{Equation IV-2}$$

Pour déterminer ε il faut alors au préalable déterminer la force de traînée F_D et donc son coefficient de traînée C_D

$$F_D = \frac{3}{4} \cdot \frac{\phi}{d_p} \cdot V_T \rho_f \cdot C_D \cdot u_r^2 \quad \text{Equation IV-3}$$

avec Φ taux de rétention gazeuse
 d_p diamètre des particules
 V_T volume du réacteur
 u_r vitesse de glissement
 ρ_f masse volumique du fluide

Pour déterminer le coefficient de traînée il faut connaître le nombre de Reynolds particulaire Re_p .
 Le choix du C_d se fait selon le tableau IV-2 illustré par la figure IV-7.

Re_p	C_d	Référence
$Re_p < 1$	$\frac{24}{Re_p}$	Stokes (laminaire)
$15 < Re_p < 800$	$\frac{24 \cdot (1 + 0,15 \cdot Re_p^{0,687})}{Re_p}$	Shiller et Naumann (régime transitoire)
$Re_p > 1000$	0,45	Turbulent

Tableau IV-2 : Calcul du coefficient de traînée en fonction du nombre de Reynolds particulaire

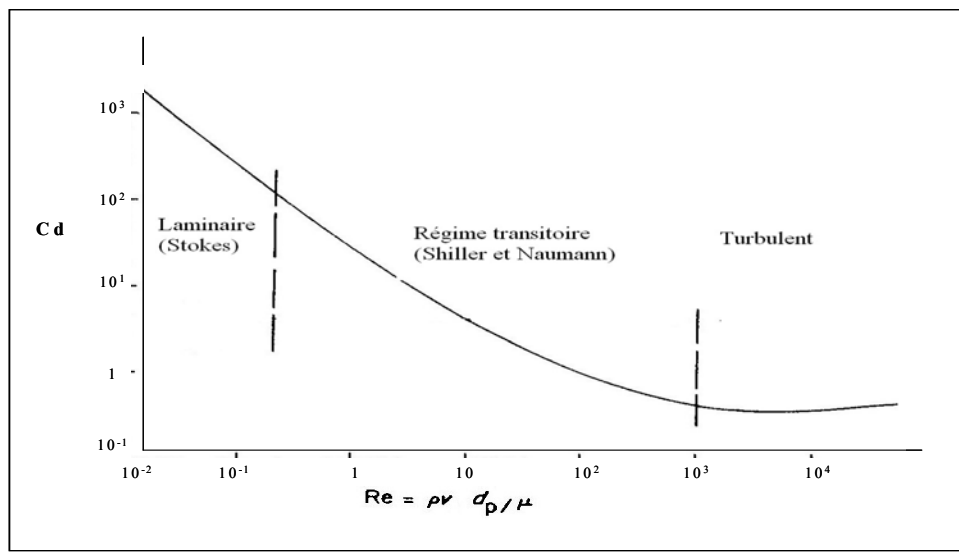


Figure IV-7 : Détermination du coefficient de traînée en fonction du nombre de Reynolds particulaire

En résumé les étapes pour déterminer si la turbulence engendrée par un train de bulles affecte la taille des floccs sont les suivantes :

- Calcul du nombre de Reynolds particulaire
- Détermination du coefficient de traînée
- Calcul de la force de traînée et de l'énergie de dissipation visqueuse
- Calcul de l'échelle de Kolmogorov
- Comparaison de cette échelle avec la taille des floccs.

II-2.2 Résultats

Pour déterminer le Reynolds particulaire Re_p il est nécessaire de connaître la taille des bulles. Cette étape est plutôt délicate et fait l'objet généralement d'un projet de recherche à part entière avec des techniques d'analyse pointues basées sur le traitement d'image tel que la PIV. Or ici ce n'est pas le but de l'étude. Pourtant notre objectif étant de relier cette caractérisation hydrodynamique au fonctionnement du pilote, nous avons simplement estimé visuellement cette taille de bulles, bien conscient du manque de précision qui entachera les résultats. La taille des grosses bulles a donc été estimée entre 0,5 et 2 cm et celle des fines entre 0,5 et 2 mm.

Pour calculer la force de traînée, on a estimé le taux de rétention gazeuse à 3 % quel que soit le débit d'aération. Ce résultat est surprenant mais a déjà été mentionné. En effet, Madec (2000) indique qu'une augmentation du débit d'aération dans son réacteur ne conduit pas une augmentation significative du débit du taux de rétention de gaz. Dans notre cas, l'augmentation du niveau d'eau pour différents débits d'aération grosses bulles a été mesuré grâce à la sonde de niveau Keller, et pour tous les débits, un taux de rétention gazeuse de 3 % a été déterminé.

Partant de cette hypothèse on peut alors mener la cascade de calculs. Un exemple est donné sur le tableau IV-3 pour une vitesse d'aération de 200 L/h, une taille de grosses bulles estimée à 1cm . Le reste des calculs sont consignés dans l'annexe 4.

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,39	1286,67	0,45	0,64	81
	Hauteur 2	0,31	1020,00	0,45	0,32	96
	Hauteur 3	0,27	883,33	0,45	0,21	107
Centre	Hauteur 1	0,17	563,33	0,54	0,06	143
	Hauteur 2	0,39	1286,67	0,45	0,64	81
	Hauteur 3	0,44	1456,67	0,45	0,93	73

Tableau IV-3 Exemple de calcul de l'échelle de Kolmogorov

Si on se réfère à l'annexe 4 l'ensemble des résultats montre que quelle que soit l'estimation de la taille des bulles, l'échelle de Kolmogorov varie peu et une gamme entre 60 et 150 μm peut être retenue comme ordre de grandeur de variation de cette échelle.

Toute la difficulté réside maintenant dans la comparaison entre l'échelle de Kolmogorov et la taille des floes et ainsi déduire l'effet des bulles sur la floculation. Les floes ne sont en effet pas des entités bien calibrées et leur répartition n'est pas monomodale. En fait si l'on regarde leur granulométrie (figure IV-2 et tableau IV-4), on peut s'apercevoir que leur distribution est large. La distribution s'étend en fait de 10 μm à 200 μm .

Au final pour une grande majorité des floes, l'échelle de Kolmogorov a une dimension similaire voire supérieure. On peut alors conclure que dans la grande majorité des cas le régime hydrodynamique présent au sein du réacteur est un régime de dissipation visqueuse. La turbulence générée par le train de bulles n'affecte alors pas directement l'état de floculation.

Conditions biologiques	$d_{0,1}$ (μm)	$d_{0,5}$ (μm)	$d_{0,9}$ (μm)
AB = 29 jours	28,8	88,2	190,2
AB = 29 jours	19,4	61,4	131
AB= 105 jours non stable	12,1	64,8	151,5
AB= 105 jours non stable	18,54	52,5	124,9
AB = 21 jours	15,6	44,2	100

Tableau IV-4 : Distribution granulométrique de différents échantillons de boue

La turbulence générée par les grosses bulles au sein du réacteur n'explique donc pas la déstructuration des floes. Pourtant il a été souligné qu'une aération continue de 50 L/h était destructrice. La question restant encore entière est alors de savoir pourquoi ce mode d'aération est destructeur alors que un mode d'aération intermittent à un débit d'aération plus élevée l'est moins. Puisque la réponse n'est pas donnée par l'étude hydrodynamique, elle peut venir de la nature même de la boue. Pour évaluer le comportement de la boue sous cisaillement, des expériences de rhéologie ont donc été réalisées.

III Analyse rhéologique

L'analyse rhéologique a été menée comme suit :

Du fait de la composition de l'échantillon (floes microbiens) une étude préliminaire a été menée afin de valider les mesures. Une analyse de la thixotropie de la boue a été effectuée pour évaluer les précautions à prendre lors des mesures. L'influence du type de rhéomètre et de la géométrie utilisée sur la thixotropie a été étudiée dans ce même objectif de précaution.

Une fois les précautions à prendre déterminées, une série d'analyses rhéologiques a été réalisée en viscosimétrie et oscillation (cf. chapitre II) afin d'évaluer les propriétés du fluide sous cisaillement. Ceci pour tenter d'expliquer pourquoi le fait de syncoper l'aération, c'est à dire pourquoi le fait de travailler dans des conditions de cisaillement non continu, est bénéfique pour la structure de la boue.

III-1 Etude préliminaire- Etude de la thixotropie

La thixotropie comme définie dans la partie bibliographique est la capacité du fluide à évoluer dans le temps. On peut évaluer cette propriété du fluide en lui appliquant une rampe de contrainte croissante suivie d'une rampe décroissante. Si les rhéogrammes obtenus ne se superposent pas alors le fluide est thixotrope.

Ce test a donc été mené sur différents échantillons de boue. On a également étudié l'influence du matériel utilisé afin de parfaire les mesures. On a alors testé deux types de rhéomètre ainsi que deux types de géométrie (cf. chapitre II).

III-1.1 Choix du rhéomètre

Si on applique une rampe de contrainte croissante puis décroissante en utilisant un rhéomètre Carri-Med avec une géométrie CP 2°/40 on remarque sur la figure IV-8a que les rhéogrammes résultants ne se superposent pas. Ces résultats suggèrent donc que la boue analysée possède des propriétés thixotropes.

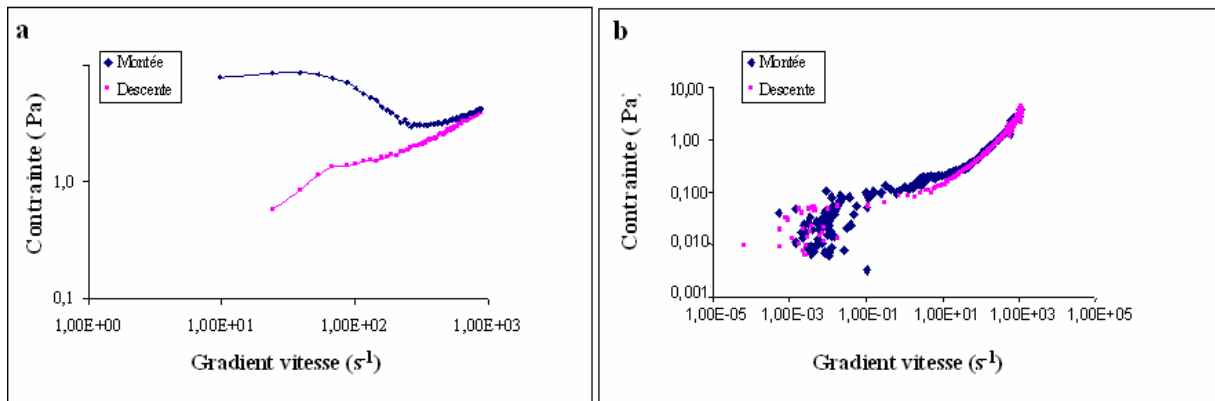


Figure IV-8 Rhéogramme en contrainte croissante et décroissante d'une boue activée effectué à partir d'un rhéomètre Carri-Med (a) et d'un rhéomètre Bohlin (b) sur une géométrie CP 2°/40.

Mais si maintenant on réalise exactement la même expérience mais avec un rhéomètre Bohlin CP 2°/40, on remarque sur la figure IV-8b que le rhéogramme de montée en contrainte et celui de descente sont légèrement décalés mais bien moins que pour le rhéomètre Carri-Med. D'après cette analyse des soupçons quant à la thixotropie de la boue perdurent mais on peut également se demander si le décalage entre la montée et la descente n'est pas plutôt dû à un phénomène de glissement ou de sédimentation de la boue. Pour répondre à cette dernière question on a évalué l'influence de la géométrie de mesure.

III-1.2 Choix de la géométrie.

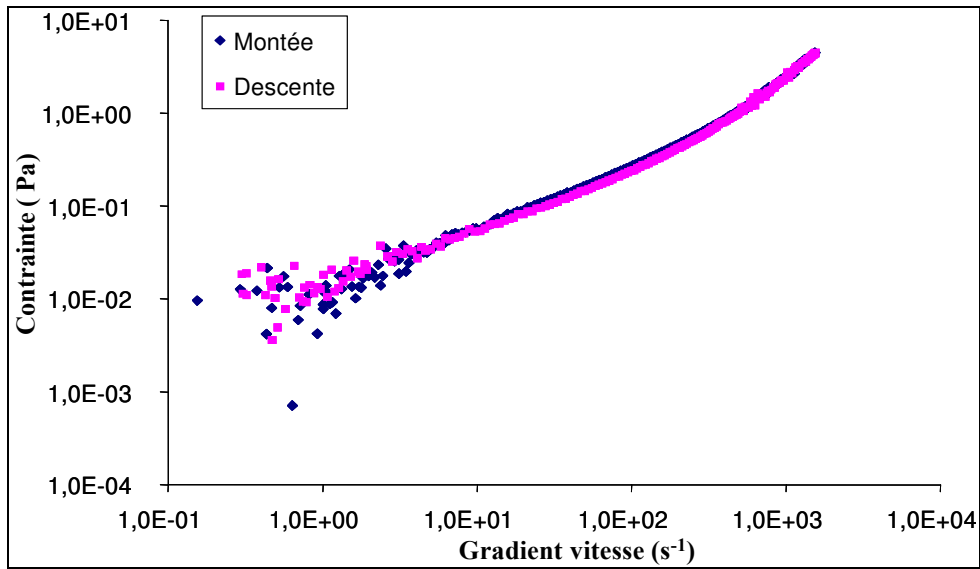


Figure IV-10 Rhéogramme en contrainte croissante et décroissante d'une boue activée effectué à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie PP60.

Si on réalise maintenant la même analyse sur le rhéomètre Bohlin avec une géométrie PP 60 striée, on remarque sur la figure IV-10 que les courbes de montée et de descente en contrainte sont parfaitement superposées.

La boue n'est donc au final pas dotée de propriété thixotrope. Elle n'évolue donc pas au cours du temps et aucune précaution particulière n'est donc à prendre avant analyse.

Si on fait enfin une comparaison des deux géométries CP et PP en utilisant le rhéomètre Bohlin et pour une rampe en contrainte croissante uniquement, on obtient la figure IV-11. On s'aperçoit alors que les rhéogrammes ne sont pas totalement superposés, un léger décrochement est observable sur le rhéogramme issu de l'analyse avec une géométrie CP. Cette expérience tend à

prouver que l'utilisation d'une géométrie CP peut être perturbée par des phénomènes de glissement. On privilégiera alors les analyses avec la géométrie PP striée.

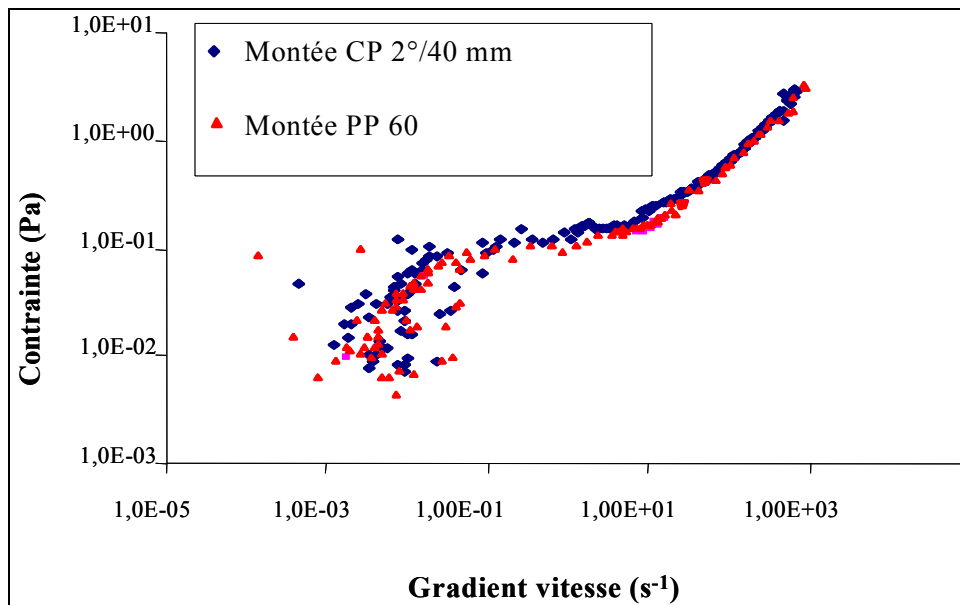


Figure IV-11 : Compilation des rhéogrammes en contrainte croissante d'une boue activée effectués à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie cône plan 2°/40 et PP 60.

Pour conclure cette première partie d'analyse rhéologique, rappelons les éléments essentiels :

- La boue n'est pas thixotrope.
- Si on utilise le rhéomètre Bohlin avec la géométrie PP 60 il n'y aura pas de précaution particulière à prendre. Mais il faudra garder en mémoire que les contraintes exercées dans ce cas ne sont pas homogènes.
- Si on utilise la géométrie CP 2/60 avec le rhéomètre Bohlin, il faudra tenir compte des phénomènes de glissement ou de sédimentation. Les résultats seront considérés corrects seulement pour des analyses en contrainte croissante et ne durant pas trop longtemps. Cette géométrie reste intéressante car elle applique un champ de contrainte homogène sur l'échantillon.
- Le Rhéomètre Carri-Med est très imprécis. Les résultats obtenus avec ce rhéomètre seront donc à prendre avec beaucoup de précautions.

Pour le reste de l'étude, la nature et les propriétés du fluide seront donc essentiellement évaluées sur le rhéomètre Bohlin en géométrie PP 60 (et éventuellement avec un CP).

III-2 Détermination des caractéristiques d'écoulement de la boue.

III-2.1 Viscosimétrie

Selon la courbe réalisée en contrainte croissante sur une géométrie PP-60 sur le rhéomètre Bohlin (figure IV-12) et d'après les considérations bibliographiques présentées chapitre I § II-4, il semble que nos échantillons de boue suivent un modèle de fluide viscoplastique. La représentation mathématique retenue pour représenter cette évolution est alors le modèle d'Herschel-Bulkley. Les valeurs de viscosités sous 0,1 Pa (valeur approximative du seuil) sont en effet comprises entre 100 et 1000 Pa.s, pour chuter rapidement et se stabiliser autour de $3 \cdot 10^{-3}$ Pa.s après le seuil.

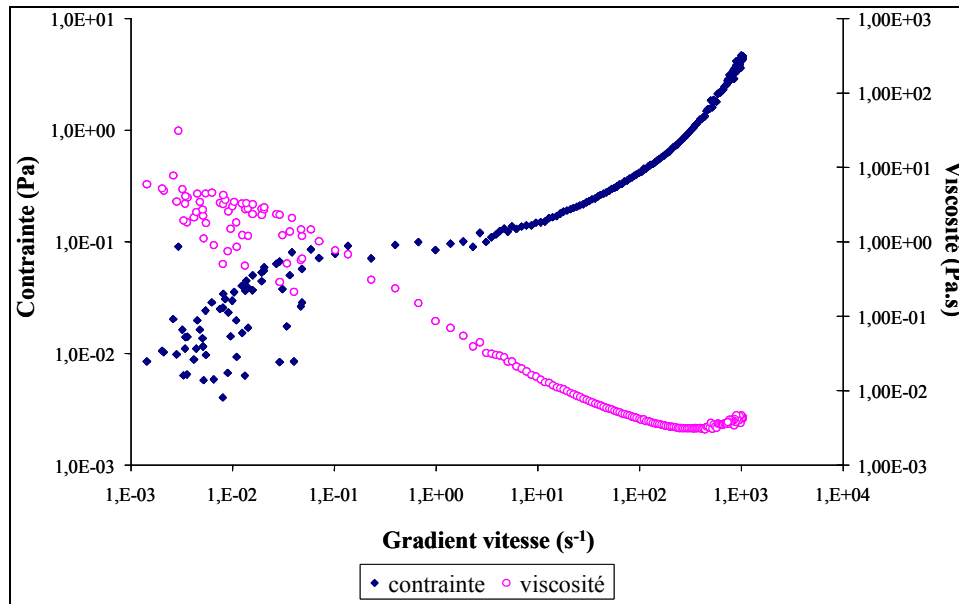


Figure IV-12 Rhéogramme en contrainte croissante d'une boue activée effectué à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie PP 60

Pour valider cette hypothèse, on a réalisé des expériences plus précises.

III-2.2 Oscillation

La méthode d'analyse par oscillation permet d'évaluer la viscoélasticité d'un fluide. Cette méthode ne provoque pas l'écoulement du fluide mais sa déformation. La viscoélasticité du fluide est alors évaluée par le déphasage entre contrainte et déformation par un module visqueux et par un module d'élasticité. Pour un déphasage nul le fluide est totalement

élastique. Inversement pour un déphasage de 90° , le fluide est totalement visqueux. Les résultats de cette analyse de la boue sont présentés sur la figure IV-13. Sur cette figure on peut voir deux zones bien distinctes : la première en dessous de 0,1 Pa où le déphasage est de l'ordre de 30° et une deuxième au dessus de 0,1 Pa où le déphasage est de l'ordre de 65° . En dessous du seuil le fluide a bien des propriétés élastiques, avec un changement de comportement après le seuil. Ces résultats confirment bien que la boue est un fluide viscoplastique avec un seuil d'écoulement autour de 0,1 Pa.

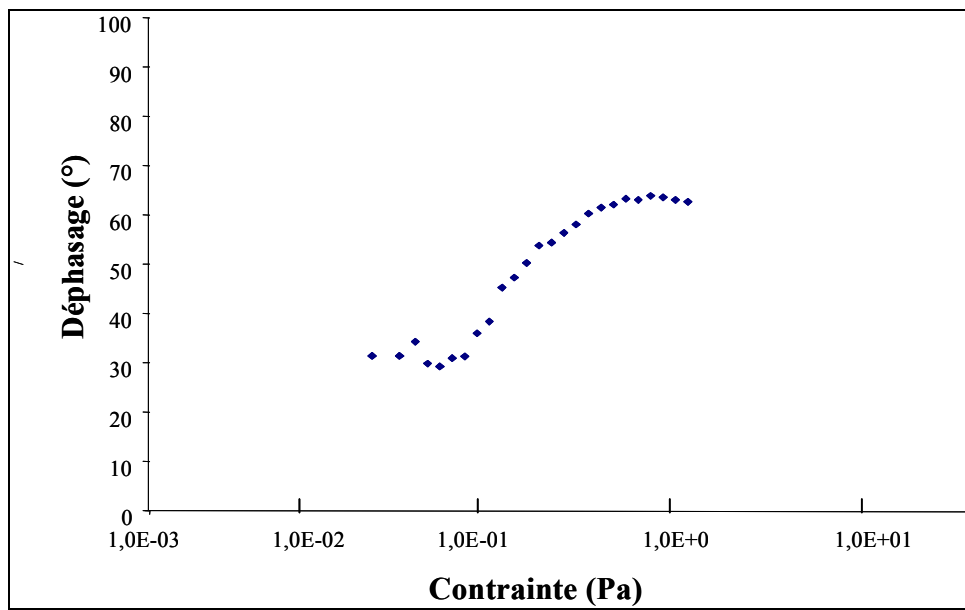


Figure IV-13 Rhéogramme d'une boue activée effectué en oscillation pour une fréquence de 0,2 Hz à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie cône plan $2^\circ/60$.

III-2.3 Expériences avec contraintes en paliers

Une dernière manière d'étudier le comportement sous cisaillement de la boue est de travailler en imposant des contraintes en palier. Lorsqu'on applique ou lorsqu'on supprime brutalement un cisaillement, va se manifester un régime transitoire pendant lequel la structure et donc la viscosité de l'échantillon évoluent avant de se stabiliser (Tixier, 2003).

L'expérience suivante consiste alors en une montée en contraintes par paliers croissants de 120 secondes de 0,05, 0,1, 0,5, 1 et 2 Pa, suivie d'une descente symétrique (figure IV-14)

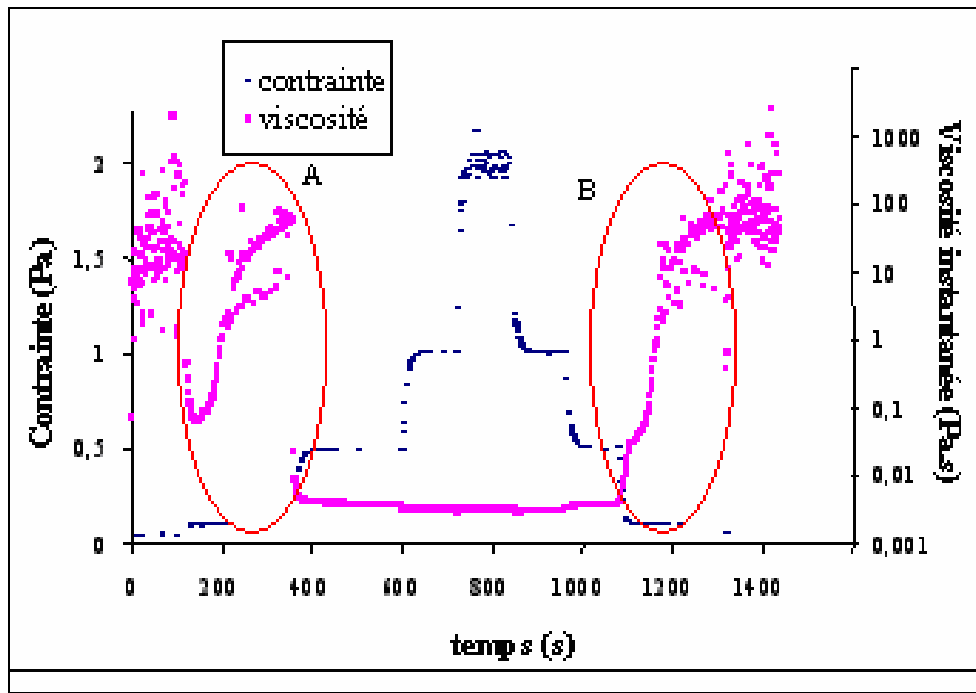


Figure IV-14 Rhéogramme d'une boue activée effectué par paliers de contraintes croissantes à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie cône plan 2°/40.

Pour des faibles contraintes (inférieure à 0,1 Pa) le rhéomètre enregistre des valeurs de viscosité de l'ordre de 100 voire 1000 Pa.s. Ces valeurs de viscosités instantanées sont des valeurs importantes ce qui est la preuve que l'on se trouve dans la partie élastique, au dessous du seuil d'écoulement.

Si on augmente la contrainte, on s'aperçoit que la viscosité chute brutalement jusqu'à une valeur limite d'environ $3 \cdot 10^{-3}$ Pa.s pour 1 et 2 Pa de contrainte imposée.

Quand on diminue les contraintes de façon inverse, on s'aperçoit que le phénomène est réversible. La boue semble donc avoir bien des propriétés de restructuration.

D'autre part si on fait un zoom sur les premiers paliers (0,05 et 0,1 Pa) et qu'on superpose les valeurs de viscosités obtenues en montée (zone A) et descente (zone B) on obtient la figure IV-15. Les paliers de 0,05 Pa et de 0,1 Pa se retrouvent respectivement sur les parties 1 et 2 de la figure. Il est alors remarquable de voir à 0,1 Pa, une chute de la viscosité suivie d'une remontée malgré l'application toujours constante de la contrainte. Le fluide semble se comporter de façon antagoniste :

- La contrainte de 0,1 Pa imposée tend dans un sens à déstructurer, désorganiser la boue. La viscosité chute alors.

- On observe ensuite une réaugmentation de cette viscosité malgré l'application toujours constante de la contrainte. Il semble alors qu'une force opposée à la force tangentielle imposée par la contrainte tende à restructurer la boue et que ces forces sont de l'ordre de la valeur du seuil.

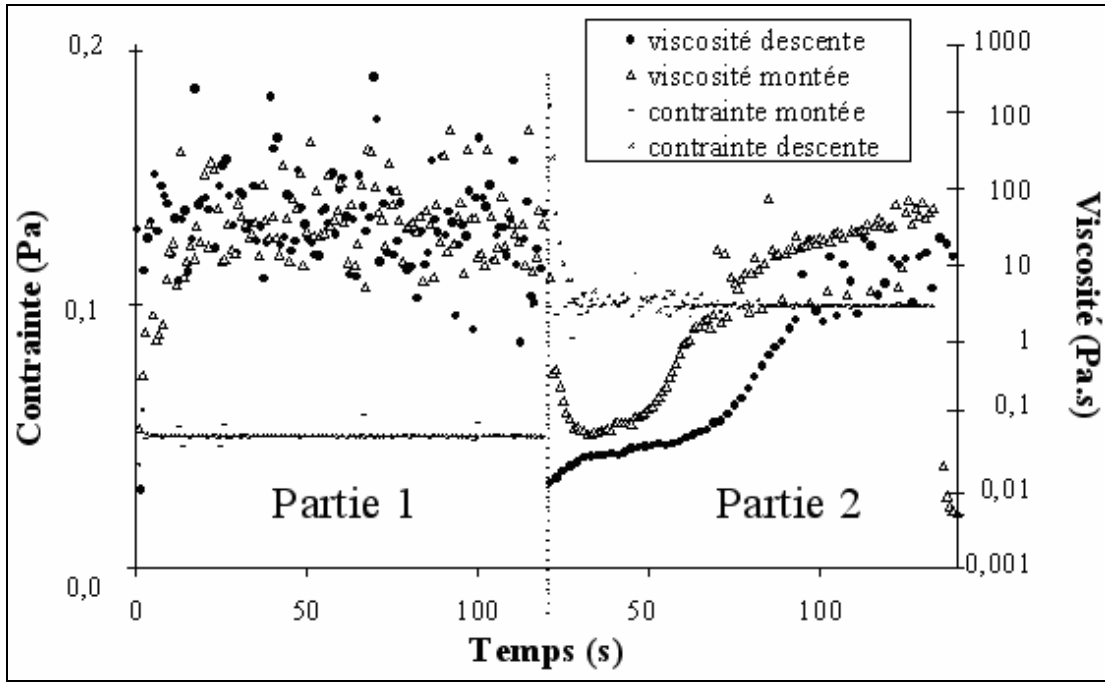


Figure IV-15 Rhéogramme d'une boue activée effectué par paliers de contraintes croissantes à partir d'un rhéomètre Bohlin sur une géométrie cône plan 2°/40.

Pour vérifier cette hypothèse une dernière expérience a été réalisée sur un échantillon de boue dont le seuil d'écoulement a été déterminé à 0,01 Pa. L'expérience a consisté à simuler le syncopage de l'aération avec le rhéomètre. On a réalisé une expérience en imposant des contraintes en palier d'une minute à 0,05 Pa suivi d'un palier de 6 minutes à 0,005 Pa et on a suivi l'évolution de la viscosité au cours du temps. Les résultats de cette expérience sont représentés sur la figure IV-16.

Selon cette figure, on s'aperçoit bien que pendant la période où la contrainte est à son maximum (0,05 Pa) la viscosité du fluide est à son minimum ($3 \cdot 10^{-3}$ Pas) ce qui tend à prouver que la boue est dans son état de défloculation le plus avancée. En revanche quand on impose une contrainte plus basse (0,005 Pa) pendant 6 minutes la viscosité a tendance à croître et peut atteindre une valeur de 0,1 Pa.s.

Cette expérience prouve bien la capacité de restructuration de la boue soumise à des contraintes de cisaillement intermittentes.

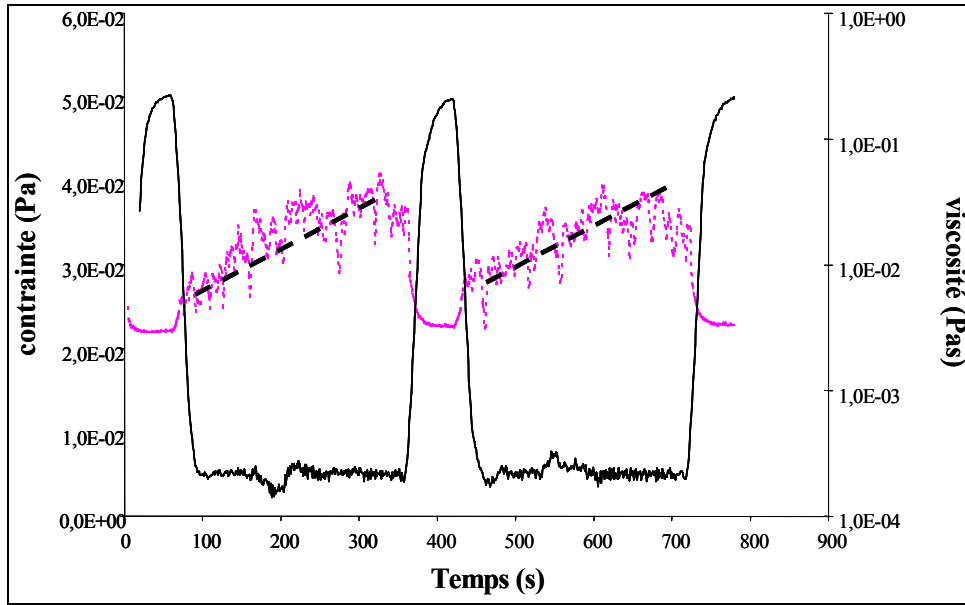


Figure IV-16 : Rhéogramme d'une boue activée soumise à des contraintes de palier successifs de 0,5 pendant 1 minute et 0,05 Pa pendant 6 minutes.

Cette analyse rhéologique a permis de démontrer que la boue activée présente dans le bioréacteur possédait les propriétés d'un fluide viscoplastique. Cela signifie que la boue possède des propriétés de restructuration si la contrainte de cisaillement qu'on lui impose n'est pas continue. Un temps de non application de contrainte est nécessaire. On comprend alors mieux l'intérêt de travailler avec une aération intermittente. En effet dans de telles circonstances le cisaillement engendré par l'aération n'est pas continue, ce qui permet donc à la boue de retrouver au moins partiellement sa structure.

Il aurait été intéressant d'étudier l'impact de la fréquence du syncopage. Savoir combien de temps faut il laisser entre deux applications de contraintes pour que la boue revienne au maximum de sa viscosité. Ces résultats auraient pu être ensuite testés et validés au sein du réacteur. Ces expériences constituent une perspective à ce travail.

III-3 Influence d'une perturbation hydrodynamique sur la physiologie de la boue.

Il a été démontré dans la partie II de ce chapitre que l'aération n'avait pas un effet physique direct sur la taille des floccs. Mais on peut se demander si l'hydrodynamique a un effet indirect via le métabolisme microbien. Quel effet l'aération peut-elle avoir sur la viscoplasticité du fluide dans des conditions biologiques stables ?

Pour répondre à cette question, on a comparé des analyses rhéologiques effectuées quand le réacteur fonctionnait à un âge de boue stabilisé à 29 jours dans des conditions hydrodynamiques non destructives (syncope 1/6) avec des analyses rhéologiques effectuées après que le réacteur ait été soumis à une modification de l'aération (aération continue grosses bulles à 50 L/h pendant 15 jours).

Les rhéogrammes obtenus sont présentés sur la figure IV-18.

D'après la figure IV-18 les différences entre les deux courbes sont nettes. On remarque en effet une augmentation du seuil et une croissance de la viscosité pour la courbe résultant de l'analyse de la boue pendant la phase hydrodynamique perturbée (tableau IV-5). Mais ces résultats sont à prendre avec précautions puisque réalisés avec le rhéomètre Carri-Med et donc éventuellement assujettis à des phénomènes de glissement (cf §III-1.2). On peut néanmoins avancer deux hypothèses pour expliciter ce phénomène :

- On peut dans un premier temps penser que cette augmentation du seuil est due à une structuration des floccs, rendant l'ensemble de la liqueur mixte plus compacte et donc avec un seuil d'écoulement plus élevé

- La seconde hypothèse serait au contraire une déstructuration du milieu avec relargage d'exopolymères dans la partie liquide, ce qui induirait l'augmentation du seuil d'écoulement du fait de la forte propriété viscoélastique de ces substances.

Pour valider l'une ou l'autre des hypothèses, on a alors mesuré la DCO présente dans le surnageant, la résistance spécifique des deux échantillons a également été déterminée afin d'appréhender la répercussion d'une perturbation hydrodynamique sur la filtration. Le tableau de données IV-5, regroupe l'ensemble de ces résultats. On peut y voir que pour la boue « hydrodynamiquement stable » à l'âge de boue de 29 jours la valeur de la DCO est faible

(66mg/L) ce qui entraîne une résistance spécifique relativement basse ($1,36 \cdot 10^{12}$ m/kg). En revanche la boue "hydrodynamiquement perturbée" présente une DCO environ 2,4 fois plus forte que pour une boue "hydrodynamiquement stable". En conséquence la résistance à la filtration est augmentée de 73 %. La modification du mode d'aération engendre des modifications de la liqueur mixte. Or d'après le §I-2 il semble que l'hydrodynamique n'a pas un effet physique direct sur la structure de la liqueur mixte. Cette modification pourrait alors être attribuée à une perturbation métabolique lié au cisaillement engendré par une aération continue.

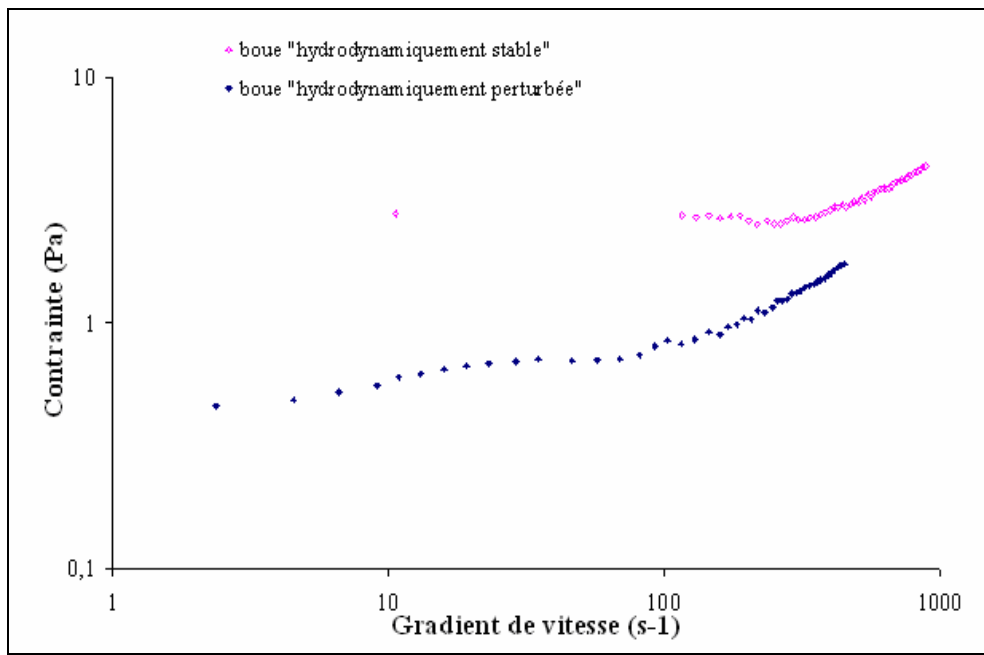


Figure IV-18 : Rhéogramme de boues activées extraites du réacteur pour un âge de boue de 29 jours avec et sans perturbation hydrodynamique. Expérience réalisée en contrainte croissante à partir d'un rhéomètre Carri-Med sur une géométrie cône plan 2°/40. (MES = 8 g/L)

Boue	DCO(mg/L)	α (m/kg)	τ_0
sans perturbation	66	$1,36 \cdot 10^{12}$	0,61
avec perturbation hydrodynamique	155	$1,13 \cdot 10^{13}$	2,676

Tableau IV-5 Analyses de la DCO et de la résistance spécifique d'une boue perturbée hydrodynamiquement ou pas.

Cette dernière expérience souligne donc l'influence indirecte de l'hydrodynamique. Un changement brutal hydrodynamique engendre un stress biologique qui rend le fluide plus colmatant.

V Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de déterminer l'effet de l'aération sur l'état de floculation de la boue. Une étude « hydrodynamique » a donc été menée. Cette dernière consiste en une caractérisation du profil de vitesse engendré par un train de bulles dans le réacteur. Les effets d'une agitation et de l'aération sur l'état de floculation de la boue ont ensuite été évalués.

Le système étudié est un système triphasique gaz-solide-liquide. L'hydrodynamique a alors été envisagée selon deux aspects.

Une première étude sur l'aspect gaz-liquide a tout d'abord été menée. La méthode anémométrique à film chaud a été utilisée pour déterminer le profil de vitesse de la phase liquide généré par l'injection d'air.

Un aspect liquide-solide a ensuite été envisagé pour déterminer si la vitesse du liquide influe sur la taille des floes. Une comparaison entre la taille des petits tourbillons de turbulence (échelle de Kolmogorov) et la taille des floes est la base de cette discussion. Dans tous les cas envisagés cette étude a montré que l'aération n'engendrait pas un gradient de vitesse suffisamment grand pour pouvoir casser les floes. Aucun effet physique de l'aération sur la déstructuration des floes ne semble pouvoir être retenu.

Une dernière partie dans ce chapitre s'est ensuite focalisée sur le comportement d'un fluide sous contrainte. Une série d'analyses rhéologiques a donc été menée. Cette étude a permis de montrer que la boue alimentée par un effluent synthétique avait des propriétés viscoplastiques. Ce dernier résultat est important car permet d'expliquer et de proposer des choix dans le mode d'aération. Dans un cas d'un fluide viscoplastique il apparaît important de ménager des temps de pauses, pour que le fluide puisse en partie retrouver sa structure. On comprend mieux alors pourquoi le fait d'injecter de l'air de façon continue conduit à un état de boue plus défloculée qu'avec une injection intermittente.

Finalement l'effet de l'aération sur la viscoplasticité du fluide a été étudié. La comparaison entre des rhéogrammes a été réalisée, celui d'une boue soumise pendant 15 jours à une aération continue, et celui d'une boue soumise à une aération intermittente. Cette étude a été conjuguée à la filtrabilité de la boue et la quantité de DCO dans le surnageant. Cette dernière analyse amène à la

conclusion que l'aération a un effet « métabolique » sur la boue. Une aération continue engendre un stress constant qui à terme conduit à l'excrétion de composées organiques dans le surnageant, le rendant plus colmatant.

CHAPITRE V

APPLICATION

AUX

EAUX USEES DOMESTIQUES

—

CALCUL ENERGETIQUE

Les chapitres III et IV ont présenté des résultats d'expériences réalisées au laboratoire avec un effluent synthétique. Ces expériences avaient pour but principal de tester différentes conditions de filtration pour plusieurs équilibres biologiques et de dégager par la suite les points clés de la gestion du colmatage dans un bioréacteur à membranes immergées. Ainsi si la boue est caractérisée par une résistance spécifique inférieure à 10^{15} m/kg, il a été démontré que les rétrolavages étaient inutiles et que des temps de non filtration de courtes durées suffisaient pour maintenir un faible colmatage. Il est également apparu qu'un colmatage par adsorption était inévitable mais que finalement si la perméabilité instantanée de la membrane restait supérieure à 30-40 L/h.bar.m² le pilote pouvait continuer à fonctionner sans un surplus nécessaire d'énergie (pression de soutirage). En dessous de cette valeur, un colmatage rapide apparaît. Pour éviter ce colmatage un des moyens réside dans la limitation du colmatage par gâteau. Pour cela une aération de 200 L/h injectée de façon intermittente une minute sur six est préconisée. L'efficacité de l'aération dépend de la capacité de la boue à colmater : si la boue a une capacité de colmatage supérieure à 50 kg/m³.s l'efficacité de l'aération est médiocre. Inversement pour une capacité de l'ordre de 40 kg/m³.s ou moins l'efficacité d'aération atteint les 90 %. (chapitre III § IV-2.2). Un débit d'aération de 50 L/h suffit alors dans ce cas pour limiter la formation d'un gâteau.

Pour valider l'impact des conditions de filtration et l'intérêt des tests annexes de caractérisation de la boue pour le choix de ces conditions opératoires, une dernière partie d'étude a été menée sur des eaux usées. Pour cela le pilote a été transporté sur une station d'épuration d'une commune proche de Toulouse. L'eau usée arrivant à la station est alors pompée pour alimenter le pilote après qu'elle ait été dégrillée, dégraissée et dessablée.

Le fonctionnement du pilote implanté sur site a donc été suivi. Dans la première partie de ce chapitre, les dérives de pression associées à différentes conditions de filtration sont décrites en parallèle de la caractérisation de la liqueur mixte. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus sur effluent synthétique.

Dans la deuxième partie une étude énergétique sur l'ensemble des résultats (eau synthétique et eau usée) est présentée afin de faire ressortir les facteurs les plus efficaces et ainsi proposer une stratégie de gestion du colmatage.

I Résultats de filtration sur effluent domestique

Le travail réalisé sur l'effluent domestique a duré trois 3 mois avec pour objectif la stabilisation du réacteur à un âge de boue de 20 jours. C'est en effet pour un tel âge de boue que les expériences effectuées à partir de l'effluent synthétique avaient donné les dérives de pression les plus importantes.

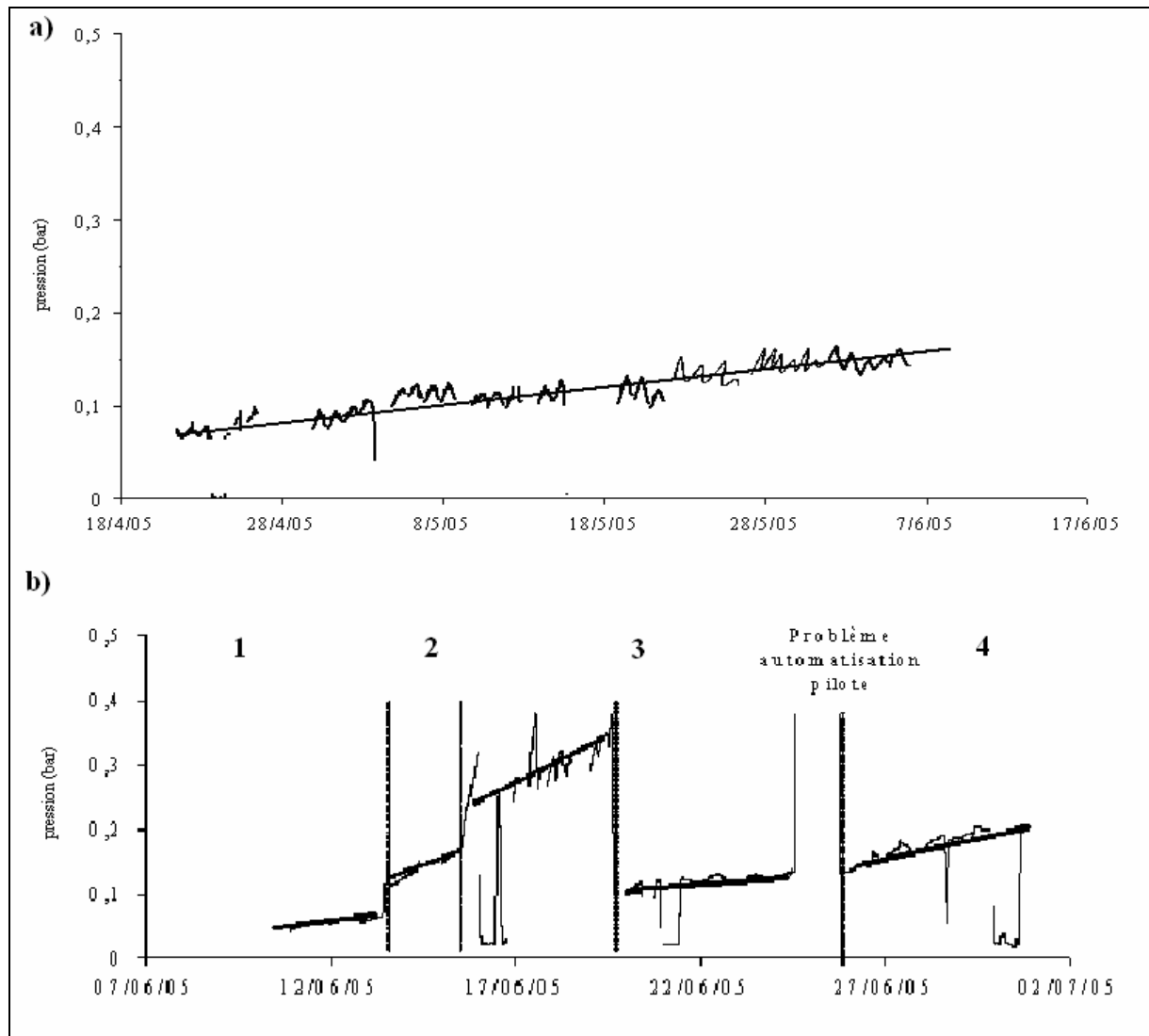
Au vu des résultats présentés dans les chapitres III et IV, les conditions de filtration ont été fixées dans un premier temps comme suit :

- temps de filtration de 5 minutes suivi de 5 minutes d'arrêt
- aération injectée de façon intermittente une minute toutes les six minutes (à 200 L/h)
- aucun rétrolavage.

Ces conditions ont été ensuite modifiées dans un but d'augmenter le rendement de production (augmentation du temps de filtration). Tous ces résultats vont être analysés en terme de dérive de pression et de consommation énergétique dans la suite de ce chapitre.

I-1 Influence des conditions de filtration

Les courbes de l'évolution de la pression transmembranaire en fonction des conditions opératoires testées sont représentées sur la figure V-1 et les dérives de pression associées sur le tableau V-1. Cinq conditions opératoires différentes ont été testées.



a) phase d'adaptation - b) phase stabilisée à un âge de boue de 20 j

Figure V-1 : Allure générale des dérives de pression

Expérience		Condition de filtration	Dérive (Pa/h)
Phase d'adaptation		5/5 + GB 1/6 (200L/h)	19,9
	1	5/5 + GB 1/6 (200L/h)	27,8
AB	2	6/3 + GB 1/6 (50L/h)	92,6
20jours	3	6/3 + GB 1/6 (200L/h)	83/27,8
	4	15/5 + GB 1/6 (200L/h)	62,5

5/5 = 5 minutes de filtration suivies de 5 minutes de non filtration

GB 1/6 = aération grosses bulles intermittente en marche 1 minute toutes les 6 minutes

Tableau V-1 Dérive associée aux différentes conditions de filtration

(phase d'adaptation + AB = 20 jours)

- La première expérience correspond à une phase d'adaptation de la boue pendant laquelle la concentration en biomasse augmente de 4 à 8 g/L en un peu moins de deux mois. Les conditions de filtration imposées sont de 5 minutes de filtration suivies de 5 minutes de non filtration, avec une aération tangentielle en marche une minute toutes les six minutes. Une très faible dérive de 19,9 Pa/h est enregistrée dans ce cas.

- Une fois stabilisée à un âge de boue de 20 jours (C=8 g/L), la boue conserve cette même aptitude à la filtration et dans les mêmes conditions de filtration on obtient alors une dérive qui reste faible (27,8 Pa/h pour l'expérience 1).

A ce stade, un test de filtration longue a été réalisé avec un objectif double:

- déterminer l'efficacité de l'aération dans l'équilibre biologique particulier des eaux usées.

- juger de la possibilité d'augmenter le rendement de production en augmentant le temps de filtration.

Trois tests successifs ont donc été menés avec une aération continue injectée à 200 L/h, une aération injectée continuellement à 50 L/h et sans aération. Les résultats de ces tests de filtration longue sont présentés sur la figure V-2. Sur cette figure on peut voir que les expériences avec aération conduisent à des résultats similaires quel que soit le débit d'air. Si on calcule l'efficacité liée à l'aération conformément aux explications données dans le chapitre III § IV, on trouve une efficacité de 85% (paramètre $1-\lambda$ chapitre III équation III-11) pour les deux expériences. Il est à noter également que pour l'expérience conduite sans aération le temps nécessaire pour atteindre 0,4 bar est d'environ 16 minutes.

Au vu de ces résultats, les conditions de filtration dans le pilote ont été modifiées, une série d'expériences a été menée en augmentant le temps de filtration (expériences 2,3 et 4 du tableau V-1).

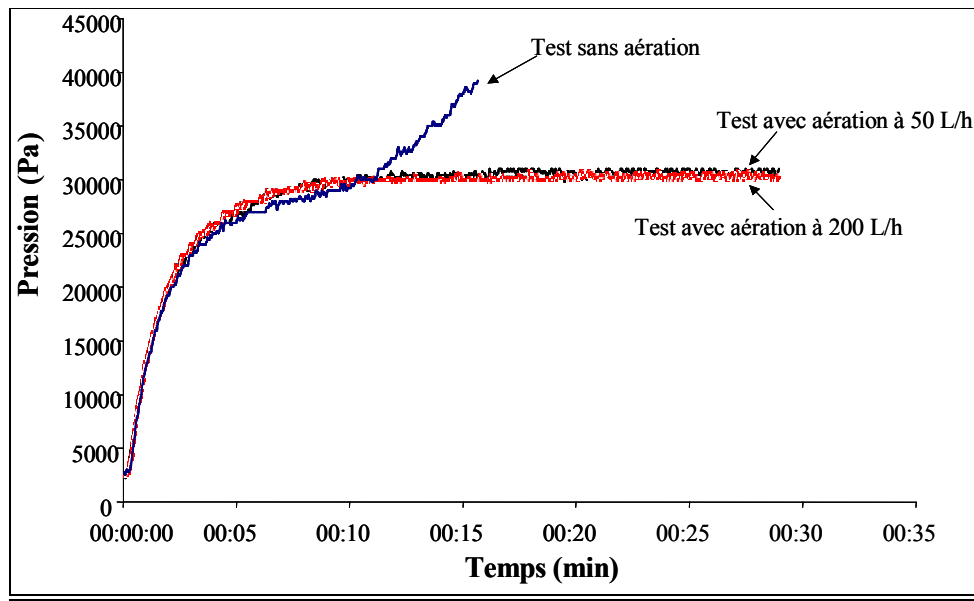


Figure V-2 Test de filtration longue sans aération et avec une aération continue de 50 L/h et 200L/h

- L'expérience n°2 (tableau V-1) consiste en 6 minutes de filtration, suivies de 3 minutes de non filtration. Conformément au résultat du test de filtration longue, le débit d'aération a été diminué à 50 L/h. Une aération tangentielle intermittente en marche 1 minute toutes les six minutes à ce débit a donc été imposée. Dans de telles conditions ($AB = 20$ jours, $C_m = 0.3\text{gDCO/gMES.j}$) une dérive de 92,6 Pa/h a été enregistrée. Cette dérive est plus forte que pour les expériences précédentes mais reste tout de même relativement faible. Pour savoir si cette augmentation est due à l'augmentation du temps de filtration ou à la diminution du débit d'aération on a alors augmenté à nouveau le débit d'aération en gardant le même temps de filtration (expérience 3).

- L'expérience 3 conduit tout d'abord à une dérive de 83 Pa/h. Une panne d'électricité au niveau de la station d'épuration a ensuite coupé l'alimentation du compresseur d'air induisant un fort colmatage par gâteau de la membrane. La membrane a donc dû être retirée du réacteur et passée sous un jet d'eau pour retirer la gangue de boue. Elle a été ensuite remise dans le réacteur et l'expérience a repris dans les mêmes conditions. Après l'étape de nettoyage de la membrane une dérive de 27,8 Pa/h est enregistrée. On retrouve la même dérive que celle obtenue pour

l'expérience n°2. La variation du temps de filtration ne semble donc pas, dans la gamme étudiée, influencer sur le développement du colmatage. L'aération est le facteur prédominant. Pour le reste du travail on a donc choisi de garder un débit d'aération de 200 L/h.

Mais dans un souci d'augmenter la production on a multiplié par trois la différence entre le temps de filtration et le temps sans filtration pour l'expérience 4. On observe alors une augmentation de la concentration en MES d'1g/L (passage de 7,5 g/L à 8,6g/L). Pour le même âge de boue de 20 jours une charge massique de 0,28 gDCO/gMES.j est obtenue. On est alors passé sur un cycle de 15 minutes de filtration suivi de 5 minutes d'arrêt. Cette expérience conduit à une dérive de 62,5 Pa/h, ce qui est relativement faible mais plus de deux fois plus important que pour l'expérience 1.

L'observation globale de l'allure des courbes de filtration montre au final que dans les conditions de filtration testées la dérive de pression reste faible. Les conditions de filtration fixées sont donc bien adaptées.

Pour mieux comprendre et expliquer les raisons d'une si bonne adaptation on a également caractérisé la boue selon son indice de décantation, sa résistance spécifique et la DCO dans le surnageant. Ainsi on pourra s'appuyer sur la comparaison des résultats obtenus avec les eaux usées et ceux obtenus avec l'effluent synthétique pour valider ainsi le choix des conditions de filtration.

I-2 Caractérisation de la boue de Brax

I-2.1 Filtrabilité, DCO et Indice de boue

Comme pour les expériences réalisées sur effluent synthétique on a suivi tout au long de la campagne sur effluent réel la capacité de décantation de la boue, sa filtrabilité et la DCO du surnageant. Les résultats sont présentés sur la figure V-3.

L'évolution de la résistance spécifique de la boue montre une tendance à la décroissance, une fois la boue stabilisée. Parallèlement on peut noter que la DCO du surnageant a également tendance à diminuer, elle passe en effet de valeur de l'ordre de 150-200 mgDCO/L pour la phase d'adaptation à des valeurs de 50 à 100 mgDCO/L pour la phase stabilisée. En ce qui concerne la décantabilité de la boue elle varie peu selon les conditions biologiques. Elle oscille autour d'une valeur de 150, ce qui est signe d'une boue ayant une bonne floculation.

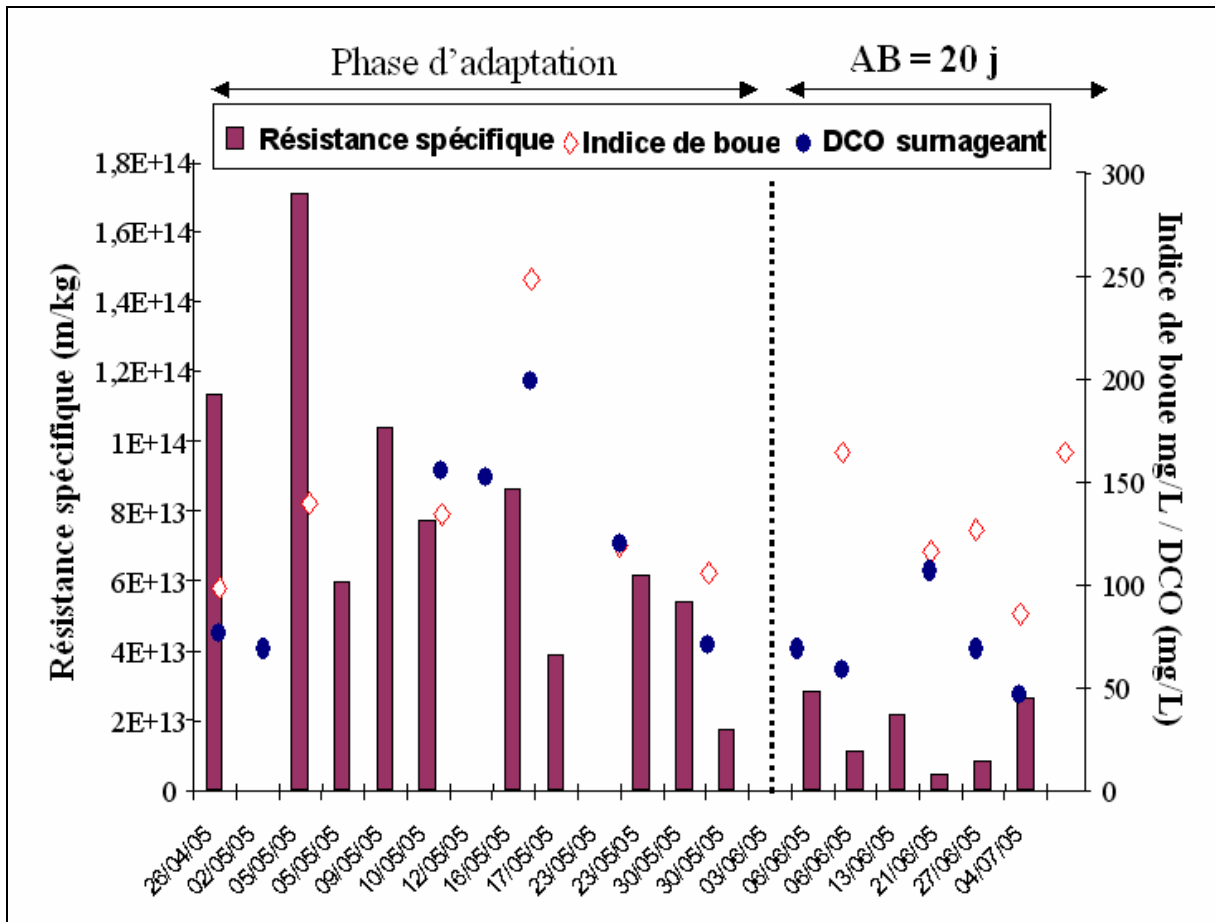


Figure V-3 : Evolution de la résistance spécifique, de l'indice de boue et de la DCO du surnageant de la boue du bioréacteur pendant une phase de stabilisation et une fois stabilisée à un âge de boue de 20 jours

I-2.2 Conclusion et comparaison avec effluent synthétique.

Toutes les expériences effectuées sur effluent synthétique ont permis d'évaluer la réponse du procédé sur une gamme étendue de conditions opératoires (résistance spécifique variant de 10^{12} à 10^{16} m/kg, indice de boue de 80 mg/L à 500 mg/L et DCO dans le surnageant de 50 à 780 mg/L). Ainsi selon les caractéristiques de la boue (résistance spécifique, indice de boue et DCO du surnageant) un mode de filtration sera proposé.

Par exemple pour un âge de boue de 21 jours, la boue alimentée par un effluent synthétique était caractérisée par une résistance spécifique de $1,5-3,5 \cdot 10^{14}$ m/kg, un indice de boue de l'ordre de 150-300 et une DCO dans le surnageant d'environ 250 mgDCO/L. Pour des dérivés observés de 266,7, 18,75 et 42,9 Pa/h et pour des conditions de filtration de 5 minutes de filtration 5 minutes de

non filtration, 30 secondes de rétrolavage toutes les heures et une aération injectée de façon intermittente une minute toutes les six minutes.

Sur les eaux usées, pour un même âge de boue, la boue est caractérisée par une résistance spécifique dix fois plus faible, un indice de boue inférieur à 200 mg/L et une DCO dans le surnageant deux à trois fois plus faible (de 50 à 150 mgDCO/L). Des conditions de filtration de 5 minutes de filtration suivie de 5 minutes de non filtration avec une aération intermittente d'une minute toute les six minutes ont donc été fixées. Conformément aux résultats des chapitres précédents aucun rétrolavage n'a été appliqué. En conséquence une faible dérive de pression a été observée (27,8 Pa/h). L'analyse de la caractérisation de la boue a permis d'augmenter le temps de filtration et même de réduire le débit d'aération.

Cette expérience a permis de valider le choix des conditions de filtration à partir de la caractérisation de la boue (résistance spécifique, indice de boue et DCO du surnageant).

I-3 Influence de l'agitation

I-3.1 Effet de l'agitation sur l'état de floculation.

On a également étudié l'effet direct de l'agitation sur la filtrabilité de la boue. Pour cela on a utilisé la cuve agitée avec une hélice marine et comme analyseur le Turbiscan Online, appareillages et méthodes décrits dans les chapitres II et III. Les résultats sont présentés sur la figure V-4.

Comme pour les tests réalisés sur l'effluent synthétique on peut noter qu'une augmentation de l'agitation entraîne une désorganisation du milieu (augmentation de la lumière rétrodiffusée). La résistance spécifique s'en trouve alors augmentée. L'augmentation reste faible jusqu'à une vitesse d'agitation de 1025 tr/min. L'effet direct de l'agitation pour un passage de 1025 tr/min à 1650 tr/min est en revanche important puisqu'une augmentation de la résistance spécifique de 144 % est mesurée et qu'en parallèle la valeur de la DCO a augmenté de 50 %.

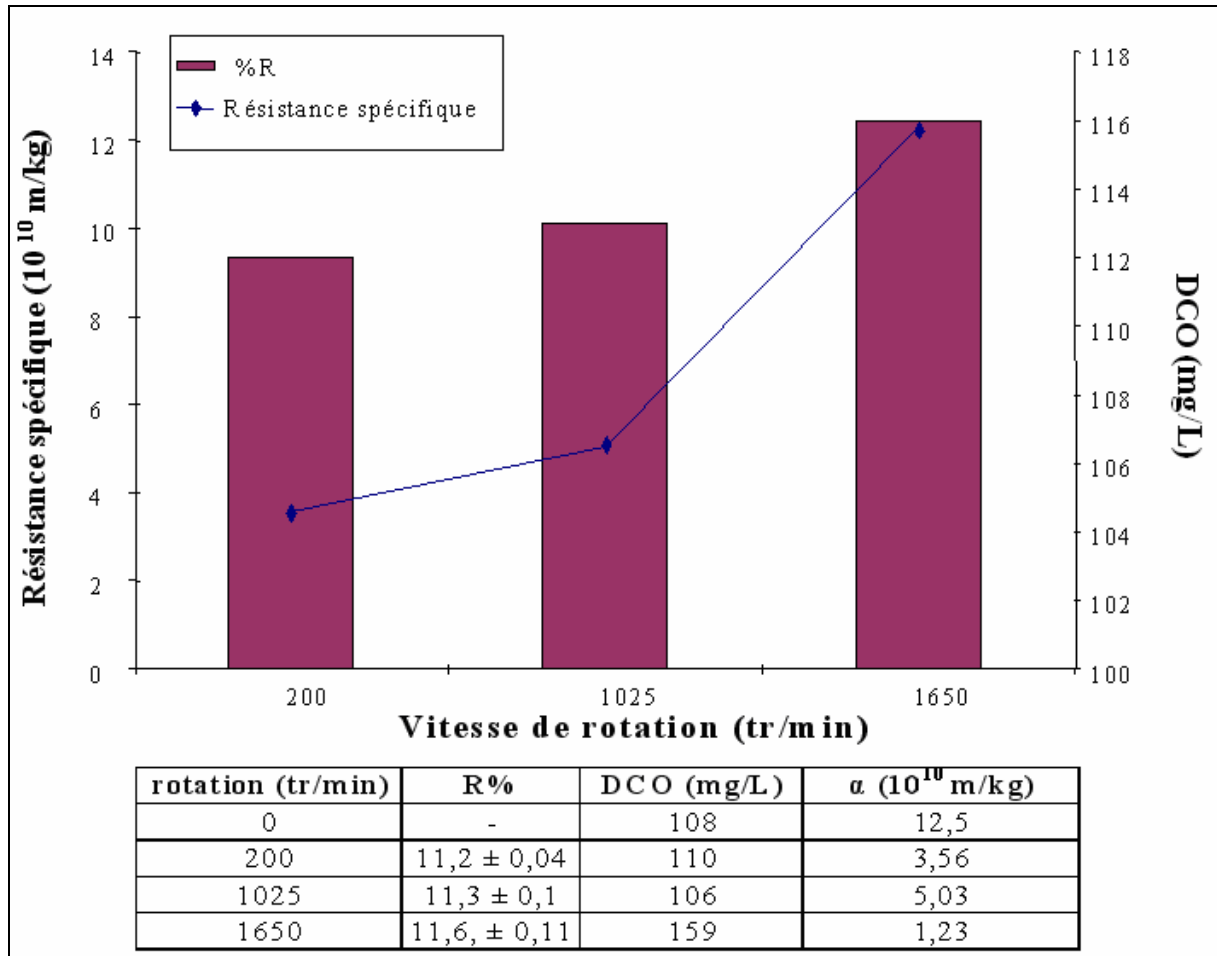


Figure V-4 : Caractérisation de l'état d'une boue de BAMI alimentée par un effluent réel par l'évolution de la lumière rétrodiffusée (% R) de sa résistance spécifique et de la DCO du surnageant en fonction de la vitesse de rotation d'une hélice marine

Ces résultats rappellent ceux obtenus pour la boue alimentée en effluent synthétique.

Reste à déterminer maintenant quelles sont les caractéristiques de la boue alimentée par des eaux usées soumise à une contrainte de cisaillement.

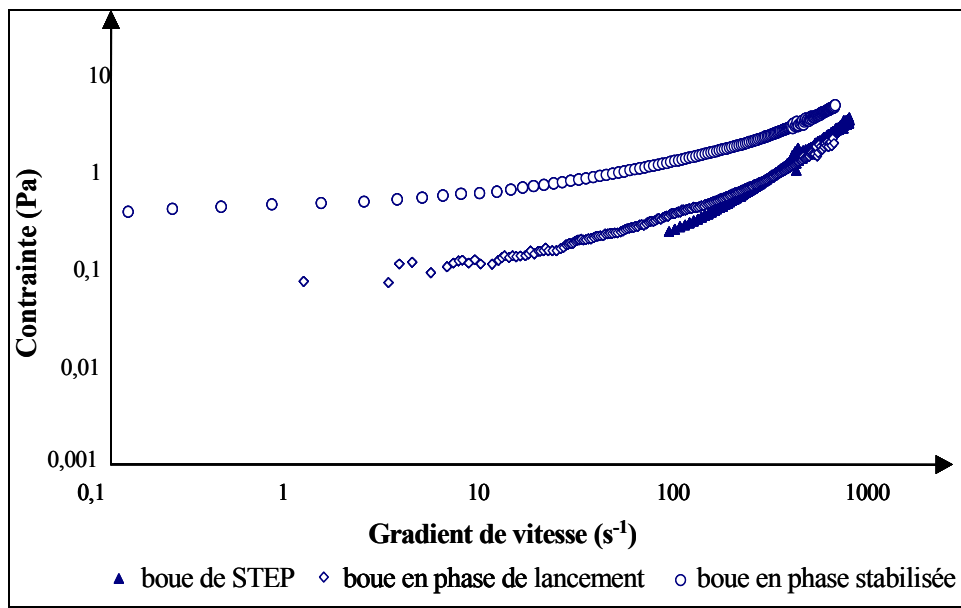
I-3.2 Rhéologie de la boue

L'analyse rhéologique menée sur la boue alimentée par l'effluent réel a consisté en une comparaison des propriétés de la boue d'ensemencement, de la boue en phase de stabilisation et la boue une fois stabilisée.

Comme pour la boue alimentée par un effluent synthétique des expériences ont été menées au préalable afin de tester si la boue possédait des propriétés thixotropes. Les résultats de ces

expériences (non présentées ici) confirment la non thixotropie de l'échantillon. On peut alors effectuer les analyses de viscosimétrie sans précaution supplémentaire.

Trois échantillons ont été analysés. Le premier est la boue provenant de la station d'épuration et qui a servi à l'ensemencement du pilote, le deuxième est la boue pendant sa phase de stabilisation et le dernier est la boue stabilisée à un âge de boue de 20 jours. Les rhéogrammes obtenus pour ces différents échantillons sont présentés sur la figure V-5



$$C_{\text{boue ensemencement}} = 3,5\text{g/L}, C_{\text{boue lancement}} = 4\text{ g/L}, C_{\text{boue stabilisée}} = 9\text{ g/L}$$

Figure V-5 : Rhéogrammes d'échantillons de boue de BAMI alimentée par un effluent réel pour une phase de stabilisation, une phase stabilisée à 20 j et un échantillon de boue de STEP ayant servi à l'ensemencement.

La figure V-5 montre que les propriétés de la boue évoluent selon les phases biologiques. La boue d'ensemencement et la boue en phase de stabilisation et la boue stabilisée ont toutes les trois un comportement viscoplastique plus ou moins marqué.

L'influence de la concentration en matière solide peut expliquer ce comportement. Tixier (2003) a montré que les boues à haute concentration en matière en suspension avaient des comportements pseudoplastiques. Or pour la boue d'ensemencement et la boue en phase de stabilisation la concentration en matière en suspension n'excède pas les 4 g/L. En revanche pour la boue stabilisée la concentration en MES est de 9g/L. A ces concentrations, les boues dans un BAMI peuvent sécréter des exopolymères en grande quantité. Ces substances sont reconnues pour avoir des

propriétés viscoélastiques. Il se pourrait donc que l'échantillon issu du bioréacteur stabilisé à un âge de boue de 20 jours présente davantage d'exopolymères que les autres échantillons. Cette vérification n'a pu être effectuée dans le cadre de ces expérimentations.

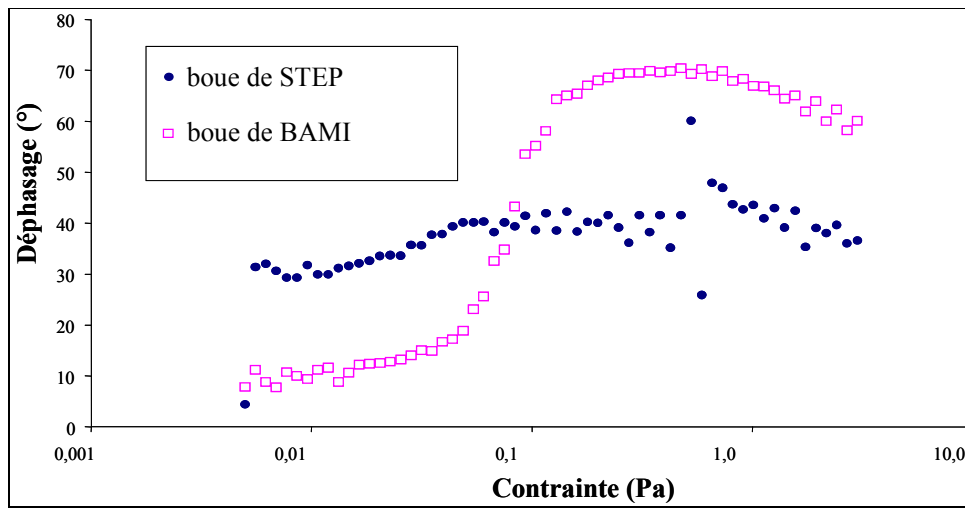


Figure V-6 Comparaison des échantillons de boue en oscillation

Pour confirmer la différence de comportement entre l'échantillon d'ensemencement et celui de la boue une fois stabilisée on a opéré des analyses rhéologiques en oscillation. Les résultats de ces analyses présentés sur la figure V-6 confirment clairement la différence de comportement. La boue en phase stabilisée est viscoplastique avec un seuil d'écoulement qui se trouve autour de 0,1 Pa alors que la boue d'ensemencement ne montre pas de seuil et a des propriétés viscoélastiques nettement moins marquées.

I-3.2 Conclusion et comparaison avec effluent synthétique

Si on compare les résultats obtenus avec une boue alimentée par un effluent synthétique et une boue alimentée par un effluent domestique on peut remarquer que :

La réponse à une agitation est similaire : à partir d'une certaine agitation, la boue va se désorganiser, l'effet de l'agitation conduit à une augmentation de la DCO dans le surnageant ce qui nuit à la filtrabilité de la boue.

Le comportement sous cisaillement contrôlé est semblable une fois la boue stabilisée. La boue a dans les deux cas des propriétés viscoplastiques avec un seuil d'écoulement autour de 0,1 Pa. Ce comportement viscoplastique semble directement lié au métabolisme microbien dans le

bioréacteur à membranes immergées. La forte concentration en MES associée à l'excrétion importante d'exopolymères rendue possible dans ce type de procédé, est vraisemblablement la raison d'un tel comportement. Dans le cas de notre étude un seuil de 0,1 Pa semble être caractéristique d'une boue d'un bioréacteur à membranes immergées.

II Etude énergétique

D'après les chapitres précédents, des tendances ont été dégagées pour privilégier l'un ou l'autre des facteurs prévenant le colmatage, aucune réelle stratégie n'a cependant encore été identifiée. Dans cette partie de chapitre on va tenter de répondre à deux questions cruciales :

- Quel facteur est réellement le plus efficace ?
- Est-ce que le procédé est énergétiquement rentable ?

II-1 Cycles de filtration, dérive et dépense énergétique

Une étude énergétique est un des moyens possibles pour proposer une stratégie de gestion du procédé est obligatoire. Les considérations énergétiques permettent également de comparer l'intérêt relatif des différents paramètres opératoires (temps de filtration, temps de rétrolavage, aération). On se propose alors dans ce paragraphe de calculer les différentes dépenses énergétiques associées à ces différents facteurs.

L'énergie consommée par l'aération (E_{air}) a donc été déterminée pour chaque séquence de filtration selon l'équation V-3

$$E_{air} = \frac{Q_{air} \cdot \Delta P_{air}}{V_{eau traité}} \cdot t \quad \text{Equation V-3}$$

Avec la perte de charge $\Delta P_{air} = 1$ bar (pression d'injection de l'air). Cette pression d'injection aurait pu être minimisée. En effet une pression d'injection permettant de vaincre la hauteur d'eau sous laquelle est immergé le module devait suffire. Dans le cadre de ce travail une pression de 0,1 bar aurait donc suffi. Néanmoins l'ensemble des expériences a été réalisé avec une pression de 1 bar. Tous les résultats ont donc été obtenus dans ces conditions. Le calcul énergétique dépendant des performances du pilote, elles mêmes directement liées aux caractéristiques de l'aération (taille des bulles notamment), on a fait le choix d'une perte de charge d'air égale à 1 bar. En effet on ne

peut pas savoir si avec une pression d'injection d'air égale à 0,1 bar les performances du pilote auraient été les mêmes.

Les dépenses énergétiques associées respectivement au rétrolavage (E_{rl}) et à la filtration (E_f) ont été calculées d'après les équations V-4 et V-5.

$$E_{rl} = \frac{Q_{rl} \cdot \Delta P_{rl}}{V_{\text{eau traité}}} t \quad \text{Equation V-4}$$

$$E_f = \frac{Q_f \cdot (\Delta P_f + \Delta(\Delta P)) \cdot t}{V_{\text{eau traité}}} \quad \text{Equation V-5}$$

avec $\Delta P_f = 0,3 \text{ bar}$ pression transmembranaire de filtration de travail. Cette valeur de pression a été choisie car c'est celle à laquelle le pilote se stabilise en général après les trois premiers jours de lancement (une fois le colmatage stabilisé).

$\Delta(\Delta P)$ représente la dérive de pression due au colmatage.

Ainsi E_f est la somme de l'énergie nécessaire à une pression de travail de 0,3 bar et de l'énergie nécessaire pour vaincre la dérive de pression. Ce second terme sera aussi noté E_{colm} (équation V-6). Il correspond au surplus d'énergie nécessaire pendant la filtration pour pallier le colmatage.

$$E_{colm} = \frac{Q_f \cdot (\Delta(\Delta P)) \cdot t}{V_{\text{eau traité}}} \quad \text{Equation V-6}$$

II-1.1 Dépense liée à l'aération

Lors des différentes expériences 4 modes d'aération ont été testés (continue, syncopée 1/2, syncopée 1/6, et syncopée 1/12) pour des débits de 50 L/h, 100 L/h, 200 L/h et 370 L/h. Les dépenses énergétiques engendrées par ces différentes expériences sont consignées dans le tableau V-3. Elles varient de 0,11 kWh/m³ pour une aération syncopée une minute toutes les six minutes à un débit de 50 L/h à 10,7 kWh/m³ pour une aération continue à un débit de 370 L/h. Le mode d'aération retenu comme le plus efficace dans la limitation du dépôt de boue d'après les chapitres précédents (aération syncopée une minute toutes les six minutes à 200 L/h) conduit en moyenne à une dépense énergétique de 0,5 kWh/m³ eau produite. Pour de l'air injectée sous 1 bar dans l'installation d'étude.

Gander et al. (2000) ont reporté que dans le cas de BAMI les dépenses énergétiques incombant à l'aération variaient de 0,14 à 70 kWh /m³_{eau produite}. La dépense énergétique liée à l'aération dans cette étude semble donc se placer dans les plus faibles dépenses énergétiques occasionnées pour limiter le colmatage dans les BAMI. Toutefois ce calcul est fortement dépendant du dispositif considéré.

Expérience	Mode de filtration	Rétrolavage*	Mode d'aération	Eair (kWh/m ³)	Eair (m ³ _{air} /h.m ³)
1	5/5	+	continu**	1,06	4,5
2	5/10	+	continu**	1,83	4,5
3	5/5	-	continu***	10,7	33,6
4	5/5	+	Intermittent 1/6	0,71	3
5	5/5	-	Intermittent 1/2	1,43	4,5
6	10/3	+	Intermittent 1/6	0,45	3
7	10/3	+	Intermittent 1/6	0,45	3
8	20/3	+	Intermittent 1/12	0,37	2,8
9	5/5	0	Intermittent 1/6	0,63	3
10	6/3	0	Intermittent 1/6 **	0,11	0,75
11	6/3	0	Intermittent 1/6	0,46	3
12	15/5	0	Intermittent 1/6	0,41	3

* Mode de rétrolavage : + = 30 secondes toutes les heures - = 30 secondes toutes les 20 minutes / = aucun rétrolavage

** aération à 50 L/h

*** aération à 370 L/h

1/2 aération syncopée en marche une minute toutes les deux minutes à 100 L/h

1/6 aération syncopée en marche une minute toutes les six minutes à 200 L/h

1/12 aération syncopée en marche une minute toutes les douze minutes à 370 L/h

Tableau V-3 : Evaluation de la dépense énergétique liée à l'aération grosses bulles en fonction des cycles de filtration imposés

Si on veut comparer cette dépense énergétique à celle communément dépensée dans les procédés classiques de traitement des eaux par boue activée il faut alors considérer cette dépense en m³_{air}/h.m³. Dans les procédés par boue activée la dépense énergétique liée à l'aération est de l'ordre de 0,5 m³_{air}/h.m³. D'après le tableau V-3 cette dépense énergétique dans notre réacteur varie de 0,75 à 33,6 m³_{air}/h.m³ et vaut 3 m³_{air}/h.m³ pour le cycle d'une minute d'aération toutes les six minutes. Dans le bioréacteur à membrane la dépense énergétique liée à l'aération est donc 1,5 à 67 fois plus importante que dans les procédés à boue activée.

Mais il faut nuancer cette dernière conclusion. En effet cette dépense énergétique est ramenée au volume de réacteur. Or l'effet de l'aération grosses bulles est en fait canalisé dans un carter de 170 cm³ de volume et non pas dans les 11 L du réacteur. On peut alors penser que l'aération grosses bulles aurait le même effet si le réacteur était plus volumineux. La dépense énergétique résultante serait alors nettement diminuée.

II-1.2 Dépense liée à la filtration, au rétrolavage et au colmatage

Les dépenses énergétiques associées aux phases de filtration et de rétrolavage ainsi que le surplus d'énergie nécessaire pour pallier le colmatage ont été calculés (tableau V-4) et comparés entre eux (tableau V-5)

D'après le tableau V-4 la dépense énergétique associée à la phase de filtration varie de 0,0088 kWh/m³ à 0,0137 kWh/m³ ; pour la phase de rétrolavage la variation s'étend de 0 à 0,002 kWh/m³ et le surplus lié au colmatage peut atteindre 0,0036 kWh/m³.

Expérience	Mode de filtration	Rétrolavage*	Mode d'aération	Ef(kWh/m ³)	Erl (kWh/m ³)	Ecolm (kWh/m ³)
1	5/5	+	continue**	0,0129	0,0005	0,0036
2	5/10	+	continue**	0,0116	0,0008	0,0008
3	5/5	-	continue***	0,0133	0,0020	0,0009
4	5/5	+	Intermittent 1/6	0,0096	0,0005	0,0003
5	5/5	-	Intermittent 1/2	0,0137	0,0020	0,0013
6	10/3	+	Intermittent 1/6	0,0092	0,0003	0,0001
7	10/3	+	Intermittent 1/6	0,0095	0,0003	0,0004
8	20/3	+	Intermittent 1/12	0,0094	0,0003	0,0003
9	5/5	0	Intermittent 1/6	0,0088	0,0000	0,0002
10	6/3	0	Intermittent 1/6	0,0090	0,0000	0,0006
11	6/3	0	Intermittent 1/6	0,0089	0,0000	0,0006
12	15/5	0	Intermittent 1/6	0,0088	0,0000	0,0004

Tableau V-4 : Evaluation de la dépense énergétique liée à la filtration au rétrolavage et au colmatage en fonction des cycles de filtration imposés

Expérience	% filtration	%rétrolavage	%colmatage	$E_{\text{filtration}}$ (kWh/m ³)
1	96,4	3,6	27,3	0,013
2	93,3	6,7	6,5	0,012
3	87,2	12,8	5,6	0,015
4	95,2	4,8	3,4	0,010
5	87,5	12,5	8,1	0,016
6	96,8	3,2	1,5	0,010
7	96,9	3,1	4,3	0,010
8	97,2	2,8	2,9	0,010
9	100,0	0,0	2,2	0,009
10	100,0	0,0	6,9	0,009
11	100,0	0,0	6,2	0,009
12	100,0	0,0	4,8	0,009

Tableau V-5 : part relative de dépense énergétique de la filtration du rétrolavage et du colmatage.

Si on s’attache maintenant à la part relative des différentes phases (tableau V-5) on note que la filtration occupe 87 à 100 % de la consommation énergétique, le rétrolavage peut atteindre 13 % alors que le colmatage représente de 1 à 27 % de la consommation liée à la filtration.

Il est intéressant également de remarquer que les rétrolavages peuvent consommer jusqu’à 13 % de la consommation totale sans diminuer le colmatage. Les expériences réalisées sans rétrolavages (expériences 9 à 12) conduisent en effet en moyenne à un surplus de dépense énergétique lié au colmatage de 4 %, ce qui est équivalent au surplus d’énergie engendré pour des cycles dans lesquels le rétrolavage est utilisé de manière fréquente (expérience 3 et 5).

II-1.3 Coût global

Le coût global du procédé a été évalué en additionnant les différentes dépenses énergétiques associées à l’aération, la filtration, le rétrolavage. La contribution de ces différents paramètres a alors pu être calculée. Les résultats de ces calculs sont consignés dans le tableau V-6. Selon les cycles de filtration imposés la dépense énergétique globale varie de 0,12 kWh/m³ (cycle 6/3 sans rétrolavage et aération intermittente 1/6 à 200 L/h) à 10,73 kWh/m³ (cycle 5/5 avec rétrolavage de 30 secondes toutes les 20 minutes et une aération continue à 370 L/h).

L’essentiel de la dépense énergétique (minimum de 97 %) est due à l’aération,

%air	% filtration	%rétrolavage	Ettotal (kWh/m³)
98,8	1,2	0,0	1,08
99,3	0,6	0,0	1,85
99,9	0,1	0,0	10,73
98,6	1,3	0,1	0,72
98,9	0,9	0,1	1,45
97,9	2,0	0,1	0,46
97,9	2,1	0,1	0,46
97,4	2,5	0,1	0,38
98,6	1,4	0,0	0,64
92,8	7,2	0,0	0,12
98,1	1,9	0,0	0,47
97,9	2,1	0,0	0,42

Tableau V-6 : Evaluation de la dépense énergétique liée au procédé en fonction des cycles de filtration imposés

II-2. Dépense énergétique, changement de membrane

Pour évaluer la faisabilité du procédé une dernière considération de la dépense énergétique totale, incluant la manipulation de la membrane est à prendre à compte.

On peut considérer qu'il faut changer de membrane quand la pression transmembranaire atteint 0,45 bar. Initialement la perméabilité de la membrane vaut environ 250 L/h.bar.m² ce qui correspond à une pression transmembranaire de 0,04 bar pour un flux constant de 3 L/h, soit 10 L/h.m² sur une surface de membrane de 0,3m². On a alors calculé pour les différents cycles consignés dans le tableau V-3 le temps entre deux changements de membrane. Bien sûr cette extrapolation du temps de fonctionnement entre deux lavages n'a que valeur d'indication. Il repose en effet sur l'hypothèse que la dérive de pression évoluerait linéairement, ce qui n'est vraisemblablement pas le cas au vue des résultats bibliographiques (§I) ainsi que de nos résultats. On peut en fait considérer que ce temps est l'intervalle le plus long qu'on puisse envisager entre deux lavages chimiques ou changement de membrane pour le débit de filtration imposé. Les résultats de ces considérations sont présentés dans le tableau V-7 pour les expériences sur terrain. Seules ces expériences ont été considérées dans ce cas pour n'évaluer que la réponse du procédé dans une condition biologique donnée (AB = 29 jours avec résistance spécifique de la boue de l'ordre de 10¹³ m/kg).

Expérience	dérive (Pa/h)	temps entre deux lavages (jours)	Ettotal (kWh/m³)	Production d'eau (L/j)
9	27,8	61,5	0,64	35
10	92,6	18,4	0,12	48
11	83	20,6	0,47	48
12	62,5	27,3	0,42	54

Tableau V-7 : Estimation du temps entre deux lavages et dépense énergétique totale selon les cycles de filtration

Il apparaît sur le tableau V-7 qu'un changement de membrane peut être effectué seulement tous les deux mois si un mode de filtration de 5 minutes de filtration suivie de 5 minutes de non filtration et une aération injectée à un débit de 200 L/h de façon intermittente une minute toutes les six minutes est adoptée. En revanche la consommation énergétique associée à cette expérience est la plus grande avec une production d'eau de 35 L/j. Mais si on tente de diminuer cette dépense énergétique (ou augmenter la production d'eau) on s'aperçoit que le temps entre deux changements de membrane va être nettement réduit. Ainsi pour l'expérience 10 (cycle de 6 minutes de filtration, 3 minutes de non filtration et une aération injectée à un débit de 50 L/h de façon intermittente une minute toutes les six minutes) qui conduit à la plus faible dépense énergétique et une production d'eau de 48 L/j, le temps entre deux changements de membrane pour régénération est réduit à environ 18 jours.

Finalement la gestion du mode de filtration dépendra alors de la stratégie que l'on veut adopter.

- Si on souhaite préserver autant que possible la membrane et espacer au maximum le temps entre deux lavages chimiques on favorisera un mode de filtration avec des courts temps de filtration (de l'ordre de 5 minutes) suivis d'un temps d'arrêt suffisamment long pour éviter une dérive de pression trop importante (5 minutes apparaissent dans la majorité des cas suffisantes). Les rétrolavages pourront être évités et une aération grosses bulles proche de la membrane injectée de façon syncopée 1/6 à 200 L/h est préconisée.
- Si on souhaite traiter un maximum d'eau on privilégiera des temps de filtration plus long (10 à 15 minutes). Le temps de non filtration devra être assez long pour prévenir d'une dérive de pression. Aucun rétrolavage ne semble nécessaire et l'aération grosse bulle devra être injectée de façon intermittente et proche de la membrane. Une injection 1 minute toutes les 6 minutes à 200 L/h a donné de résultats probants. D'après nos résultats, ce mode de filtration permet d'augmenter la production d'eau d'un facteur

1,3- 1,5. Mais il diminue alors le temps entre deux lavages chimiques dans un rapport de 2 à 3,5.

III Conclusion

Ce dernier chapitre a été réalisé à partir d'une alimentation en eaux usées. Il avait pour objectif de valider le choix des conditions de filtration proposées à partir d'une caractérisation de la boue.

Si on compare les résultats obtenus avec une boue alimentée par un effluent synthétique et une boue alimentée par un effluent domestique on peut remarquer que :

- Bien que l'alimentation ne soit pas la même, la réponse à une agitation est similaire : à partir d'une certaine agitation la boue va se désorganiser, l'effet de l'agitation conduit à une augmentation de la DCO dans le surnageant ce qui nuit à la filtrabilité de la boue.

Le comportement sous cisaillement contrôlé est semblable une fois la boue stabilisée. La boue a dans les deux cas (effluent synthétique et effluent domestique) des propriétés viscoélastiques avec un seuil d'écoulement autour de 0,1 Pa. Ce comportement viscoélastique semble directement lié au métabolisme microbien dans le bioréacteur. La forte concentration en MES associée à l'excrétion importante d'exopolymères rendue possible dans ce type de procédé est vraisemblablement la raison d'un tel comportement. Dans le cas de notre étude un seuil de 0,1 Pa semble être caractéristique d'une boue d'un bioréacteur à membranes immergées.

On peut noter que pour un même âge de boue, les boues alimentées par un effluent synthétique n'ont pas les mêmes caractéristiques que celle d'un effluent domestique.

Les performances de la filtration de ces deux boues sont donc différentes malgré des équilibres biologiques (AB et Cm) similaires. On retrouve ici la difficulté énoncée dans la partie bibliographique (chapitre I § II-3) quant à la comparaison entre les différents travaux de recherches effectués dans des conditions biologiques a priori semblables. Les facteurs biologiques ne sont donc pas en soit un paramètre de gestion du procédé. La caractérisation de la boue dans chaque condition s'est avérée pertinente.

La comparaison entre la première partie de l'étude effectuée avec un effluent synthétique, et la deuxième avec l'effluent domestique, a permis de valider le choix des conditions de filtration en prenant justement en compte la caractérisation de la boue (résistance spécifique, indice de boue et

DCO du surnageant). Conformément aux résultats des chapitres précédents aucun rétrolavage n'a été appliqué. En conséquence une faible dérive de pression a été observée (27,8 Pa/h). L'analyse de la caractérisation de la boue a permis par la suite d'augmenter le temps de filtration et même de réduire le débit d'aération.

La transposition de la méthode quant à la gestion du colmatage élaborée sur effluent synthétique à des conditions réelles est donc directe.

Finalement des considérations énergétiques ont montré que le procédé de BAMI est économiquement compétitif. La dépense énergétique liée à l'aération qui représente la quasi totalité de la dépense énergétique totale s'élève en moyenne à $0,5 \text{ kWh/m}^3_{\text{eau traitée}}$. Cette dépense est relativement faible en comparaison à d'autres travaux réalisés avec des BAMI. Pour espacer au maximum le temps entre les changements des membranes, de courts temps de filtration suivis de temps de non filtration avec une aération suffisamment proche des membranes est à adopter.

CONCLUSION GENERALE

Les normes de plus en plus sévères en terme de rejet ainsi que l'obligation de traiter la totalité des eaux domestiques obligent les autorités concernées à trouver des solutions sous peine de pénalités financières. Depuis quelques années, le procédé classique de traitement des eaux par boue activée tend à être remplacé par de nouveaux procédés.

Cette étude s'insère dans un projet dont l'objectif est de proposer les moyens du développement d'un BAMI, éventuellement en auto-assainissement pour des capacités de 50 m³/jour. Parmi les avantages que ce procédé présente, il permet entre autre de satisfaire aux normes de rejets de manière constante, quelles que soient a priori la composition et la nature de l'effluent. L'entrave à son développement se place au niveau de sa rentabilité ; en effet, si le cas par cas est majoritairement traité, un optimum généralisable reste à établir, tenant compte à la fois des performances du procédé, tant en terme de biodégradation que de filtration, du coût de la membrane, et du coût d'exploitation. La multitude d'études disponibles aujourd'hui témoigne d'un champ vaste d'investigation et montre bien la nécessité de focaliser les études sur des points spécifiques. L'objectif idéal(iste !) serait de pouvoir rassembler et tirer partie de tous ces résultats.

Dans ce contexte, nous avons focalisé notre travail sur la compréhension de l'action des paramètres de filtration dans un BAMI. Les objectifs d'amélioration des performances de filtration ont dicté les variations des paramètres de cette partie du procédé, en laissant la liqueur mixte du réacteur « subir » ces modifications. Nous avons alors caractérisé le colmatage comme la résultante des caractéristiques de la boue (composition et structure, capacité de colmatage, rhéologie...) et du mode de filtration adopté (temps de filtration, de non filtration, de rétrolavage, mode et débit d'aération).

La partie expérimentale a été conduite en deux temps :

- Une large partie des expérimentations a été menée sur un effluent synthétique dans l'objectif d'étudier l'impact des différents facteurs limitant le colmatage dans des conditions biologiques maîtrisées. Des conditions opératoires adéquates pour une eau domestique modèle ont été proposées.

- La seconde partie de l'étude s'est déroulée en alimentant le réacteur avec des eaux usées domestiques pour valider les conditions proposées lors de la phase précédente. Une évaluation énergétique corrobore les choix.

Les principales conclusions de ces expérimentations sont détaillées ci-après :

Dans un premier temps, différentes séquences de filtration-arrêt-rétrolavage avec injection d'air ont été proposées et confrontées pour différentes conditions biologiques correspondant à différentes caractéristiques de boue. Les facteurs limitant le colmatage ont été évalués dans un premier temps séparément. Il est ressorti de ces expériences que :

- Les rétrolavages étaient inutiles, ils servaient tout au mieux à une déconcentration du carter de protection de la membrane.
- Le temps de relaxation dépendait de deux paramètres qui sont la résistance spécifique de la boue et la perméabilité de la membrane. Il évolue dans le même sens que la résistance et de façon inverse à la perméabilité. Une valeur seuil de 30 L/h.m².bar de perméabilité a été déterminée : en dessous de cette valeur le temps de relaxation devient très long. Cet ordre de grandeur de perméabilité peut être considéré comme indicateur de nécessité de lavage chimique.
- Un débit d'aération de 50 L/h a été dans un premier temps déterminé comme un seuil d'efficacité de ce paramètre. Une augmentation de ce débit n'entraîne pas sur 48 heures d'amélioration significative dans la diminution du colmatage. En revanche, sur des expériences plus longues un débit de 200 L/h est nécessaire pour limiter le colmatage.

Dans un deuxième temps, les séquences de filtration ont été évaluées dans leur ensemble afin de déterminer quelle était la nature du colmatage résultant. Il est apparu qu'un phénomène d'adsorption se développait dès les premiers jours, conduisant à une forte chute de perméabilité. Un gâteau de boue se forme également progressivement, minimisant ainsi l'effet de l'adsorption, qualifiée dans le cadre de cette étude de phénomène non limitant. Tout l'enjeu de la limitation du colmatage réside donc dans la prévention de la formation du gâteau. L'effet du rétrolavage semblant inadapté, nous avons proposé une aération injectée de façon intermittente.

L'aération est en effet apparue comme l'élément prédominant dans la gestion du colmatage. Dans un BAMI l'aération est indispensable pour limiter le colmatage. L'aération est en général étudiée seulement pour cet aspect " décolmatant ". On s'est attachée dans le cadre de ce travail à évaluer l'effet de l'aération sur la structure de la boue et sur un éventuel effet " colmatant ".

Une étude « hydrodynamique » a donc été menée. Son objectif était de quantifier l'effet de cisaillement induit par l'aération sur la boue, en particulier en terme de filtrabilité. Une

première partie de l'étude a donc consisté à déterminer le profil de vitesse du liquide engendré par un train de bulles dans le réacteur. Tenant compte de ces valeurs de vitesse, la turbulence a été évaluée.

Les effets de l'agitation et de l'aération sur l'état de floculation de la boue ont par ailleurs été quantifiés par des mesures de granulométrie et par le dosage de la DCO dans le surnageant, révélatrice d'un boue défloculée.

Une comparaison entre la taille des petits tourbillons de turbulence (échelle de Kolmogorov) et la taille des floccs montre que dans les divers cas envisagés de taille de bulle ou de taille de floccs, l'aération n'engendrait pas un gradient de vitesse suffisant pour pouvoir casser les floccs. Aucun effet physique de l'aération sur la déstructuration des floccs ne peut donc être retenu.

Une dernière partie dans ce chapitre s'est ensuite focalisée sur le comportement d'un fluide sous contrainte. Une série d'analyses rhéologiques a donc été menée. Cette étude a permis de montrer que la boue alimentée par un effluent synthétique avait des propriétés viscoélastiques. Ce dernier résultat est important car il permet d'expliquer et de proposer des choix dans le mode d'aération. Dans un cas d'un fluide viscoélastique il apparaît important de ménager des temps de pauses, pour que le fluide puisse en partie retrouver sa structure. On comprend mieux alors pourquoi le fait d'injecter de l'air de façon continue conduit à un état de boue plus défloculée qu'avec une injection intermittente.

Finalement l'effet de l'aération sur la viscoélasticité du fluide a été étudié. Une comparaison entre deux rhéogrammes a été réalisée entre une boue soumise pendant 15 jours à une aération continue, et une boue soumise à une aération intermittente. Cette étude a été complétée par la filtrabilité de la boue et la quantité de DCO dans le surnageant. Cette dernière analyse amène à la conclusion que puisque l'aération n'a pas d'effet physique destructeur, elle a donc un effet « métabolique » sur la boue qui s'avère bien déstructurée. Une aération continue engendre donc un stress constant qui à terme, pour des raisons physiologiques, conduit à l'excrétion de composées organiques dans le surnageant, qui rendent le fluide plus colmatant.

En dernière partie de l'étude, l'ensemble des expériences menées sur l'effluent réel a bien confirmé d'une part les conditions opératoires choisies, d'autre part les caractéristiques de la boue sous contrainte de cisaillement. L'analyse technico-économique, qui tient compte du « remplacement » des membranes pour lavage montre que l'on a mis en évidence des plages

de paramètres conduisant à un fonctionnement rentable du procédé qui le rend compétitif par rapport à des procédés classiques à boues activées.

Plusieurs perspectives pourraient être apportées à ce travail :

Sur le plan du procédé lui-même, il serait intéressant, par un outil numérique adapté, une analyse multivariable par exemple, de pouvoir décrire plus systématiquement la dépendance des paramètres les uns avec les autres. Ce type d'analyse repose néanmoins sur des modélisations qui ne sont disponibles que de façon empirique pour les phénomènes mis en évidence (limitation du colmatage, filtrabilité). Des ordres de grandeur sont toutefois accessibles et devraient être suffisants.

On peut aussi se poser la question du dimensionnement de ce procédé avec changement d'échelle. Ce changement va s'opérer en particulier sur la surface membranaire. Des phénomènes tels que la prise en masse, même partielle, du faisceau par la boue ou l'effet de stress d'une aération donnée dans un bassin de dimensions fixées doivent conduire à reconsidérer la géométrie du module et les protocoles de filtration. On peut penser que l'espace « inter-fibres » offert aux effets hydrodynamique de notre pilote ne se transpose pas directement à un faisceau industriel plus compact. Les rétrolavages pourraient alors avoir leur raison d'être par exemple.

Néanmoins, les études menées jusque là ont montré leur apport en terme de méthodologie et des essais visant à la caractérisation de la boue selon sa filtrabilité, sa granulométrie, sa concentration en DCO et MES, restent les bases des essais préliminaires à mettre en œuvre.

Une originalité du travail réside dans l'étude du système triphasique pour déterminer l'effet du gaz sur le solide par le biais du liquide. Les analyses réalisées dans ce manuscrit ont utilisé un anémomètre qui n'est pas le meilleur appareil pour calculer ce genre d'effet. Une étude par PIV pourrait constituer une perspective à ce travail. Cette étude pourrait permettre de caractériser de façon plus précise à la fois l'écoulement mais aussi la taille des bulles (avec un traitement d'image adapté) de façon à préciser le rôle de l'aération sur les propriétés de filtration de la boue.

D'un point de vue « biologique » il serait aussi pertinent de déterminer l'activité des microorganismes sous contrainte pour évaluer les performances épuratoires de la boue dans ces conditions. Si la cinétique de biodégradation est diminuée, on peut s'attendre à ce que la présence de composés organiques favorise un colmatage accru de la membrane. On peut

imaginer alors optimiser le rôle de la membrane, en particulier par sa porosité, entre séparateur de biomasse et épurateur. Par ailleurs, si la boue est déstructurée, ses composés peuvent être plus “ bio-disponibles ” pour des floes plus petits, ce qui viendrait modifier encore la dégradation.

L'imbrication des paramètres reste donc bien une des caractéristiques des bioréacteurs à membranes, caractéristiques qu'il faudrait parvenir à mettre en équation de façon à pouvoir utiliser les outils numériques de simulation et d'optimisation.

NOMENCLATURE

ABREVIATIONS :

BAM	bioréacteur à membrane
BAME	bioréacteur à membrane à boucle externe
BAMI	bioréacteur à membranes immergées
CP	cône – plan
ENSIACET	Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques
ERU	eaux résiduaires urbaines
EPS	substances exopolymériques
IMFT	Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse
INSA	Institut National des Sciences Appliquées
LIPE	Laboratoire d'Ingénierie des Procédés et de l'Environnement
LGC	Laboratoire de Génie Chimique
N-NH ₄	azote ammoniacal
NTK	azote khejdal
PIV	Particle Image Velocimetry
PP	plan – plan
P-PO ₄	phosphore
RL	rétrolavage
rpm	rotation per minute (anglais)
SNT	surageant

LETTRES LATINES :

AB	âge de boue	jours
DBO	demande biologique en oxygène	mg/L
DCO	demande chimique en oxygène	mg/L
C	concentration en matière en suspension	g/L
Cd	coefficient de traînée	-
Cm	charge massique	gDCO/gMES.j
dp	diamètre des particules	µm

df	diamètre des floccs	μm
E_{air}	énergie consommée par le système d'aération	kWh/m^3
E_{colm}	surplus d'énergie du au colmatage	kWh/m^3
E_f	énergie consommée par le système de filtration	kWh/m^3
E_{rl}	énergie consommée par le système de rétrolavage	kWh/m^3
E_{total}	énergie totale consommée	kWh/m^3
Fd	force de traînée	N
J	flux de perméat	$\text{m}^3/\text{m}^2.\text{s}$
k	indice de consistance	-
k_{odw}	indice de consistance modèle Oswald De Waele	-
K	capacité de colmatage de la boue	$\text{kg/m}^3.\text{s}$
L_p	perméabilité de la membrane	$\text{l/h.m}^2.\text{bar}$
L_{p0}	perméabilité initiale	$\text{l/h.m}^2.\text{bar}$
$L_{p\text{ins}}$	perméabilité instantanée	$\text{l/h.m}^2.\text{bar}$
$L_{p\text{f}}$	perméabilité finale	$\text{l/h.m}^2.\text{bar}$
MES	matières en suspension	g/Lou kg./m^3
Md	masse déposée	kg/m^2
n	indice d'écoulement	g/s
P	pression	bar
ΔP	pression transmembranaire	bar
ΔP_0	pression transmembranaire à l'eau initiale	bar
ΔP_{air}	perte de charge liée à l'aération	bar
ΔP_f	perte de charge liée à la filtration	bar
ΔP_F	pression transmembranaire à l'eau finale	bar
ΔP_{LM}	pression transmembranaire en fin de filtration de liqueur mixte	bar
ΔP_{rl}	perte de charge liée au rétrolavage	bar
$\Delta(\Delta P)$	dérive de la pression transmembranaire	bar
$\Delta(\Delta P_{\text{LM}})$	dérive de pression liée à la filtration de liqueur mixte	bar
$\Delta(\Delta P_{\text{théo}})$	dérive de pression liée à la filtration d'eau	bar
Q_{air}	débit d'aération	L/h
Q_f	débit de filtration	L/h
Q_{rl}	débit de rétrolavage	L/h
R%	intensité de la lumière rétrodiffusée	-
Ra	résistance de colmatage due à l'adsorption	m^{-1}

Rc	résistance de colmatage	m ⁻¹
Rd	résistance de colmatage due à un dépôt de matière	m ⁻¹
Rm	résistance membranaire	m ⁻¹
Rpol	résistance de colmatage due à un gel de polarisation	m ⁻¹
t	temps	s
t ₀	temps de mise en régime de la pompe d'aspiration	s
t _{changement}	temps entre deux changements de membrane	jours
T ₀ ^f	durée entre le temps initial et le temps final	s
u _r	vitesse de glissement	m/s
V _T	volume du réacteur	L
V _{eau,t}	volume d'eau traitée	L ou m ³
Vfiltré	volume filtré	m ³

LETTRES GRECQUES :

α	résistance spécifique	m/kg
γ	gradient de vitesse	s ⁻¹
ε	énergie de dissipation visqueuse	J/m ³
η_B	viscosité de Bingham	Pa.s
η_{hB}	viscosité de Herschel Bulkley	Pa.s
η_K	échelle de Kolmogorov	μm
λ	facteur de limitation du dépôt	-
ρ	masse volumique	kg/ m ³
μ	viscosité du perméat	Pa.s
ν	viscosité dynamique	m ² /s
Φ	taux de rétention gazeuse	m ³ air/m ³ eau
τ	contrainte de cisaillement	Pa
τ_0	contrainte de cisaillement seuil	Pa
ω	vitesse de rotation	tpm (tours par minute)
Ω	surface membranaire	m ²

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Ahn K.H., Song K.G., Application of microfiltration with a novel fouling control method for reuse of wastewater from a large-scale resort complex, *Desalination* 129 (2000) 207-216

Albasi C., Bessière Y., Desclaux S., Remigy J.C., Filtration of biological sludge by immersed hollow-fiber membranes: influence of initial permeability choice of operating conditions, *Desalination* 146 (2002) 427-431

Albasi C., Loos J.B., Alvarez C., Lorain O., Schetrite S., Bioréacteur à membranes immergées pour le traitement d'eau domestique : étude des conditions opératoires sur une eau synthétique, *Récents progrès en génie des procédés- Lavoisier Technique et Documentation* 89 (2003) 321-328

Baï R., Leow H.F., Microfiltration of activated sludge wastewater-the effect of system operation parameters, *Separation Purification Technology* 29 (2002) 189-198

Biggs C.A., Lant P.A., Activated sludge flocculation : on line determination of floc size and the effect of shear, *Water Research* 34 (2000) 2542-2550

Bouhabila E.H., Ben Aïm R., Buisson H., Fouling characterisation in membrane bioreactors, *Separation and Purification Technology* 22-23 (2001) 123-132

Bouhabila E.H., Ben Aïm R., Buisson H., Microfiltration of activated sludge using submerged membrane with air bubbling (application to wastewater treatment), *Desalination* 118 (1998) 315-322

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

Cabassud C., Espinosa-Bouchot M., Spérandio M, Characterisation of biomass activity in membrane bioreactor in transient state, 9th World Congress Filtration (2004) Nouvelle Orléans-Louisiane

Chang I., Lee C., Membrane filtration characteristics in membrane-coupled activated sludge system—the effect of physiological states of activated sludge on membrane fouling, *Desalination* 120 (1998) 221-233

Chang I.S., Fane A.G., Characteristics of microfiltration of suspensions with inter-fibre two-phase flow, *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 75 (2000) 533-540

Chang I.S., Judd S.J., Air sparging of a submerged MBR for municipal wastewater treatment, *Process Biochemistry* 37 (2002) 915-920

Chang I.S., Le-Clech P., Jefferson B., Judd S.J., Membrane fouling in membrane bioreactors for wastewater treatment, *J. Environ. Eng.* 128 (2002) 1018-1029

Cho B.D., Fane A.G., Fouling transients in nominally sub-critical flux operation of a membrane bioreactor, *Journal of Membrane Science* 209 (2002) 391-403

Choi H., Zhang K., Dionysiou D.D., Oerther D.B., Sorial G.A., Influence of cross flow velocity on membrane performance during filtration of biological suspension, *Journal of Membrane Science* 248 (2005) 189-199

Choi S.I., Kim S.G., Yoon J., Ahn K., Lee S.H., Particle behavior in air agitation submerged membrane filtration, *Desalination* 158 (2003) 181-188

Choo K.H., Lee C.H., Hydrodynamic behavior of anaerobic biosolids during crossflow filtration in the membrane anaerobic bioreactor, *Water Research* 32 (1998) 3387-3397

Chua H.C., Arnot T.C., Howell J.A., Controlling fouling in membrane bioreactors operated with a variable throughput, *Desalination* 149 (2002) 225-229

Cui Z.F., Chang S., Fane A.G., The use of gas bubbling to enhance membrane processes, *Journal of Membrane Science* 221 (2003) 1-35

Darcy H., *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*, Victor Dalmont (1986) Paris

Defrance L., Jaffrin M.Y., Comparison between filtrations at fixed transmembrane pressure and fixed permeate flux : application to a membrane bioreactor used for wastewater treatment, *Journal of Membrane Science* 152 (1999) 203-210

Defrance L., Jaffrin M.Y., Reversibility of fouling formed in activated sludge filtration, *Journal of Membrane Science* 157 (1999) 73-84

Delgado S., Diaz F., Vera L., Diaz R., Elmaleh S., Influence of biologically treated wastewater quality on filtration through a hollow fibre membrane, *Desalination* 146 (2002) 459-462

Field R.W., Wu D., Howell J.A., Gupta B.B., Critical flux concept for microfiltration fouling, *Journal of Membrane Science* 100 (1995) 259-272

Fane A.G., Chang S., Chardon E., Submerged hollow fibre membrane module–design options and operational considerations, *Desalination* 146 (2002) 231-236

Gan Q., Evaluation of solids reduction and backflush technique in crossflow microfiltration of a primary sewage effluent, *Resources-Conservation and Recycling* 27 (1999) 9-14

Gander M., Jefferson B., Judd S., Aerobic MBRs for domestic wastewater treatment: a review with cost considerations, *Separation Purification Technology* 18 (2000) 119-130

Gregory J., Eklund L., Horsley R.R., Flocculation Breakage and Re-formation in Concentrated Suspensions, 9th World Filtration Congress (2004) Nouvelle Orléans-Louisiane

Grenier A., Meireles M., Aimar P., Carvin P., Fouling identification methods for dead end filtration membrane processes, *Filtech Europa* (2003) Dusseldorf (D)

Gui P., Huang X., Chen Y., Qian Y., Effect of operational parameters on sludge accumulation on membrane surfaces in a submerged membrane bioreactor, *Desalination* 151 (2002) 185-194

Guibaud G., Dollet P., Tixier N., Dagot C., Baudu M., Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements, *Process Biochemistry* 39 (2003) 1803-1810

Hasar H., Kinaci C., Ünlü A., Togrul H., Ipek U., Rheological properties of activated sludge in a sMBR, *Biochemical Engineering Journal* 20 (2004) 1-6

Hermans P.H., Bredée H.L., Principles of the mathematical treatment of constant-pressure filtration, *Journal of Social Chemical Industry* 55 (1936) 1T-4T

Hermia J., Constant pressure blocking filtration laws-Application to power-law non-Newtonian fluids. *Trans. I. Chem. E* 60 (1982) 183-187

Hernandez Rojas M.E., Van Kaam R., Schetrite S., Albasi C., Role and variations of supernatant compounds in submerged membrane bioreactor fouling, *Desalination* 179 (2005) 95-107

Hong S.P., Bae T.H., Tak T.M., Hong S., Randall A., Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors, *Desalination* 143 (2002) 219-228

Howell J.A., Chua H.C., Arnot T.C, In situ manipulation of critical flux in a submerged membrane bioreactor using variable aeration rates and effects of membrane history, *Journal of Membrane Science* 242 (2004) 13-19

Huang X., Gui P., Qian Y., Effect of sludge retention time on microbial behavior in a submerged membrane bioreactor, *Process Biochemistry* 36 (2001) 1001-1006

Jarusutthirak C., Amy C., Croué J.P., Fouling characteristics of wastewater effluent organic matter (EfOM) isolates on NF and UF membranes, *Desalination* (2002) 247-255

Kang I.J., Lee C.H., Kim K.J., Characteristics of microfiltration membranes in a membrane coupled sequencing batch reactor system, *Water Research* 37 (2003) 1192-1197

Le-Clech P, Jefferson B., Judd S.J., Impact of aeration, solids concentration and membrane characteristics on the hydraulic performance of a membrane bioreactor, *Journal of Membrane Science* 218 (2003) 117-129

Le-Clech P, Jefferson B., Chang I.S., Judd S.J., Critical flux determination by the flux-step method in a submerged membrane bioreactor, *Journal of Membrane Science* 227 (2003) 81-93

Lee J., Ahn W.Y., Lee C.H., Comparison of the filtration characteristics between attached and suspended growth microorganisms in submerged membrane bioreactor, *Water Research* 35 (2001) 2435-2445

Lee W., Kang S., Shin H., Sludge characteristics and their contribution to microfiltration in submerged membrane bioreactors, *Journal of Membrane Science* 216 (2003) 217-227

Lee Y., Cho J., Seo Y., Lee J.W., Ahn K.H., Modelling of submerged membrane bioreactor process for wastewater treatment, *Desalination* 146 (2002) 451-457

Liu R., Huang X., Sun Y.F., Qian Y., Hydrodynamic effect on sludge accumulation over membrane surfaces in a submerged membrane bioreactor, *Process Biochemistry* 39 (2003) 157-163

Lodge B., Judd S.J., Smith A.J., Characterisation of dead-end ultrafiltration of biotreated domestic wastewater, *Journal of Membrane Science* 231 (2004) 91-98

Manning A.J., Dyer K.R., A laboratory examination of floc characteristics with regard to turbulent shearing, *Marine Geology* 160 (1999) 147-170

Massé A., Bioréacteur à membranes immergées pour le traitement des eaux résiduaires urbaines : spécificité physico-chimiques du milieu biologique et colmatage, Thèse INSA Toulouse (2004)

Mikkelsen L.H., Keiding K., The shear sensitivity of activated sludge : an evaluation of the possibility for a standardized floc strength test, *Water Research* 36 (2002) 2931-2940

Nagaoka H., Ueda S., Miya A., Influence of bacterial extracellular polymers on the membrane separation activated sludge process, *Water Science Technology* 34 (1996) 165-172

Ognier S., Wisniewski C., Grasmick A., Characterisation and modelling of fouling in membrane bioreactors, *Desalination* 146 (2002) 141-147

Ognier S., Wisniewski C., Grasmick A., Influence of macromolecule adsorption during filtration of a membrane bioreactor mixed liquor suspension, *Journal of Membrane Science* 209 (2002) 27-37

Ognier S., Wisniewski C., Grasmick A., Membrane bioreactor fouling in sub-critical filtration conditions: a local critical flux concept, *Journal of Membrane Science* 229 (2004) 171-177

Orantes J.C., Wisniewski C., Héran M., Grasmick A., Performance of an immersed membrane bioreactor with total solids retention, 9th World Congress Filtration (2004) Nouvelle Orléans-Louisiane

Owen G., Bandi M., Howell J.A., Churchouse S.J., Economic assessment of membrane processes for water and waste water treatment, *Journal of Membrane Science* 102 (1995) 77-91

Parameshwaran K., Fane A.G., Cho B.D., Kim K.J., Analysis of microfiltration performance with constant flux processing of secondary effluent, *Water Research* 35 (2001) 4349-4358

Park J-S., Yeon K-M, Lee C-H., Hydrodynamics and microbial physiology affecting performance of a new MBR, membrane-coupled high-performance coupled reactor, *Desalination* 172 (2005) 181-188

Rosenberg S., Krüger U., Witzig R., Manz W., Szewzyk U., Kraume M., Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal waste water, *Water Research* 36 (2002) 413-420

Slatter P.T., The rheological characterisation of sludges, *Water Sciences and Technology* 36 (1998) 9-18

Schoeberl P., Brik M., Bertoni M., Braun R., Fuchs W., Optimization of operational parameters for a submerged membrane bioreactor treating dyehouse wastewater, *Separation Purification Technology* 44 (2005) 61-68

Shamlou P.A., Gierczycki A.T., Titchener-Hooker N.J., Breakage of flocs in liquid suspensions agitated by vibrating and rotating mixers, *The Chemical Engineering Journal* 62 (1996) 23-34

Shim J.S., Yoo I.K., Lee Y.M., Design and operation considerations for wastewater treatment using a flat submerged membrane bioreactor, *Process Biochemistry* 38 (2002) 279-285

Shon H. K., Vigneswaran S., Kim In S, Cho J., Ngo H. H., The effect of pretreatment to ultrafiltration of biologically treated sewage effluent: a detailed effluent organic matter (EfOM) characterization, *Water Research* 38 (2004) 1933-1939

Shon H.K., Vigneswaran S., Ngo H.H., Ben Aim R., Is semi-flocculation effective as pretreatment to ultrafiltration in wastewater treatment?, *Water Research* 39 (2005) 147-153

Sofia A., Ng W. J., Ong S. L., Engineering design approaches for minimum fouling in submerged MBR, *Desalination* 160 (2004) 67-74

Spicer P.T., Pratsinis S.E., Shear induced flocculation : the evolution of floc structure and the shape of the size distribution at steady state, *Water Research* 30 (1993) 1049-1056

Spicer P.T., Keller W., Pratsinis S.E., The effect of impeller type on floc size and structure during shear-induced flocculation, *Journal of Colloid and Interface Science* 184 (1996) 112-122

Tardieu E., Grasmick A., Geaugey V., Manem J., Influence of hydrodynamics on fouling velocity in a recirculated MBR for wastewater treatment, *Journal of Membrane Science* 156 (1999) 131-140

Tixier N., Approches de propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées, Thèse Université de Limoges (2003)

Ueda T., Hata K., Kikuoka Y., Seino O., Effects of aeration on suction pressure in a submerged membrane bioreactor, *Water Research* 31 (1997) 489-494

Wen C., Huang X., Qian Y., Domestic wastewater treatment using an anaerobic bioreactor coupled with membrane filtration, *Process Biochemistry* 35 (1999) 335-340

Visvanathan C., Yang B.S., Muttamara S., Maythanukhraw R., Application to air backmushing technique in membrane bioreactor, *Water Science Technology* 36 (1997) 256-266

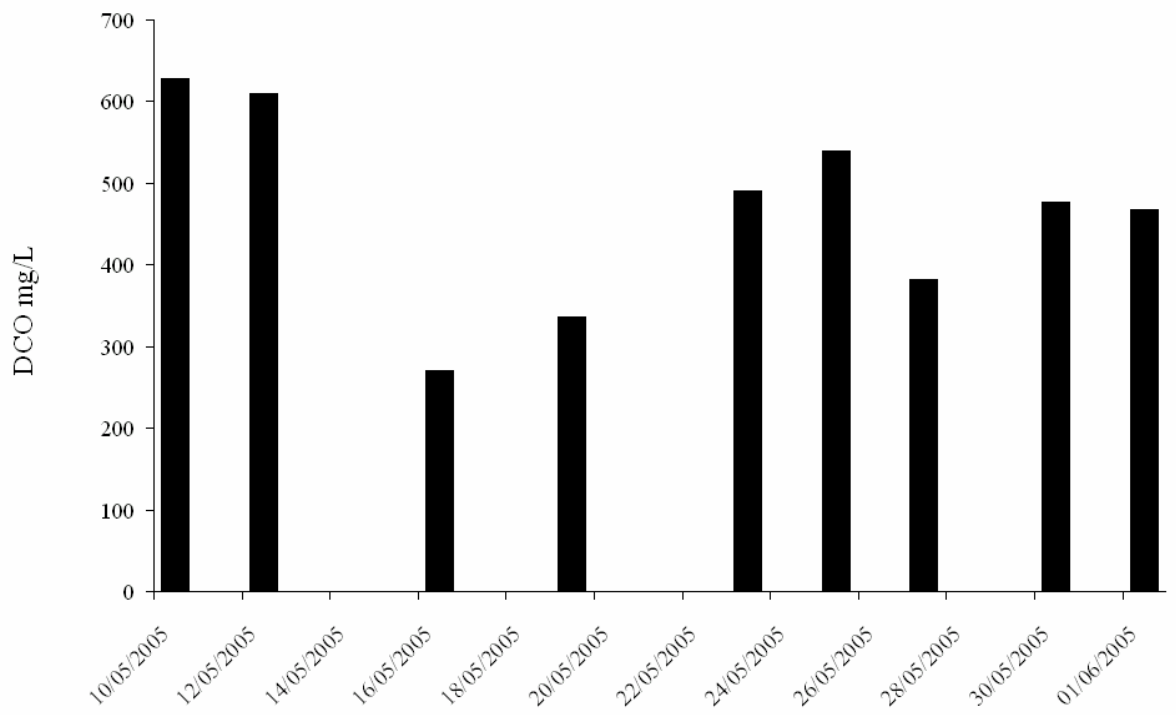
Wisniewski C., Grasmick A., Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloids and Surface A* 138 (1998), 403-411

Yu K., Wen X., Bu Q., Xia H., Critical flux enhancements with air sparging in axial hollow fibers cross-flow microfiltration of biologically treated wastewater, *Journal of Membrane Science* 224 (2003) 69-79

Zhang S., Van Houten R., Eikelboom D.H., Doddema H., Jiang Z., Fan Y., Wang J., Sewage treatment by a low energy membrane bioreactor, *Bioresource Technology* 90 (2003) 185-192

ANNEXES

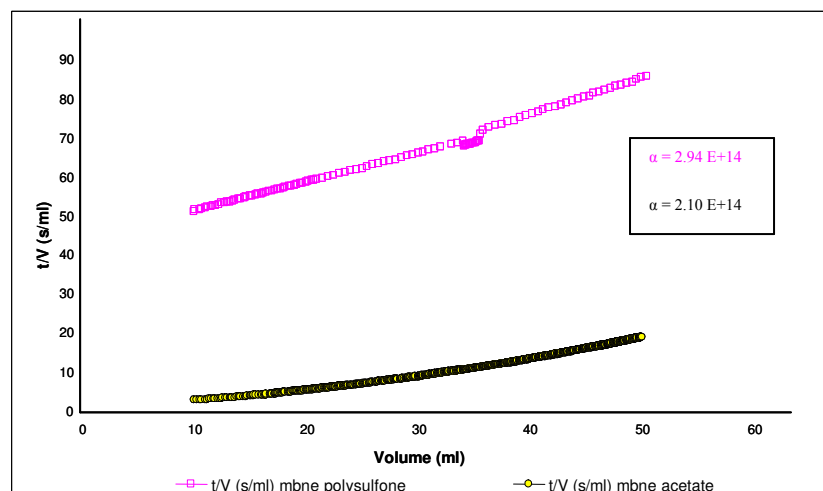
ANNEXE 1



ANNEXE 2

COMPARAISON ENTRE UNE MEMBRANE EN ACETATE ET UNE MEMBRANE EN POLYSULFONE

La membrane du bioréacteur à membrane immergée est une membrane à fibres creuses en polysulfone avec un diamètre de pores de $0.1 \mu\text{m}$. Les membranes usuelles utilisées en filtration frontale sont en acétate de cellulose et ont un diamètre de pores de $0.2 \mu\text{m}$. Pour s'assurer que les résultats obtenus sur cette dernière sont transposables à l'échelle du bioréacteur, des filtrations sur des membranes planes en polysulfone ($0.1 \mu\text{m}$) ont été comparées à des filtrations sur des membranes en acétate de cellulose ($0.2 \mu\text{m}$).



Ce graphique représente la variation de t/V en fonction du Volume de deux filtrations : la première est une filtration de la boue diluée 50 fois (par de l'eau distillée) sur une membrane en acétate de cellulose dont le diamètre des pores est de $0,2\mu\text{m}$ à $0,3 \text{ bar}$, la seconde est une filtration de la même boue dans les mêmes conditions mais sur une membrane en polysulfone dont le diamètre des pores est de $0,1 \mu\text{m}$.

On remarque que la résistance spécifique est presque la même dans les deux filtrations : $2,94.10^{14} \text{ m/kg}$ avec la membrane en acétate de cellulose et 2.10^{14} m/Kg avec la membrane en polysulfone. Comme on a travaillé dans les mêmes conditions on peut dire que la nature de la membrane influence peu la filtration et n'a presque pas d'effet sur la résistance du dépôt.

ANNEXE 3

DATE	Cycles de filtration (min)	Cycles de rétrolavage (sec)	Cycles d'aération (min)	AB/Cm/Physiologie	Evénements particuliers
3-avr-03	2/2	30/1200	2/2		à 13h30 Démarrage du pilote
7-avr-03					
8-avr-03	5/5	30/1200	5/5	changement condition	
14-avr-03					pression > 0,5 bar et le réacteur a débordé
	5/10	30/1200	5/5		à 8h50 Passage en 5/10
15-avr-03				ADAPTATION RÉGIMEN NON STABLE	
	10/2 5/2	30/1200 30/2200	5/5 5/5		
	5/5	30/1200	5/5		
	CHANGEMENT DE LA MEMBRANE				
16-avr-03					
	5/5	30/1200	1/6		à 13h30 Redémarrage du pilote
23-avr-03					à 17h30 Constat : le pilote a disjoncté donc remise en route
	5/10	30/1200	1/6		
28-avr-03	5/10	30/1200	1/6		à 12h Arrêt puis Passage en 5/10
					à 17h Arrêt du pilote puis Lavage à l'eau
30-avr-03	CHANGEMENT DE LA MEMBRANE				
	5/5	30/1200	1/6		à 11h Redémarrage du pilote en 5/10 à 14h Passage en 5/5
04.05/03					à 9h50 Ne débordé pas !!! Mais ΔP élevée = 0,74 bar
	5/10	30/1200	1/6		Passage en 5/10
					$\Delta P = 0,39$ bar Arrêt du pilote
05.05/03					Nettoyage chimique du circuit hydraulique

	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				
7-mai-03	5/5	30/1200	1,6		Redémarrage du pilote
					Pilote disjoncté
					à 9h Redémarrage du pilote
12-05-03					à 16h10 Arrêt du pilote pour nettoyage de la membrane à l'eau car ΔP élevée MES dans la cure de perméat.
14-05-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				Redémarrage du pilote Débits : vinidax = 0,105mL/min ; eau chlore = 46m L/min
15-05-03					à 13h Changement du disjoncteur
19-05-03					à 12h Passage en 5/10 (ΔP = 0,7 bar) à 14h30 Arrêt du pilote
20-05-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				à 13h Relancement du pilote
	5/5	30/1200	1,6		
23-05-03	5/5	30/600	1,6		à 14h Changement des conditions RL
27-05-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				à 9h10 Arrêt du pilote
	10/6	30/600			Redémarrage du pilote Disjoncteur du 380
11-06-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				
12-06-03				SRT = 10 jours Cm = 0,4 gDCO/gMES.j	
24-06-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				
30-06-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				
04-07-03	CHANGEMENT DEL A MEMBRANE				
10-07-03	5/5	30/600	SOLA continue		
18-07-03					

6/2/04	10/10	0	1/6		Redémarrage
12/2/04	10/5	30/8600	1/6		changement condition à 15h
13/2/04	10/10	30/8600	1/6		
18/2/04	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				changement membrane rhm cassé
20/2/04					changement membrane + augmentation débit air
21/2/04		15/1800			
23/2/04					changement membrane
27/2/04	S/S	15/1800	1/6		
28/2/04					changement pompe
1/2/04	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				changement membrane (gâteau) augmentation aération
2/2/04					
3/2/04					aération bouchée
4/2/04					aération déconnectée --> gâteau --> RI + GB forcés
					fuite
5/2/04					Arrêt pilote
	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				changement membrane 0,1m ²
6/2/04					changement membrane
11/2/04					MES dans circuit, changement membrane
13/2/04					arrêt pilote pendant 2h, feu de poubelle !!
15/2/04					pc bloqué / aération bouchée
16/2/04					
18/2/04					aération bouchée
19/2/04					
23/2/04					
24/2/04					
25/2/04		30/2400			aération bouchée P= 0,5 bar
27/2/04	S/S	30/2400	1/6		aération défaite --> P=0,5 bar
	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				changement membrane
29/2/04					
1/3/04					
7/3/04					aération bouchée
8/3/04		30/8600			débouchage GB + changement membrane
				SRT = 20 jours	
12/3/04					changement membrane
				Cm = 0,4 gDC O/gMES j	
29/3/04					14 h changement membrane
	changement condition biologique				
7/4/04	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				changement membrane MES dans circuit
8/4/04					changement membrane MES dans circuit
14/4/04					arrêt pilote 1h30 pour nettoyer membrane colonisée au chloro
5/5/04					MES dans circuit, changement membrane
25/6/04					
20/7/04					
22/7/04					
24/7/04					
26/7/04					
					ARRÊT PILOTE
23/8/04					
24/8/04					
25/8/04	S/S	0	1/6		RELANCEMENT PILOTE
26/8/04					
11/9/04					pilote arrêté pb armoire électrique
20/9/04					membrane cassé et réparée
	CHANGEMENT DELA MEMBRANE				RELANCEMENT PILOTE
22/9/04					
26/12/04	0	0	0	SRT = 50 jours Cm = 0,2	pilote arrêté pb pompe aspiration

ANNEXE 4

Diamètre grosses bulles estimée à 2 cm

débit aération = 50 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,26	425,00	0,60	0,25	102
	Hauteur 2	0,39	648,33	0,51	0,75	78
	Hauteur 3	0,24	396,67	0,61	0,20	107
Centre	Hauteur 1	0,48	795,00	0,48	1,28	68
	Hauteur 2	0,22	368,33	0,63	0,17	112
	Hauteur 3	0,38	638,33	0,51	0,72	78

débit aération = 150 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,27	456,67	0,86	0,44	89
	Hauteur 2	0,34	573,33	0,68	0,69	79
	Hauteur 3	0,25	421,67	0,93	0,37	92
Centre	Hauteur 1	0,40	668,33	0,59	0,94	73
	Hauteur 2	0,44	738,33	0,53	1,14	70
	Hauteur 3	0,44	736,67	0,53	1,14	70

débit aération = 200 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,39	643,33	0,51	0,73	78
	Hauteur 2	0,31	510,00	0,56	0,40	91
	Hauteur 3	0,27	441,67	0,59	0,27	100
Centre	Hauteur 1	0,17	281,67	0,70	0,08	134
	Hauteur 2	0,39	643,33	0,51	0,73	78
	Hauteur 3	0,44	728,33	0,49	1,01	72

débit aération = 260 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,33	545,00	0,55	0,47	87
	Hauteur 2	0,29	488,33	0,57	0,35	93
	Hauteur 3	0,29	490,00	0,57	0,36	93
Centre	Hauteur 1	0,20	335,00	0,66	0,13	120
	Hauteur 2	0,30	500,00	0,56	0,38	92
	Hauteur 3	0,44	725,00	0,49	1,01	72

débit aération = 370 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,35	590,00	0,53	0,58	83
	Hauteur 2	0,32	535,00	0,55	0,45	88
	Hauteur 3	0,33	541,67	0,55	0,46	87
Centre	Hauteur 1	0,20	326,67	0,66	0,12	122
	Hauteur 2	0,39	651,67	0,51	0,76	77
	Hauteur 3	0,45	755,00	0,48	1,11	70

débit aération = 580 L/h

	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Pari	Hauteur 1	0,36	595,00	0,53	0,59	82
	Hauteur 2	0,30	496,67	0,56	0,37	92
	Hauteur 3	0,33	541,67	0,55	0,46	87
Centre	Hauteur 1	0,24	393,33	0,62	0,20	108
	Hauteur 2	0,51	841,67	0,47	1,48	65
	Hauteur 3	0,50	841,66	0,47	1,46	66

Diamètre grosses bulles estimée à 0,5 cm

débit aération = 50 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,26	850,00	0,45	0,18	110
	Hauteur 2	0,39	1296,67	0,45	0,66	80
	Hauteur 3	0,24	793,33	0,48	0,16	114
Centre	Hauteur 1	0,48	1590,00	0,45	1,21	69
	Hauteur 2	0,22	736,67	0,49	0,13	120
	Hauteur 3	0,38	1276,67	0,45	0,63	81
débit aération = 150 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,27	913,33	0,45	0,23	104
	Hauteur 2	0,34	1146,67	0,45	0,45	88
	Hauteur 3	0,25	843,33	0,47	0,19	110
Centre	Hauteur 1	0,40	1336,67	0,45	0,72	78
	Hauteur 2	0,44	1476,67	0,45	0,97	73
	Hauteur 3	0,44	1473,33	0,45	0,96	73
débit aération = 200 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,39	1286,67	0,45	0,64	81
	Hauteur 2	0,31	1020,00	0,45	0,32	96
	Hauteur 3	0,27	883,33	0,45	0,21	107
Centre	Hauteur 1	0,17	563,33	0,54	0,06	143
	Hauteur 2	0,39	1286,67	0,45	0,64	81
	Hauteur 3	0,44	1456,67	0,45	0,93	73
débit aération = 260 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,33	1090,00	0,45	0,39	91
	Hauteur 2	0,29	976,67	0,45	0,28	99
	Hauteur 3	0,29	980,00	0,45	0,28	99
Centre	Hauteur 1	0,20	670,00	0,51	0,10	128
	Hauteur 2	0,30	1000,00	0,45	0,30	97
	Hauteur 3	0,44	1450,00	0,45	0,92	74
débit aération = 370 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Paroi	Hauteur 1	0,35	1180,00	0,45	0,49	86
	Hauteur 2	0,32	1070,00	0,45	0,37	93
	Hauteur 3	0,33	1083,33	0,45	0,38	92
Centre	Hauteur 1	0,20	653,33	0,51	0,10	130
	Hauteur 2	0,39	1303,33	0,45	0,67	80
	Hauteur 3	0,45	1510,00	0,45	1,04	71
débit aération = 580 L/h						
	Position	Ur (m/s)	Rep	Cd	ε	η_K (μm)
Centre	Hauteur 1	0,36	1190,00	0,45	0,51	85
	Hauteur 2	0,30	993,33	0,45	0,29	98
	Hauteur 3	0,33	1083,33	0,45	0,38	92
Centre	Hauteur 1	0,24	786,67	0,48	0,16	115
	Hauteur 2	0,51	1683,33	0,45	1,43	66
	Hauteur 3	0,50	1673,33	0,45	1,41	66

