

Titre: Réduction de la production de boues activées
Title:

Auteur: Marc-André Labelle
Author:

Date: 2013

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Labelle, M.-A. (2013). Réduction de la production de boues activées [Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.
Citation: <https://publications.polymtl.ca/1336/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/1336/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:** Yves Comeau, & Peter Dold
Advisors:

Programme: Génie civil
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

RÉDUCTION DE LA PRODUCTION DE BOUES ACTIVÉES

MARC-ANDRÉ LABELLE

DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR

(GÉNIE CIVIL)

DÉCEMBRE 2013

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée:

RÉDUCTION DE LA PRODUCTION DE BOUES ACTIVÉES

présentée par : LABELLE Marc-André

en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. BARBEAU Benoit, Ph.D., président

M. COMEAU Yves, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. DOLD Peter, Ph.D., membre et codirecteur de recherche

M. VANROLLEGHEM Peter, Ph.D., membre

M. FRIGON Dominic, Ph.D., membre

DÉDICACE

À mes petits amours, Clara et Antoine.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus sincères remerciements à Yves Comeau, mon directeur de recherche et employeur, mais surtout mon plus grand mentor depuis maintenant une bonne douzaine d'années. Merci, Yves, pour ta patience (en général, mais surtout dans mon cas!), ta rigueur, ta vivacité et tes valeurs.

Merci à mes collaborateurs et co-auteurs, Stéphane Délérès, Peter Dold, Alain Gadbois, Abdellah Ramdani et Mathieu Spérandio pour avoir partagé si ouvertement vos connaissances et pour vos précieux conseils. Je tiens aussi à souligner ma gratitude envers les différents partenaires du projet : le CRSNG, EnviroSim, John Meunier inc., Veolia et la Ville de Saint-Hyacinthe.

Merci à Majdala Mansour-Geoffrion avec qui j'ai partagé les bureaux et qui a fait son doctorat sur le même projet que moi. Merci pour ton sérieux coup de main à opérer ce gros pilote, sur site et à distance, et à toute heure du jour. Merci pour ta bonne humeur et tes encouragements par tes bons mots, et même parfois par de la bonne bouffe.

Merci à Denis Bouchard pour l'assistance technique indispensable et la qualité de ton travail. Je t'accorde un beau trophée pour ton implication dans l'arrière-scène de centaines de projets.

Merci à ceux qui sont passés par le Laboratoire de génie de l'environnement au cours de ces sept dernières années et avec qui j'ai eu le plaisir de travailler : Dwight Houweling, Séverine Ladislas, Abdellah Ramdani, Marie-Laure de Boutray, Charles-Vincent Lussier, Fannie Coté, Charles-Henri Nicolas, Anne Lautier, Marc Levade, Sébastien Houle, François Tremblay, Marlène Diamond-Masse, Adrien Vermillard, Sophie Bonnet, Nicolas Marquet, Partick Ramsay, Ignacio Riera Fernandez, Reza Salehi, François Desjardins, Carl Graham, Sylvain Fabre, Stephen Brient, Marie Ferland, Margit Kõiv, Jose Antonio Vides, Jaime Chacana, Karim Meziani, Adriana Luque, Claudine Proux, Kunaal Mahadeo, Bettina Émile, Catherine Brosseau, Benoît St-Onge, Julie Vincent.

Merci à mes voisins de la Chaire en eau potable, Marcellin Fotsing, Julie Philibert, Jacinthe Mailly, Yves Fontaine, Mireille Blais, Raymond Desjardins et Benoit Barbeau, pour les heures de

lunch passées ensemble, les nombreux conseils sur l'ozonation et le dépannage quand le matériel urgent n'était pas à portée de main.

Un grand merci à Chrystelle Ayache, Élise Blanchet, Pascal Boisson, Stéphane Déléris, Pierre-Alain Hoffmann, Julie Jimenez, Pierre Mandel, Juan Ochoa et bien d'autres pour l'accueil chaleureux lors de mon séjour au centre de recherche de Veolia à Maisons-Laffitte.

Enfin, je suis immensément reconnaissant à mes deux parents, à mes deux enfants et à ma douce moitié. Merci pour vos encouragements incessants. Merci de votre compréhension pour les horaires parfois houleux. Merci aussi de supporter ma déformation professionnelle d'expliquer les choses peut-être parfois un peu trop longtemps.

RÉSUMÉ

Les procédés biologiques par boues activées pour le traitement secondaire des eaux usées génèrent des quantités importantes de boues en excès. Plusieurs procédés biologiques, physiques et chimiques sont envisagés pour la réduction de la production de boues. Les procédés Cannibal[®] et d'ozonation des boues sont efficaces pour la réduction de la production de boues. Les mécanismes de réduction de la production de boues de ces procédés demeurent toutefois mal connus. Une meilleure compréhension des mécanismes de ces procédés permettrait d'optimiser leur conception et leur application.

L'objectif général de cette thèse était de déterminer les mécanismes de réduction de la production de boues activées par les procédés opérés à des temps de rétention de boues (TRB) très élevés et d'ozonation des boues. La dégradabilité des matières particulaires non biodégradables a été considérée pour des TRB conventionnels, élevés et très élevés et suite à l'ozonation des boues.

Des essais de rétention complète des boues en bioréacteur à membrane (BRM) de taille démonstration alimenté par des eaux usées réelles, en alternance avec des périodes de famine, ont permis de déterminer les paramètres stœchiométriques et cinétiques associés à la production de boues sur une grande plage de taux de charge (*food to microorganism ratio; F/M*) et de TRB. Deux jeux de paramètres fréquemment employés en pratique pour la conception de centres de récupération des ressources en eaux (CRRE, le nouveau terme pour désigner les stations d'épuration STEP) en Amérique du Nord ont été comparés pour la calibration de la production de boues des essais à rétention complète en termes de demande chimique en oxygène (DCO), de matières volatiles en suspension (MVES) et de biomasse active (X_H). Les paramètres concernés sont le rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe (Y_H), le taux de respiration endogène (b_H) et la fraction endogène de la biomasse (f). Ces deux jeux de paramètres prédisent sensiblement la même production de boues et la même consommation d'oxygène, mais des proportions de X_H différentes. Le jeu de paramètres de BioWin 3.1, comparativement au jeu de paramètres de Metcalf et Eddy, a permis une meilleure calibration de la production de boues et de la biomasse active, principalement lors des périodes de famine (sans alimentation) et donc sous des conditions de respiration endogène sans croissance de biomasse. Sur la base des résultats obtenus, des valeurs de Y_H , b_H et f de 0,666 g DCO/g DCO, 0,24 d⁻¹ et 0,20 g DCO/g DCO ont

été appropriées et suffisantes pour la prédiction de la production de boues dans les systèmes de boues activées pour des périodes de rétention des boues allant jusqu'à 70 jours. L'ajout de processus de dégradation lente des matières organiques particulaires non biodégradables de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et du résidu endogène (X_E) n'a pas permis d'améliorer la calibration des simulations pour des temps de rétention des boues dans le BRM allant jusqu'à 70 jours. Ces essais ont aussi permis de déterminer les ratios de DCO sur MVES (f_{CV}) et la proportion de nutriments (azote et phosphore) des différentes composantes particulaires organiques des boues activées, sur la base de travaux antérieurs réalisés avec des boues activées synthétiques.

Une installation Cannibal[®] à pleine échelle a été caractérisée à partir de données d'opération et de simulations afin de déterminer les mécanismes de réduction de la production de boues de ce procédé. Le modèle de boues activées employé permettait d'évaluer l'influence potentielle de différents mécanismes de réduction de la production de boues (RPB) présumés prendre part dans le procédé Cannibal[®]. Des processus de dégradation lente étaient considérés pour les matières organiques particulaires "non biodégradables" de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et du résidu endogène (X_E) ainsi que des procédés de séparation physique de microtamisage et d'hydrocyclonage pour l'enlèvement sélectif du $X_{U,Inf}$ et des matières inorganiques en suspension (MIES), respectivement. Les données sur une période d'opération relativement stable de 3 ans ont été analysées afin de produire un bilan de masse de l'ensemble de l'installation, permettant d'évaluer le TRB (400 d) et les productions de boues associées à la purge de boues (0,08 kg TSS/kg DCO) et aux déchets provenant des unités de séparation physique (0,06 kg TSS/kg DCO). Pour des procédés opérés à des TRB très élevés, comme c'est le cas du procédé Cannibal[®], la dégradation lente du X_E , et possiblement du $X_{U,Inf}$, a été nécessaire pour prédire la production de boues. Une cinétique de dégradation de 1^{er} ordre de X_E et $X_{U,Inf}$ (b_E et b_U) de 0,007 d⁻¹ a semblé appropriée.

Des essais d'ozonation sur des boues synthétiques contenant des proportions bien définies de X_H et de X_E , avant et suite à une étape de digestion aérobie, ont permis de caractériser les mécanismes de l'ozonation de ces différentes composantes des boues activées. Des mesures de solubilisation des boues, d'activité biologique par respirométrie, de viabilité et de biodégradabilité des matières particulaires et solubilisée ont été réalisées à la suite du transfert de diverses doses d'ozone. L'ozonation des boues a affecté principalement la composante X_H des boues, avec des efficacités de solubilisation obtenues sur des boues fraîches de 9,6 g DCO/g O₃,

et, dans une moindre mesure, la composante X_E avec des efficacités de solubilisation obtenues sur des boues digérées variant de 1,9 à 3,6 g DCO/g O_3 . La lyse cellulaire provoquée par l'ozonation du X_H expliquerait les efficacités de solubilisation plus élevée pour cette composante des boues. La biodégradabilité du X_E solubilisé a atteint jusqu'à 0,27 g DBO_5 /g DCO_i , alors que le X_E non solubilisé est demeuré essentiellement non biodégradable.

Les conclusions tirées de cette thèse devraient permettre d'améliorer les prédictions de la composition et de la production de boues des modèles de boues activées et d'optimiser la conception et l'application des procédés de réduction de la production de boues opérés à des TRB très élevés et d'ozonation des boues. Des essais pilote de séparation physique par hydrocyclonage et par microtamisage réalisés sur un procédé de boues activés opéré en conditions conventionnelles et d'ozonation des boues à différents points d'une installation permettraient de mieux quantifier les bénéfices respectifs de ces procédés de réduction de la production de boues.

ABSTRACT

The secondary treatment of wastewaters by the activated sludge process generates large quantities of excess sludge. Many biological, physical and chemical processes are being studied to reduce excess sludge production. The Cannibal[®] and the sludge ozonation processes are two promising sludge reduction processes. The mechanisms involved in the sludge reduction by these processes remains not well understood. A better knowledge of the mechanisms involved in these processes would allow to improve their design and implementation.

The general objective of this thesis was to determine the mechanisms for the reduction of excess sludge production from the activated sludge in processes operated at a very long sludge retention time (SRT) and from the sludge ozonation process.

Complete sludge retention experiments were conducted in a demonstration scale membrane bioreactor (MBR) fed with a real municipal wastewater and subjected to growth and famine periods to determine the stoichiometric and kinetic parameters related to sludge production over wide-ranging loading rates (food to microorganism ratio; F/M) and SRTs. The default model parameter values (Y_H , b_H and f) from two well-accepted models were compared to determine which parameter set better fitted the COD, VSS and active biomass accumulation. These two models were selected because of their broad application by practitioners in water resource recovery facilities (WRRFs, the new designation for wastewater treatment plant, WWTPs) design and very similar sludge production and oxygen demand predictions despite dissimilar default parameter values, but different active biomass proportions. The goodness of fit between the measurements and the model predictions indicated that the *General ASDM* (GM) parameter set better fitted the experimental data than the *Metcalf and Eddy* (ME) parameter set. The fit with the active biomass concentration and the volatile suspended solids (VSS) decrease during famine periods were significantly better, as the ME parameter set poorly estimated the active biomass component and overestimated the VSS decrease. The *General ASDM* model default parameter values for Y_H , b_H and f of 0.666 g COD/g COD, 0.24 d⁻¹ and 0.20 g COD/g COD, respectively, were appropriate and sufficient to model the prediction of excess sludge production in the activated sludge process for sludge retention up to 70 d. A slow degradation rate for $X_{U,Inf}$ and X_E over the sludge accumulation period of 70 days did not improve model predictions and led to

some fractionation discrepancies. The COD to VSS ratio (f_{CV}) and nutrient content (nitrogen and phosphorus) of the sludge components determined were in accordance with past work on synthetic activated sludge.

A full scale Cannibal[®] facility was characterized based on 3 years of historical operation data and simulations to determine the mechanisms for reducing excess sludge production in this process. The activated sludge model used allowed to individually consider the different mechanisms expected to take part in the reduction of the excess sludge production in the Cannibal[®] process. Processes considered the slow degradation of the unbiodegradable organic particulates from the influent ($X_{U,Inf}$) and of the endogenous residue (X_E), and the selective removal of *trash* ($X_{U,Inf}$) and *grit* (inorganic suspended solids; ISS) by microscreens and hydrocyclones, respectively. A mass balance around the facility was produced based on a relatively stable 3 years period of operation, allowing evaluating the SRT, the activated sludge yield (0.08 kg TSS/kg COD) and the *trash and grit* yield (0.06 kg TSS/kg COD). The slow degradation of X_E , and possibly of $X_{U,Inf}$ appeared necessary to predict the excess sludge production under very long SRTs, as found in the Cannibal[®] process and as reported in literature. First order degradation kinetics for X_E et $X_{U,Inf}$ (b_E et b_U) of 0.007 d^{-1} appeared appropriate.

Ozonation experiments on synthetic activated sludge containing well defined proportions of X_H and X_E prior and after aerobic digestion were used to characterize the mechanisms of ozonation on these sludge components. Solubilization, biodegradability, biomass activity and viability were assessed after transferring various ozone doses. Sludge ozonation was found to affect mainly X_H , with a solubilisation efficiency on fresh sludge of 9.6 g COD/g O_3 , compared to values ranging from 1.9 to 3.6 g COD/g O_3 for digested sludge mainly composed of X_E . The release of intracellular substances from the lysis of X_H would explain the high solubilisation efficiency on that sludge component when compared to that of X_E . The biodegradability of the solubilized X_E was increased up to $0.27 \text{ g BOD}_5/\text{g COD}_i$, whereas the unsolubilized X_E remained essentially unbiodegradable.

The conclusions drawn from this thesis should allow to improve model predictions for excess sludge production in activated sludge models and to improve the design and implementation of sludge reduction technologies making use of a long SRT and sludge ozonation. Pilot testing of

the physical separation of trash and grit under typical operating conditions and of sludge ozonation at different dosing points would allow to better quantify the respective benefits of these sludge reduction technologies.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE.....	III
REMERCIEMENTS	IV
RÉSUMÉ.....	VI
ABSTRACT	IX
TABLE DES MATIÈRES	XII
LISTE DES TABLEAUX.....	XVII
LISTE DES FIGURES.....	XVIII
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XXI
LISTE DES ANNEXES.....	XXV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Mise en contexte.....	1
1.1.1 Production de boues	1
1.1.2 Procédés de réduction de la production de boues	3
1.1.3 Lacunes en matière de recherche	4
1.2 Objectifs	5
1.3 Hypothèses scientifiques originales de recherche.....	6
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	8
2.1 Fractionnement de la matière organique	8

2.1.1	Protocoles de modélisation.....	9
2.1.2	Respirométrie	11
2.2	Production de boues et modélisation.....	15
2.2.1	Concepts de mort-régénération et de respiration endogène	18
2.2.2	Contribution des sels de synthèse à la production de boues	20
2.2.3	Rétention complète des boues.....	22
2.2.4	Bilans de masse	23
2.3	Réduction de la production de boues	25
2.3.1	Digestion anaérobie.....	27
2.3.2	Ozonation des boues.....	29
2.3.3	Procédé Cannibal [®]	33
CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE L'ENSEMBLE DU TRAVAIL DE RECHERCHE ET ORGANISATION GÉNÉRALE DE LA THÈSE		36
CHAPITRE 4 ARTICLE 1: ACTIVATED SLUDGE PRODUCTION PARAMETERS AND NUTRIENT CONTENT OF UNBIODEGRADABLE ORGANIC SLUDGE COMPONENTS		39
4.1	Introduction.....	40
4.2	Material and Methods.....	41
4.2.1	Complete sludge retention experiment.....	41
4.2.2	Modelling	45
4.3	Results and discussion.....	47

4.3.1	Influent	47
4.3.2	Sludge accumulation	48
4.3.3	Nutrient content	56
4.4	Conclusion	60
CHAPITRE 5 ARTICLE 2: MECHANISMS FOR REDUCED EXCESS SLUDGE PRODUCTION IN THE CANNIBAL [®] PROCESS		62
5.1	Introduction	63
5.1.1	Cannibal [®]	63
5.1.2	Objectives	65
5.2	Methods	65
5.2.1	Modeling	65
5.2.2	Full-scale facility	68
5.3	Results and discussion	70
5.3.1	Modeling	70
5.3.2	Cannibal [®] process characterization	75
5.4	Conclusions	81
CHAPITRE 6 ARTICLE 3: OZONATION OF ENDOGENOUS RESIDUE AND ACTIVE BIOMASS FROM A SYNTHETIC ACTIVATED SLUDGE		82
6.1	Introduction	83
6.2	Material & methods	84

6.2.1	Synthetic sludge	84
6.2.2	Endogenous residue.....	84
6.2.3	Batch ozonation tests.....	85
6.2.4	Analytical methods.....	85
6.3	Results & discussion	86
6.3.1	Effect of O ₃ on endogenous residue.....	86
6.3.2	Effect of ozone on active biomass.....	88
6.4	Conclusions and perspectives.....	91
CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE		93
7.1	Intégration au projet FPB en BRM	93
7.2	Sommaire des contributions originales de la thèse	94
7.2.1	Détermination des paramètres de la production de boues.....	95
7.2.2	Mécanismes de réduction de la production de boues du procédé Cannibal®	96
7.2.3	Mécanismes de l'ozonation des boues	97
7.3	Validité des hypothèses scientifiques originales.....	100
7.3.1	Paramètres de la production de boues	100
7.3.2	Dégradation de $X_{U,Inf}$ et X_E à des TRB très élevés.....	100
7.3.3	Solubilisation préférentielle de X_H par ozonation	101

7.3.4 L'ozone provoque la lyse cellulaire plutôt qu'une augmentation des besoins de maintenance.....	101
CHAPITRE 8 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.....	102
8.1 Conclusions.....	102
8.2 Recommandations pour des travaux futurs.....	104
8.2.1 Séparation physique de $X_{U,Inf}$ et de X_{Ig} à TRB conventionnel.....	104
8.2.2 Ozonation en continu.....	104
8.3 Transfert technologique.....	104
RÉFÉRENCES.....	107
ANNEXES.....	124

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 – Proportion du coût total de traitement des eaux usées attribuable au traitement et à la disposition des boues (tiré de LeBlanc et al., 2008).....	2
Tableau 2.1 - Composition chimique de la cellule (tiré de Rittmann et McCarty, 2001)	21
Tableau 2.2 – Procédés de réduction de la production de boues (tiré de Pérez-Elvira, 2006).....	26
Tableau 2.3 - Doses d’ozone requises pour la réduction de la production de boues (tiré de Sandino et Whitlock, 2010).....	32
Table 4.1 - Pilot-scale MBR experiment setup	43
Table 4.2 - Pilot-scale MBR characteristics and operating conditions	44
Table 4.3 - Parameter sets compared for model calibration.....	46
Table 4.4 - Influent characterization	50
Tableau 4.5 – COD to VSS ratio and nitrogen and phosphorus content of particulate sludge components.....	58
Table 5.1 - Influent composition and model parameters (referenced to 20°C).....	66
Table 5.2 - Model cases.....	68
Table 5.3 - Degradation kinetics for systems operated at a long SRT	75
Table 5.4 - Average influent parameters and bioreactor operating conditions	76
Table 6.1 - Characteristics of the pilot scale MBR system, MBR feed, fresh and digested sludges	85
Table 6.2 - Solubilization yield observed in the literature (g COD/g O ₃).....	91

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 - Fractionnement détaillé de la DCO totale d'eaux usées.....	9
Figure 2.2 – Exemple d'un respirogramme d'un essai à S_0/X_0 élevé avec des eaux usées.....	13
Figure 2.3 – Croissance exponentielle a) avant et b) après linéarisation.	14
Figure 2.4 - Exemple de respirogramme pour la détermination de X_H dans la boues activées (adapté de Wentzel et al., 1998).....	15
Figure 2.5 - Concept de mort-régénération (tiré de Ramdani, 2011).....	19
Figure 2.6 - Concept de respiration endogène (tiré de Ramdani, 2011)	19
Figure 2.7 - Devenir d'une unité de biomasse active après une journée avec les concepts de a) respiration endogène et de b) mort-régénération pour des valeurs de b_H de 0,24 et 0,62 d^{-1} et des valeurs de f de 0,20 et 0,08 g DCO/g DCO, respectivement (adapté de Ekama, 2011). .	20
Figure 2.8 – Accumulation de boues lors d'un essai à rétention complète (tiré de Pollice et al., 2007).....	23
Figure 2.9 - Processus de dégradation de la matière organique complexe en biogas.	27
Figure 2.10 - Schéma illustrant les 2 voies de réaction possibles de l'ozone dissous	30
Figure 2.11 - Influence du pH et de la présence de bicarbonates sur l'élimination de la DCO pour au taux d'ozonation de 0,72 g O_3 /g DCO _i /h (tiré de Beltrán et al., 1992).	30
Figure 2.12 – Points d'injection de l'ozone pour la réduction de la production de boues (adapté de Chu et al., 2009).	31
Figure 2.13 – Schéma du procédé Cannibal [®] (adapté de Johnson et al., 2007).....	34
Figure 2.14 – Nombre d'installations de procédé Cannibal [®] selon le débit traité (adapté de Sandino et Whitlock, 2010).....	35

Figure 4.1 - Measured (symbols and thinner lines) and simulated (thicker lines) COD, active heterotrophic biomass (X_H ; Eq. 4.3) and suspended solids (TSS and VSS) accumulation during growth (A, C and E) and famine (B, D and F) periods for the ME (left hand side) and GM (right hand side) datasets for $f_{XU,Inf}=0.16$	52
Figure 4.2 - Measured and simulated sludge COD, solids and active biomass concentrations with the a) ME and b) GM parameter sets.	54
Figure 4.3 - Root mean squared error for the a) ME and b) GM parameter sets for COD (bold line), probe TSS (line), TSS (long dashes) and X_H (small dashes) with corresponding minima (arrows).	55
Figure 4.4 - Measured (dots) and simulated (lines) nitrogen and phosphorus accumulation in particulate sludge components during growth periods (A, C and E), and release in solution during famine periods (B, D and F).	56
Figure 5.1 - Schematic of the Cannibal [®] process.	64
Figure 5.2 - Aerial view of the Morongo Cannibal [®] WRRF: 1-headworks, 2-main building, 3-main bioreactors (SBRs), 4-SSIB, 5-SSM, 6-effluent infiltration basins, 7-drying beds (picture from Morongo WRRF).	69
Figure 5.3 - Effect of SRT on volatile solids sludge fractionation for a typical raw wastewater and model parameters (Table 5.1).	72
Figure 5.4 - Effect of the sludge retention time on the activated sludge production.	73
Figure 5.5 - Solids inventory and overall mass balance for the Morongo Cannibal [®] WRRF.	79
Figure 6.1 - Biodegradability and solubilization of endogenous residue.	87
Figure 6.2 - Effect of ozone on the relative viability (\diamond) and activity (\square) and on the solubilization of fresh sludge.	89

Figure 7.1 – Schéma intégrateur de la réduction de la production de boues pour le projet FPB en BRM.....	94
Figure 7.2 – Mécanismes de la réduction de la production de boues dans le procédé Cannibal®. Notes : FAI : fermenteur à aération intermittente; pas à l'échelle.	97
Figure 7.3 – Mécanismes de l'ozonation des boues activées.....	99
Figure A1 – Avantages et inconvénients des principaux protocoles de calibration (tiré de Sin et al., 2005).....	125
Figure A2 – Étapes d'une étude de modélisation (tiré de Rieger et al., 2012).	126
Figure A3 – Schéma du principe de fonctionnement du respiromètre CES.	127
Figure A4 – Schéma du montage de respirométrie par aération intermittente.....	128
Figure A5 – Étapes pour la détermination de la DCO colloïdale.....	130
Figure A6 – Schéma représentant la respiration aérobie des hétérotrophes (tiré de Spanjers et al., 1998).....	134

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

AGV	Acides gras volatils
ASM	<i>Activated sludge model</i>
b_H	<i>Endogenous respiration rate of the heterotrophic biomass</i>
b_N	Taux de respiration endogène de la biomasse autotrophe
BOD	<i>5 day carbonaceous biochemical oxygen demand</i>
BRM	Bioréacteur à membranes
COD	<i>Chemical oxygen demand</i>
COD _i	<i>Initial COD concentration</i>
COD _{Inf}	<i>Influent total COD</i>
COD _{XE}	<i>X_E expressed as COD</i>
COD _{XH}	<i>X_H expressed as COD</i>
COD _{XU}	<i>X_{U,Inf} expressed as COD</i>
CRRE	Centre de récupération des ressources de l'eau
CRSNG	Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie
DCO	Demande chimique en oxygène
DCO _B	DCO biodégradable
DCO _i	Concentration de DCO initiale
f	<i>Endogenous residue fraction</i>
FAI	Fermenteur à aération intermittente
f_{CV}	<i>COD/VSS ratio</i>
$f_{CV,XB}$	<i>COD/VSS ratio of X_B</i>
$f_{CV,XH}$	<i>COD/VSS ratio of X_H</i>
$f_{CV,XU}$	<i>COD/VSS ratio of X_U</i>
F/M	<i>Food to microorganisms ratio</i>
f_{SU}	<i>Influent unbiodegradable organic soluble (S_{U,Inf}) COD fraction</i>
$f_{VT,XH}$	Fraction volatile de X _H (g MVES/g MES)
$f_{VT,XE}$	Fraction volatile de X _E (g MVES/g MES)
$f_{VT,XN}$	Fraction volatile de X _N (g MVES/g MES)
$f_{X,Inf}$	<i>Influent total particulate (X) COD fraction</i>

$f_{XB,Inf}$	<i>Influent biodegradable particulate (X_B) COD fraction</i>
$f_{XH,Inf}$	<i>Influent active biomass (X_H) COD fraction</i>
f_{XU}	<i>Influent unbiodegradable organic particulate ($X_{U,Inf}$) COD fraction</i>
GM	<i>General activated sludge digestion model (General ASDM) model</i>
HAc	Acide acétique
HPr	Acide propionique
ISS	<i>Inorganic suspended solids</i>
i_N	<i>Nitrogen content of a component</i>
$i_{N,XH}$	<i>Nitrogen content in X_H</i>
$i_{N,XE}$	<i>Nitrogen content in X_E</i>
$i_{N,XU}$	<i>Nitrogen content in $X_{U,Inf}$</i>
i_P	<i>Phosphorus content of a component</i>
$i_{P,XH}$	<i>Phosphorus content in X_H</i>
$i_{P,XE}$	<i>Phosphorus content in X_E</i>
$i_{P,XU}$	<i>Phosphorus content in $X_{U,Inf}$</i>
MBR	<i>Membrane bioreactor</i>
ME	<i>Metcalf and Eddy activated sludge model</i>
MES	Matières en suspension
MIES	Matières inorganiques en suspension
MLSS	<i>Mixed liquor TSS</i>
MLVSS	<i>Mixed liquor VSS</i>
MVES	Matières volatiles en suspension
NH ₄	<i>Ammonia</i>
NO ₃	<i>Nitrates et Concentration d'azote ammoniacal de l'affluent nitrifié</i>
η_{O_3}	<i>Efficacité de solubilisation de la DCO par l'ozone</i>
$\eta_{O_3,XH}$	<i>Efficacité de solubilisation de X_H par l'ozone</i>
$\eta_{O_3,XU}$	<i>Efficacité de solubilisation de $X_{U,Inf}$ et X_E par l'ozone</i>
NSERC	<i>Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada</i>
OUR	<i>Oxygen uptake rate</i>
o-PO ₄	<i>Orthophosphate</i>
$P_{X,MES}$	<i>Production journalière de boues (g MES/d)</i>

$P_{X,MVES}$	Production journalière de boues (g MVES/d)
Q	Débit d'affluent (m ³ /d)
RAS	<i>Return activated sludge</i>
R&D Coop	Programme de subventions de recherche et développement coopérative
RMSE	<i>Root mean square error</i>
RPB	Réduction de la production de boues
S_B	<i>Biodegradable soluble COD</i>
SBR	<i>Sequencing batch reactor</i>
SSIB	<i>Side stream interchange bioreactor</i>
SSM	<i>Solids separation module</i>
SRT	<i>Sludge retention time</i>
S_U	DCO soluble non biodégradable
$S_{U,Inf}$	<i>Influent unbiodegradable soluble COD</i>
TKN	<i>Total Kjeldahl nitrogen</i>
TP	<i>Total phosphorus</i>
TRB	Temps de rétention des boues
TSS	<i>Total suspended solids</i>
TUO	Taux d'utilisation de l'oxygène
VSS	<i>Volatile suspended solids</i>
WRRF	<i>Water resource recovery facility</i>
X_B	<i>Biodegradable particulate COD</i>
X_{COD}	<i>Particulate COD</i>
X_E	<i>Endogenous residue from biomass decay</i>
X_H	<i>Active heterotrophic biomass</i>
$X_{H,Inf}$	<i>Active heterotrophic biomass in the influent</i>
X_{Ig}	Matière inorganique en suspension
$X_{Ig,Inf}$	Matière inorganique en suspension de l'affluent
X_N	<i>Active nitrifying (autotrophic) biomass</i>
X_U	<i>Influent unbiodegradable organic particulate COD accumulated in the sludge</i>
$X_{U,Inf}$	<i>Influent unbiodegradable organic particulate COD</i>
Y_H	<i>Heterotrophic biomass true yield</i>

Y_N

Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 - Protocoles de modélisation.....	125
Annexe 2 - Étapes d'une étude de modélisation.....	126
Annexe 3 – Protocole de respirométrie à S_0/X_0 élevé.....	127
Annexe 4 – Flocculation et filtration de boues et d'eaux usées.....	129
Annexe 5 – Correction aux bilans de masse de Barker et Dold (1995).....	132
Annexe 6 – Protocole d'essais d'ozonation de boues activées.....	135

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Ce chapitre débute par une mise en contexte de cette thèse qui porte sur la réduction de la production de boues activées. Les objectifs de recherche ainsi que les hypothèses scientifiques originales de recherche sont ensuite présentés.

1.1 Mise en contexte

Les stations d'épuration des eaux usées (STEP) sont mieux décrites sous l'appellation centres de récupération des ressources des eaux, CRRE (*water resource recovery facility, WRRF*), tel que proposé et encouragé par la *Water Environment Federation* (WE&T, 2013) et l'*International Water Association*. Les ressources récupérées incluent une eau épurée de meilleure qualité, de la matière organique et des nutriments, pouvant emprunter diverses voies de valorisation tels la méthanisation, le bioraffinage, le compostage et l'amendement des sols. Cette appellation est en accord avec le principe des 3RV-E pour la hiérarchie des modes de gestion des matières résiduelles (réduction à la source, réemploi, recyclage, valorisation et élimination) de la Politique québécoise de gestion des matières résiduelles (MDDEFP, 2013).

1.1.1 Production de boues

Les CRRE génèrent des quantités importantes de boues en excès. À titre d'exemple, la production de boues d'épuration est estimée à environ de 0,5, 3,0 et 6,5 millions de tonnes de matières sèches par an au Canada, en Chine et aux États-Unis, respectivement (LeBlanc et al., 2008). Ces chiffres illustrent bien que le niveau de vie et l'accès à des infrastructures d'assainissement centralisées influence de façon importante les masses de boues d'épuration produites per capita. Les volumes de boues des CRRE sont le plus souvent réduits dans une chaîne de traitement des boues avant valorisation ou élimination. Le traitement et la disposition des boues occasionnent des coûts d'exploitation et des impacts environnementaux importants. Le traitement et la disposition des boues comptent pour jusqu'à plus de 60% du coût total de traitement des eaux usées des CRRE (Tableau 1.1). Bien que ces boues puissent être valorisées, la réduction de leur production demeure souhaitable dans plusieurs cas. La réduction de la production de boues (RPB) permet de réduire la taille des équipements requis pour le traitement des boues et les coûts de traitement et de disposition des boues. La gestion des boues est de plus

en plus contraignante, principalement dû au resserrement de la réglementation et à l'augmentation des coûts de disposition. Un exemple d'actualité au Québec est l'objectif de bannir l'enfouissement de la matière organique putrescible d'ici 2020 et d'en recycler au moins 60% d'ici 2015, alors que l'enfouissement et l'incinération des boues d'épuration sont actuellement les principales voies de disposition (MDDEFP, 2013).

Tableau 1.1 – Proportion du coût total de traitement des eaux usées attribuable au traitement et à la disposition des boues (tiré de LeBlanc et al., 2008)

Country or City	Estimated percentage of total wastewater treatment costs attributable to wastewater sludge treatment and management
Austria	45%
Bulgaria	20%
Canada: Greater Moncton	50%
Canada: Ontario	50%
Canada: Montréal, Québec	45% (operations & maintenance only)
Canada: British Columbia	30%
Canada: Alberta	18%
Czech Republic	57% (operations & maintenance only)
China	40%
Columbia	3%
England	18%
Japan: Tokyo	36%
Norway	50% (20% estimated in 1996 Atlas)
Russian Federation	24%
Slovakia	40%
Turkey	45%
USA: Milwaukee, WI	57% (operations & maintenance only)

Les deux principales sources de boues dans les CRRE sont le traitement primaire et le traitement secondaire ou biologique. Plusieurs CRRE de petite et moyenne taille n'étant pas munies de décanteur primaire, leurs eaux usées sont envoyées directement au traitement secondaire. Le procédé de boues activées est le traitement secondaire le plus répandu. Il s'agit d'un procédé à biomasse en suspension dans lequel le temps de rétention hydraulique et le temps de rétention des boues (TRB ou âge des boues) sont découplés par une séparation solide-liquide dans un décanteur secondaire ou, parfois, dans un bioréacteur à membrane. On le retrouve sous de multiples configurations selon les objectifs de traitement. Une portion des boues secondaires est recirculée dans les bioréacteurs afin de maintenir le TRB souhaité et les boues en excès sont

purgées du système. On appelle *liqueur mixte* le mélange des boues recirculées et des eaux à traiter qui se trouve dans les bioréacteurs. Les boues purgées sont dirigées vers une chaîne de traitement et disposition des boues afin de maintenir le TRB souhaité, une variable de contrôle importante du procédé affectant, notamment, la composition des boues. Une quantité importante de boues est ainsi générée au traitement secondaire. La masse quotidienne de boues secondaires produites est d'environ 0,10 kg de matières sèches par personne et varie selon le procédé utilisé et son mode d'opération (Metcalf et Eddy, 2003).

Les boues secondaires produites par les procédés de boues activées sont principalement composées de 3 composantes organiques et d'une composante inorganique : la matière organique particulaire non biodégradable provenant de l'affluent ($X_{U,Inf}$), la biomasse active (X_H), le résidu provenant de la respiration endogène de cette biomasse (résidu endogène, X_E) et la matière inorganique en suspension de l'affluent ($X_{Ig,Inf}$). Le $X_{U,Inf}$, le X_E et le $X_{Ig,Inf}$ s'accumulent dans la liqueur mixte puisque ces composantes sont considérées comme non biodégradables, et leur masse dans le procédé est croissante avec l'augmentation du TRB. La proportion de X_H dans la liqueur mixte diminue quant à elle avec le TRB, compte tenu de l'augmentation de la respiration endogène par rapport à la croissance cellulaire.

1.1.2 Procédés de réduction de la production de boues

Plusieurs procédés de RPB ont été étudiés au cours des dernières années. Ils sont implantés soit sur la chaîne de traitement de l'eau, sur la chaîne de traitement des boues ou à l'étape de disposition finales des boues, ce qui influence la composition et la concentration des boues à traiter. Les différents procédés de RPB peuvent être classés dans les catégories suivantes : les procédés chimiques, physiques et biologiques. Certains procédés de RPB combinent parfois plusieurs de ces catégories afin de combiner des processus complémentaires permettant ainsi d'agir sur plusieurs composantes des boues ou d'améliorer l'efficacité de réduction de la composante ciblée. Les principaux mécanismes d'action des procédés de RPB sont l'altération du métabolisme, la solubilisation, la minéralisation et l'augmentation de la biodégradabilité des composantes de la boue.

Les procédés de RPB sont encore peu employés dans la pratique. Ceci est attribuable à la complexité, au manque de robustesse et aux coûts élevés qui sont associés à plusieurs de ces technologies. Certaines technologies deviennent cependant viables avec les resserrements de la réglementation et l'augmentation des coûts de traitement et de disposition des boues. La taille critique des CRRE nécessaire pour justifier l'usage de certaines technologies en est aussi réduite, comme c'est le cas, par exemple, pour la digestion anaérobie (DA), le procédé de RPB le plus répandu. Les nombreux CRRE de taille inférieure à cette taille critique doivent cependant considérer d'autres technologies de RPB nécessitant des infrastructures et une complexité moindres.

1.1.3 Lacunes en matière de recherche

Plusieurs lacunes au niveau de la connaissance et de la compréhension des procédés de RPB demeurent. C'est le cas notamment des procédés Cannibal[®], opérés à des TRB très élevés, et d'ozonation des boues, qui seront abordés dans cette thèse.

L'opération de procédés de boues activées à des TRB plus élevés que les valeurs typiques permet de réduire la production de boues. Ce mode d'opération est rendu possible notamment par les bioréacteurs à membranes (BRM), où le décanteur secondaire est remplacé par une membrane de microfiltration, ce qui permet de s'affranchir des propriétés de décantation des boues afin de les maintenir dans le système. Les TRB est typiquement de 5 à 20 jours dans les procédés de boues activées conventionnels alors qu'il atteint des valeurs beaucoup plus élevées dans certains procédés de RPB. Ces conditions d'opération requièrent de réévaluer certains paramètres de conception associés à la production de boues, comme c'est le cas pour ceux en lien avec l'accumulation des matières particulaires organiques non biodégradables (Henze et al., 2000, Spérandio et al., 2013). Le procédé Cannibal[®], commercialisé depuis environ 15 ans par Siemens[®], a aussi été rapporté pour être opéré à des TRB très élevés et pour utiliser des systèmes d'enlèvement physique des matières organiques et inorganiques non biodégradables (Johnson et al., 2008). Les mécanismes de RPB de ce procédé demeurent toutefois méconnus (Sandino et Whitlock, 2010). Une meilleure connaissance des procédés à TRB très élevés permettrait d'identifier les conditions favorables à l'implantation (niche) de ces procédés.

L'ozonation des boues est une technologie prometteuse pour la RPB. Plusieurs lacunes en matière de recherche demeurent afin de bien comprendre les mécanismes et modes d'action de ce procédé (Chu et al., 2009). L'ozone, lorsqu'appliqué à fortes doses, permet de réduire considérablement la production de boues, et même de complètement la minéraliser, mais à un coût prohibitif (Déléris, 2001). À faible dose, l'ozone réduit la taille moléculaire et solubilise la matière organique particulaire, sans toutefois la minéraliser. L'effet de la composition et de la concentration des boues activées sur l'efficacité de solubilisation par l'ozone, et la biodégradabilité des différentes composantes des boues à la suite de l'ozonation, demeurent méconnus et peu documentés (Déléris, 2001). Une meilleure connaissance des mécanismes de l'ozonation des matières particulaires contenues dans les boues activées ($X_{U,Inf}$, X_H et X_E) permettrait de combler ces lacunes de recherche et d'améliorer l'application de ce procédé de RPB.

Les travaux constituant cette thèse ont été réalisés dans le cadre du projet intitulé *Faible production de boues en bioréacteur à membranes* (FPB en BRM), issu d'une *Subvention de recherche et développement coopérative* (R&D Coop) du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie (CRSNG), en collaboration avec les partenaires EnviroSim Associates Ltd, John Meunier Inc., Veolia Water et la Ville de Saint-Hyacinthe.

1.2 Objectifs

L'objectif général de cette thèse était de déterminer les mécanismes de réduction de la production de boues activées dans les procédés opérés à des TRB très élevés et d'ozonation des boues.

Les objectifs spécifiques (OS) résultants de cet objectif général et qui sont abordés dans cette thèse étaient de :

- (OS1) Caractériser un système de boues activées opéré dans des conditions très dynamiques d'alimentation et de TRB en opérant un bioréacteur à membrane alimenté par des eaux usées réelles avec des périodes de croissance alternées de périodes de famine et sous des conditions de rétention complète des boues.
- (OS2) Déterminer les paramètres stoechiométriques et cinétiques liés à la production de boues, soit le rendement cellulaire (Y_H), le taux de respiration endogène (b_H) et la fraction

de résidu endogène (f) et déterminer la composition en nutriments des composantes des boues activées par calibration de la production de boues dans un système opéré dans des conditions très dynamiques d'alimentation et de TRB.

- (OS3) Déterminer les mécanismes de réduction de la production de boues et les cinétiques de dégradation de $X_{U,Inf}$ et X_E d'une installation à pleine échelle opérée à un TRB très élevé et munie de procédés de séparation physiques des matières particulaires.
- (OS4) Déterminer l'effet de l'ozone, appliqué à différentes doses à des boues activées de composition et concentrations en $X_{U,Inf}$, X_H et X_E variables, sur la solubilisation, la dégradabilité, la viabilité et l'activité des boues.

Ce projet de doctorat sur la réduction de la production de boues a été réalisé dans le cadre d'un projet de recherche CRSNG R&D Coop intitulé *Faible production de boues en bioréacteur à membranes* (FPB en BRM). L'intégration des OS énoncés ci-haut au projet FPB en BRM est détaillée à la section 7.1 du présent document.

1.3 Hypothèses scientifiques originales de recherche

L'originalité scientifique des travaux constituant cette thèse a été de déterminer les paramètres stœchiométriques et cinétiques en lien avec la production de boues sur une plage de TRB allant de faible à très élevé avec des eaux usées réelles et de déterminer l'effet de l'ozone sur les différentes composantes des boues activées (X_H et X_E).

Les hypothèses scientifiques originales formulées pour ce projet étaient les suivantes :

1. Un jeu de paramètres unique permet de prédire la production de boues indépendamment du TRB.

Des essais de rétention complète des boues ont été réalisés à l'aide d'un bioréacteur à membrane de taille démonstration alimenté par des eaux usées municipales réelles en alternance avec des conditions de famine (sans alimentation) afin de tester cette hypothèse. L'hypothèse serait réfutée si un seul et même jeu de paramètres ne permettait pas de prédire de façon satisfaisante la production de boues observée pour l'ensemble des conditions très dynamiques d'opération et de TRB.

2. La dégradation lente de la matière organique particulaire de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et du résidu endogène (X_E), tous deux considérés non biodégradables, est observable à des TRB très élevés.

Un procédé à pleine échelle opéré à un TRB très élevé a été caractérisé afin de produire un bilan de masse permettant d'évaluer la production de boues pour tester cette hypothèse. L'hypothèse serait réfutée si la production de boues observée pouvait être prédite sans considérer la dégradation de $X_{U,Inf}$ et X_E .

3. L'ozone solubilise de façon préférentielle la biomasse active X_H dans les boues activées.

Des essais de solubilisation par l'ozone ont été réalisés en cuvée sur des boues contenant différentes proportions de X_H et X_E afin de tester cette hypothèse. Cette dernière serait réfutée si la solubilisation par l'ozone n'était pas supérieure dans les boues contenant davantage de X_H .

4. L'ozone provoque la lyse cellulaire plutôt que l'augmentation des besoins de maintenance et l'inactivation de la biomasse active.

Des mesures d'activité et de viabilité de la biomasse ont été réalisées sur des boues ozonées en cuvée afin de tester cette hypothèse. Cette hypothèse serait réfutée si la viabilité de la biomasse diminuait de façon moins importante que l'activité suite à l'exposition à l'ozone.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une revue de la littérature pertinente au contexte de cette thèse. La première section porte sur le fractionnement des eaux usées et présente différents protocoles de modélisation et méthodes respirométriques de caractérisation des eaux usées. La deuxième section porte sur la production de boues et sa modélisation. La dernière section présente les différents procédés de réduction de la production de boues, avec une emphase particulière portée sur la digestion anaérobie, le procédé de réduction de la production de boues le plus répandu, ainsi qu'aux procédés faisant appel à des temps de rétention des boues très élevés et à l'ozonation des boues.

2.1 Fractionnement de la matière organique

Un fractionnement détaillé des matières organiques particulaires (X), colloïdales (C) et solubles (S) est présenté à la Figure 2.1. Ce fractionnement permet de bien définir les intrants au procédé de traitement et constitue une étape importante pour la conception et la modélisation des procédés (Rieger et al., 2012). Le fractionnement des eaux usées et des boues aux différentes étapes des traitements biologiques permet de réaliser des simulations dont les paramètres d'entrée (*model inputs*) reposent sur des bases validées et de mieux évaluer la qualité du modèle aux différentes étapes de la chaîne de procédé. Le niveau de fractionnement requis est fonction des objectifs du projet.

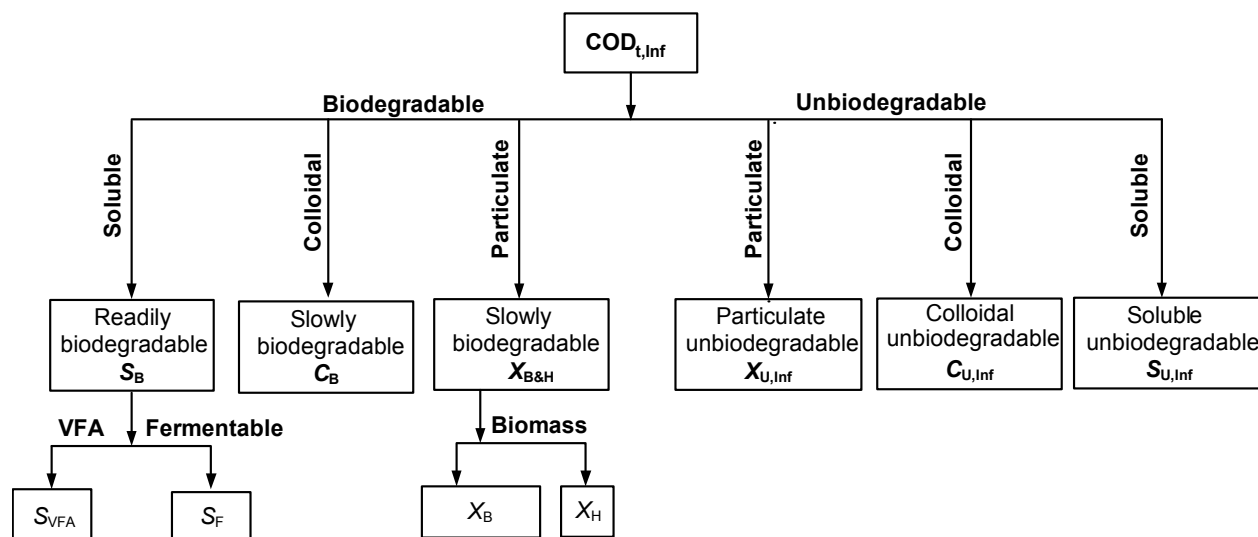


Figure 2.1 - Fractionnement détaillé de la DCO totale d'eaux usées.

La fraction de matière organique particulaire non biodégradable provenant de l'affluent ($f_{X_{U,Inf}}$) est un paramètre sensible pour l'évaluation de la production de boues. Cette fraction peut être obtenue indirectement par calibration d'un modèle pour la production de boues ou déduite des mesures des autres fractions qui composent l'affluent. Il s'agit dans le premier cas de calibrer le modèle pour la production de boues en faisant varier $f_{X_{U,Inf}}$. Cette approche n'est cependant pas possible dans le cas de conception de nouvelles installations ou d'étude de traitabilité. Dans le deuxième cas, l'évaluation de $f_{X_{U,Inf}}$ fait appel à des méthodes respirométriques pour mesurer les autres fractions (Wentzel et al., 1999).

Divers protocoles de modélisation abordent le degré de fractionnement requis selon les objectifs d'un projet et proposent des méthodes expérimentales. Les sous-sections suivantes présentent les protocoles de modélisation et les méthodes respirométriques pertinents à cette thèse.

2.1.1 Protocoles de modélisation

Les protocoles de modélisation des procédés de boues activées proposent des approches de modélisation et des méthodes de caractérisation et de fractionnement des eaux usées en fonction d'objectifs donnés. Les principaux protocoles sont ceux de BIOMATH, STOWA, HSG et WERF (Hulsbeek et al., 2002; Melcer et al., 2003; Vanrolleghem et al., 2003; Langergraber et al., 2004). Les forces, faiblesses, opportunités et risques de chacun de ces protocoles ont été présentés par

Sin et al. (2005) et sont résumées à l'Annexe 1. Le protocole de WERF est le plus couramment utilisé en pratique en Amérique du Nord.

Les étapes à suivre lors d'une étude de modélisation d'un procédé de boues activées, selon le niveau de complexité de l'étude et le degré de confiance requis dans le modèle, ont été présentées par Rieger et al. (2012) et sont résumées à l'Annexe 2. Les modèles sont employés le plus souvent pour, en ordre décroissant, l'optimisation du fonctionnement, la modification pour une mise à niveau et le dimensionnement d'installations existantes (Hauduc et al., 2009). Le niveau de détail de fractionnement requis dépend principalement de la complexité des objectifs de modélisation et des ressources disponibles. Les méthodes de fractionnement sont toujours en évolution avec l'avènement de nouvelles méthodes d'analyse, de nouveaux procédés de traitement qui requièrent un fractionnement plus spécifique et de normes de traitement de plus en plus strictes augmentant la précision requise des modèles (Choubert et al., 2013).

Les méthodes expérimentales de fractionnement varient parfois d'un protocole à l'autre. Pour l'évaluation de la DCO biodégradable (DCO_B), par exemple, le protocole STOWA (Hulsbeek et al., 2002) repose sur la mesure de la demande biochimique en oxygène (DBO) après 1, 2, 3, 4, 5, 7 et 10 jours, alors que le protocole de WERF (Melcer et al., 2003) propose un fractionnement plus détaillé basé sur des méthodes respirométriques permettant de distinguer la DCO biodégradable particulaire, X_B , colloïdale, C_B , et soluble, S_B . La première méthode de fractionnement, plus simple et plus robuste, est donc mieux adaptée aux situations où les résultats de simulation sont peu sensibles au fractionnement de la DCO_B en composantes supplémentaires (p. ex.: X_B , C_B et S_B). Le fractionnement de la DCO_B est souvent peu sensible pour l'évaluation de la production de boues alors qu'il revêt d'une grande importance pour les études portant sur la pré-dénitrification et la déphosphatation biologique.

Le niveau de caractérisation requis pour la prédiction de la production de boues est relativement simple. Un fractionnement plus détaillé permet cependant d'augmenter le niveau de confiance dans la calibration du modèle, en permettant notamment la calibration de plusieurs paramètres supplémentaires. La section suivante présente différentes méthodes respirométriques de fractionnement des eaux usées et des boues proposées dans les protocoles de modélisation et pertinentes à cette thèse.

2.1.2 Respirométrie

La respirométrie est une méthode de mesure indirecte de l'activité biologique basée sur la mesure du taux d'utilisation de l'oxygène (TUO). Plusieurs méthodes de fractionnement des eaux usées et des boues ont recours à la respirométrie, parfois en combinaison avec d'autres méthodes physico-chimiques, moléculaires, ou autre. La mesure de l'activité biologique peut aussi être réalisée par une multitude d'autres méthodes, dont celles faisant appel à des sels de tétrazolium, à la fluorescéine diacétate ou à des analyses moléculaires (Frølund et al., 1995; Nielsen et al., 1999; Bensaid et al., 2000; Andreottola et al., 2002a, 2002b; Hao et al., 2009). Les différents types de respiromètres sont présentés par Spanjers et al. (1998) et Petersen (2000). Des divergences ont été observées entre les fractionnements obtenus par des méthodes physico-chimiques et respirométriques, les fractions obtenues par respirométrie étant souvent inférieures à celles obtenues par des méthodes physico-chimiques (Gatti et al., 2010; Fall et al., 2011). Les méthodes employées doivent donc être bien documentées afin de permettre une comparaison entre diverses études. Certaines difficultés propres au fractionnement de la matière organique par des mesures du TUO sont présentées par Orhon et al. (2007).

La détermination de la concentration initiale de biomasse active dans les eaux usées ($X_{H,Inf}$) peut être obtenue par un essai de croissance exponentielle en conditions aérobie (Wentzel et al., 1995). D'autres méthodes respirométriques sont proposées pour la mesure de la biomasse active (X_H) dans les boues activées (Kappeler et Gujer, 1992; Ubisi et al., 1997; Wentzel et al., 1998; Cronje et al., 2002; Ismail et al., 2007).

2.1.2.1 Mesure de la biomasse dans les eaux usées

La fraction de biomasse hétérotrophe active de l'affluent ($f_{X_{H,Inf}}$) est typiquement de l'ordre de 10%, mais varie d'environ 7 à 25% de la DCO totale (Melcer et al., 2003). Cette composante est habituellement peu sensible pour évaluer la production de boues, mais sa mesure peut s'avérer sensible dans le cas où le procédé est opéré près des conditions de lessivage (p. ex. : à très faible TRB) ou dans tout autre cas où la concentration en biomasse active des boues activées peut atteindre une très faible concentration. C'est le cas, notamment, suite à une longue période de respiration endogène (conditions de famine).

La méthode respirométrique de mesure de $X_{H,Inf}$ développée par Wentzel et al. (1995) et proposée dans le protocole de WERF (Melcer et al., 2003) repose sur l'obtention d'une courbe d'allure exponentielle du TUO, associée à la croissance de la biomasse initialement présente dans l'échantillon ($X_{H,Inf}$, Équation 2.1). Cet essai est réalisé avec des eaux usées qui contiennent une faible proportion de biomasse active et beaucoup de matières organiques biodégradables, ce qui entraîne un rapport initial de substrat sur biomasse (S_0/X_0) élevé. Un protocole pour des essais à rapport S_0/X_0 élevé est présenté à l'Annexe 3. Un respirogramme représentant une courbe de croissance exponentielle au début de l'essai est illustré à la Figure 2.2, alors que le substrat soluble (S_B) est consommé. Quand S_B est complètement consommé, le TUO chute de façon abrupte. La concentration de biomasse active est ensuite obtenue par l'Équation 2.1 et une régression linéaire sur le logarithme du TUO ($\text{mg O}_2 \text{ L}^{-1} \text{ h}^{-1}$) en fonction du temps (h) sur la portion de croissance exponentielle (Figure 2.3; $\ln \text{ TUO} = M \cdot t + B$). Cet essai ne nécessite pas l'ajout de boues acclimatées à l'échantillon et peut donc être réalisé dans le cas de nouvelles installations. Aussi la nitrification est peu susceptible de contribuer à la consommation d'oxygène puisque la biomasse nitrifiante n'est pas typiquement présente dans les eaux usées.

$$X_{H,Inf} = \frac{e^{(B) \cdot 24}}{\frac{1-Y_H}{Y_H} \cdot (M \cdot 24 + b_H)} \quad (2.1)$$

où :

$X_{H,Inf}$: Concentration initiale de biomasse active dans l'échantillon d'affluent (mg DCO/L)

B : Ordonnée à l'origine de la régression linéaire sur le logarithme du TUO

Y_H : Rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe (g DCO/g DCO)

M : Pente de la régression linéaire sur le logarithme du TUO

b_H : Taux de respiration endogène de la biomasse hétérotrophe (g DCO · g DCO⁻¹ · d⁻¹)

Le rendement cellulaire (Y_H) est un paramètre sensible pour l'évaluation de $X_{H,Inf}$ à partir de l'équation 2.1 (Annexe 12 de Spérandio (1998)). Ce paramètre est cependant établi sur une plage

de valeurs assez restreinte pour les procédés de boues activées (Hauduc et al., 2011). Ces derniers sont le plus souvent opérés sous des conditions de faible concentration de substrat, contrairement aux conditions d'un essai à rapport S_0/X_0 élevé. L'impact du rapport S_0/X_0 sur le rendement cellulaire demeure incertain (Chudoba et al., 1992a; Strotmann et al., 1999; Petersen, 2000).

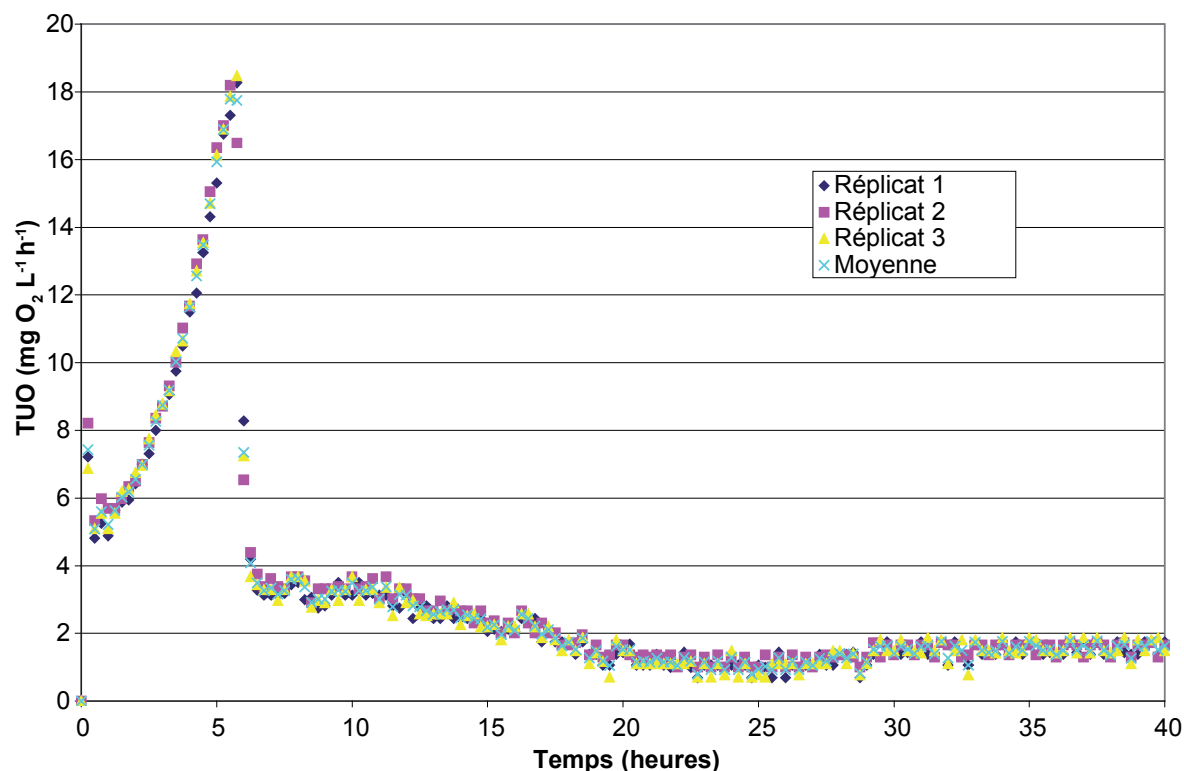


Figure 2.2 – Exemple d'un respirogramme d'un essai à S_0/X_0 élevé avec des eaux usées.

2.1.2.2 Mesure de la biomasse dans les boues activées

La concentration de biomasse active présente dans la liqueur mixte (X_H) est un paramètre important pour la modélisation des procédés d'épuration biologiques. Des méthodes en cuvée, et réalisées à des ratios S_0/X_0 élevés ou faibles sont proposées. Une revue de littérature sur les méthodes à S_0/X_0 élevé pour la détermination de X_H dans les boues activées est présentée dans cette section. Une méthode à S_0/X_0 faible est proposée par van Haandel et al. (1998).

Des méthodes respirométriques à S_0/X_0 élevé pour la quantification de la biomasse active dans la liqueur mixte sont proposées par Kappeler et Gujer (1992), Ubisi et al. (1997) et Wentzel et al. (1998). Ces méthodes reposent sur le même principe de mesure que celle proposée par Wentzel et

al. (1995) pour les eaux usées présentée à la section précédente, et consistent à diluer la liqueur mixte avec une eau contenant du substrat rapidement biodégradable (S_B) de façon à obtenir des conditions de croissance exponentielle (Figure 2.4). Ces méthodes ont ensuite été adaptées et intégrées dans la méthode proposée par Cronje et al. (2002). L'eau de dilution est typiquement l'affluent où sont prélevées les boues à analyser, avec ou sans prétraitement de floculation et filtration. Un protocole de floculation et filtration est présenté à l'Annexe 4. Un ratio S_0/X_0 de 4 g DCO/g MVES est recommandé pour cet essai (Kappeler et Gujer, 1992). Des ratios de 0,4 à 1,2 g DCO/g MVES étaient suffisants pour obtenir les allures de courbe souhaitées par Andreottola et al. (2002b), qui propose d'ajuster ce ratio à la hausse, au besoin, par l'ajout d'acétate de sodium. Ces méthodes respirométriques réalisées à des ratios S_0/X_0 élevés ont été comparées aux méthodes d'hybridation in situ, de cytométrie de flux et d'imagerie par microscopie à épifluorescence pour la quantification de la biomasse active des boues (Andreottola et al., 2002a, 2002b; Ismail et al., 2007).

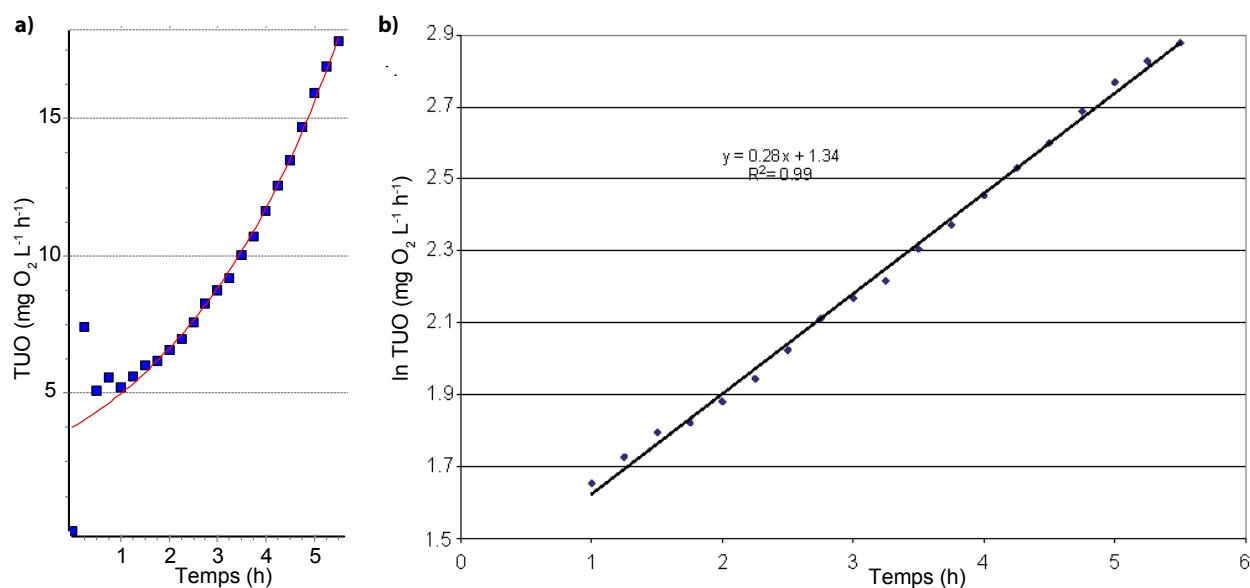


Figure 2.3 – Croissance exponentielle a) avant et b) après linéarisation.

Dans le cas où la dilution est effectuée avec des eaux usées flocculées et filtrées, un témoin ne contenant que cette eau de dilution permet de vérifier que la quantité de biomasse qu'elle contient est négligeable, ou d'apporter la correction nécessaire au besoin. Dans le cas où des eaux usées sans traitement préalable servent à la dilution, un témoin réalisé avec cette eau permet de corriger pour la biomasse contenue dans l'eau de dilution. Les respirogrammes obtenus dans le cas où les

eaux usées de dilution sont employées sans coagulation et filtration, et contiennent donc une quantité de biomasse non négligeable, sont illustrés à la Figure 2.4. La correction à apporter pour la biomasse contenue dans l'eau de dilution introduirait dans certains cas des difficultés d'interprétation dans la méthode présentée par Wentzel et al. (1998) selon Andreottola et al. (2002b), Cronje et al. (2002) et Lee et al. (2006). La méthode avec l'eau de dilution flocculée-filtrée serait donc à favoriser.

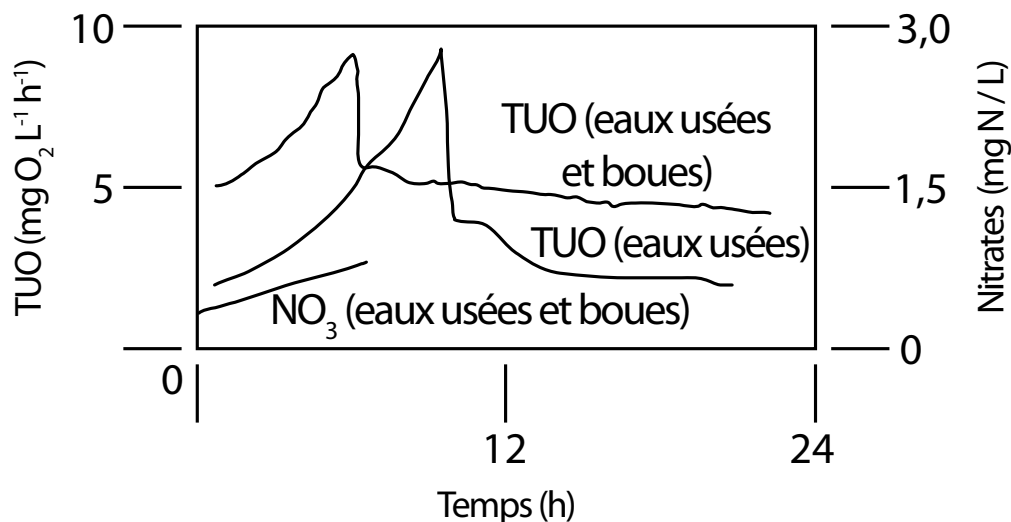


Figure 2.4 - Exemple de respirogramme pour la détermination de X_H dans la boues activées (adapté de Wentzel et al., 1998).

Le suivi des nitrates et des nitrites formés au cours de l'essai permet de corriger la consommation d'oxygène par la biomasse nitrifiante contenue dans les boues (Figure 2.4). Plusieurs inhibiteurs de nitrification, tel l'allyl-thiourea (ATU; 10 mg/L), peuvent alternativement être ajoutés à l'échantillon afin d'éviter cette correction. L'ATU peut cependant avoir un effet inhibiteur aussi sur la biomasse hétérotrophe, ce qui peut réduire le TUO (Benes et al., 2002; Melcer et al., 2003). L'ATU peut aussi être biodégradé si l'essai de respirométrie est d'une durée suffisamment longue, et ainsi permettre une recroissance ou une adaptation de la biomasse nitrifiante (Spanjers et Vanrolleghem, 1995).

2.2 Production de boues et modélisation

La production de boues (P_X) dans les procédés de boues activées est principalement attribuable à la croissance de biomasse hétérotrophe (X_H) et autotrophe nitrifiante (X_N) et à l'accumulation de

résidu endogène (X_E) et de matières particulaires organiques non biodégradables ($X_{U,Inf}$) et inorganiques (X_{Ig}) de l'affluent. Les équations de production de boues sont présentées aux Équations 2.2 à 2.5 (Metcalf et Eddy, 2003). Ces équations sont basées sur des hypothèses de régime permanent et de dégradation complète de la DCO biodégradable (DCO_B).

$$P_{X,MVES} = A + B + C + D \quad (2.2)$$

où :

$P_{X,MVES}$: Production journalière de boues (g MVES/d)

A : Production journalière de biomasse hétérotrophe X_H (g MVES/d)

B : Production journalière résidu endogène X_E (g MVES/d)

C : Production journalière de biomasse autotrophe X_N (g MVES/d)

D : Accumulation journalière de MVES non biodégradables de l'affluent $X_{U,Inf}$ (g MVES/d)

En considérant la masse de DCO consommée, le TRB d'opération du procédé et les paramètres stœchiométriques et cinétiques de croissance et de respiration endogène, chacun des termes de l'équation 2.2 (A, B, C et D) peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$P_{X,MVES} = \frac{Q \cdot (DCO_B) \cdot Y_H}{1 + b_H \cdot TRB} + \frac{Q \cdot (DCO_B) \cdot Y_H}{1 + b_H \cdot TRB} \cdot (b_H \cdot f \cdot TRB) + \frac{Q \cdot (NO_3) \cdot Y_N}{1 + b_N \cdot TRB} + Q \cdot X_{U,Inf} \quad (2.3)$$

où :

Q: Débit d'affluent (m^3/d);

Y_H : Rendement cellulaire de la biomasse hétérotrophe (g MVES/g DCO)

DCO_B : DCO biodégradable (g DCO/ m^3)

b_H : Taux de respiration endogène de la biomasse hétérotrophe (g MVES · g MVES⁻¹ · d⁻¹)

f : Fraction de résidu endogène de la biomasse hétérotrophe (g MVES g MVES⁻¹)

Y_N : Rendement cellulaire de la biomasse autotrophe nitrifiante (g MVES/g DCO)

NO_3 : Concentration d'azote de l'affluent nitrifié en nitrates, mesuré à l'effluent (g NO_3 -N/m³)

b_N : Taux de respiration endogène de la biomasse autotrophe nitrifiante (g MVES·g MVES⁻¹·d⁻¹)

En considérant les matières inorganiques de l'affluent (MIES) et les sels associés à la biomasse, l'équation 2.2 devient la suivante, qui permet d'évaluer la production journalière de boues en MES :

$$P_{X,MES} = \frac{A}{f_{VT,XH}} + \frac{B}{f_{VT,XE}} + \frac{C}{f_{VT,XN}} + D + E \quad (2.4)$$

où :

$P_{X,MES}$: Production journalière de boues (g MES/d)

$f_{VT,X}$: Fraction volatile des composantes organiques X_H , X_E et X_N (g MVES/g MES)

E : Accumulation journalière de MIES de l'affluent $X_{Ig,Inf}$ (g MIES/d)

La production de boues s'écrit donc :

$$P_{X,MES} = \frac{Q \cdot Y_H \cdot (DCO_B)}{1 + b_H \cdot SRT} \cdot \frac{1}{f_{VT,XH}} + A \cdot (b_H \cdot f \cdot SRT) \cdot \frac{1}{f_{VT,XE}} + \frac{Q \cdot Y_N \cdot (NO_3)}{1 + b_N \cdot SRT} \cdot \frac{1}{f_{VT,XN}} + Q \cdot X_{U,Inf} + Q(X_{Ig,Inf}) \quad (2.5)$$

Des plages de paramètres stœchiométriques et cinétiques sont proposées pour les modèles de boues activées pour des conditions d'opération typiques (Hauduc et al., 2011). Lorsque les procédés sont opérés en dehors de ces conditions d'opération, certains paramètres du modèle doivent être réévalués (Henze et al., 2000). C'est le cas des procédés de RPB opérés à des TRB très élevés (au-delà de 50 jours), pour lesquelles certaines études indiquent qu'une dégradation lente des composés *non biodégradables* $X_{U,Inf}$ et X_E est observable (Ramdani et al., 2012a; Spérandio et al., 2013). Les modèles de boues activées *Activated Sludge Models* (ASM) et le

General Model sont décrits en détail dans Henze et al. (2000) et Barker et Dold (1997), respectivement.

Les calculs pour la modélisation en régime dynamique requièrent une certaine puissance de calcul. Ils sont donc réalisés à l'aide de simulateurs numériques dans lesquelles le modèle est implanté. Plusieurs simulateurs commerciaux sont maintenant employés comme outils d'aide à la conception et à l'opération des CRRE (Rieger et al., 2012).

Les prochaines sous-sections présentent des approches de modélisation et de bilan de masse en lien avec la production des boues.

2.2.1 Concepts de mort-régénération et de respiration endogène

Les concepts de mort-régénération et de respiration endogène intègrent la diminution de la concentration de X_H , la consommation d'oxygène et la formation de X_E associés aux processus de maintenance de la cellule (van Loosdrecht et Henze, 1999; Henze et al., 2000). Ces deux concepts sont illustrés à la Figure 2.5 et à la Figure 2.6, respectivement.

La plupart des modèles de boues activées emploient l'une ou l'autre de ces deux approches. Avec le concept cyclique de mort-régénération, une fraction endogène (f) de X_H se décompose en résidu endogène non biodégradable et une autre fraction ($1-f$) est convertie en DCO particulaire biodégradable (X_B), qui pourra ensuite être hydrolysée en DCO rapidement biodégradable (S_B), à son tour oxydé pour la croissance. Avec le concept de respiration endogène, la mortalité n'est plus cyclique et ne génère que du résidu endogène comme produit final. La cinétique de mortalité est donc beaucoup plus faible dans ce cas, mais la fraction endogène est augmentée puisqu'elle n'est générée qu'une seule fois et non de façon cyclique comme c'est le cas dans le concept de mort-régénération.

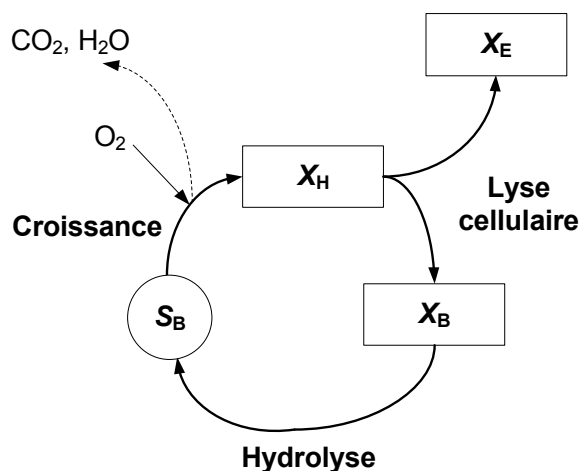


Figure 2.5 - Concept de mort-régénération (tiré de Ramdani, 2011)

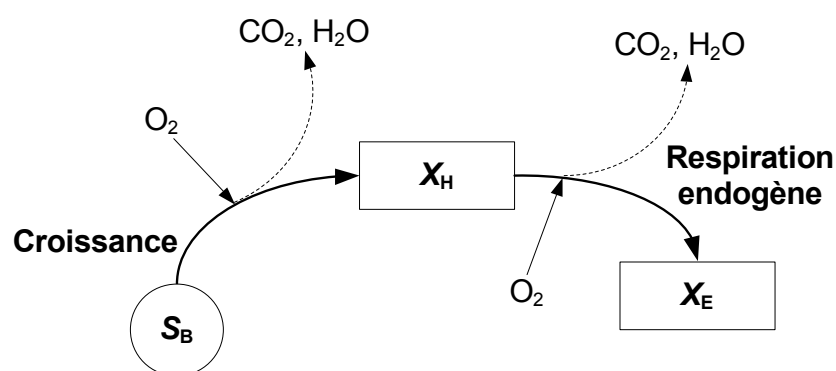


Figure 2.6 - Concept de respiration endogène (tiré de Ramdani, 2011)

Les équations pour convertir les paramètres stœchiométriques et cinétiques d'une approche à l'autre sont présentées par Henze et al. (1987) et Dold (2007). La production de X_H et X_E et la consommation en oxygène des deux approches est identique, tel qu'illustré à la Figure 2.7 sur la base d'un exemple dans lequel la biomasse active est exposée à des conditions aérobies et sans substrat pendant une période de 24 heures. Dans les rares cas où la DCO biodégradable n'est pas complètement utilisée, ces deux approches peuvent mener à des productions de boues différentes (Henze et al., 2008). Une légère différence au niveau des constantes de demi-saturation entre les deux approches est détaillée par Petersen (2000).

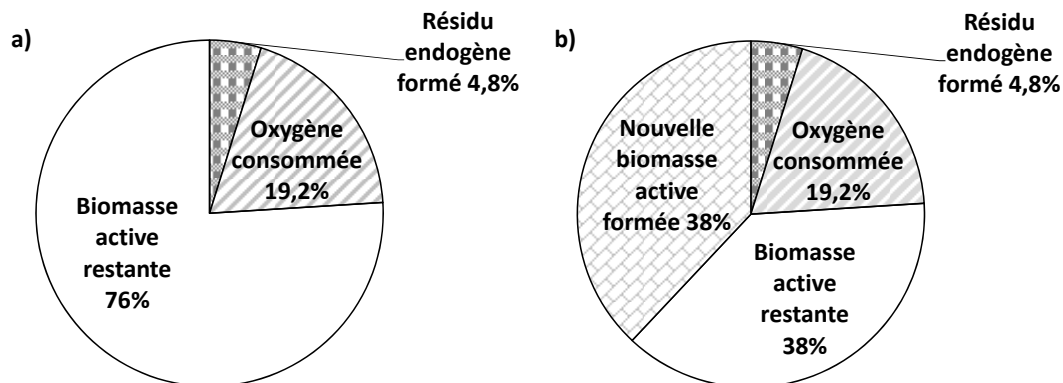


Figure 2.7 - Devenir d'une unité de biomasse active après une journée avec les concepts de a) respiration endogène et de b) mort-régénération pour des valeurs de b_H de 0,24 et 0,62 d^{-1} et des valeurs de f de 0,20 et 0,08 g DCO/g DCO, respectivement (adapté de Ekama, 2011).

2.2.2 Contribution des sels de synthèse à la production de boues

La biomasse active est composée principalement de matière organique, qui peut être représentée par la formule empirique $C_5H_7O_2N$ (Tableau 2.1). Environ 10% de la masse de la biomasse active est composée de sels de synthèse.

La teneur en sels de synthèse des différentes composantes organiques des boues activées est considérée dans plusieurs modèles. Cette teneur en sels s'exprime par le ratio des matières volatiles en suspension sur les matières en suspension (f_{VT}) pour une composante donnée (p. ex. : f_{VT, X_H} pour la biomasse active). Les fractions de sels associées aux composantes de la biomasse (X_H et X_E) sont typiquement considérées entre 8 et 15%, respectivement (Wentzel et al., 2002; Metcalf et Eddy, 2003; Ekama et Wentzel, 2004, BioWin 3.1). Certains modèles considèrent toutefois que ces sels proviennent essentiellement de sels intracellulaires qui précipiteraient lors de la combustion pour la mesure expérimentale des MIES. Ces modèles attribuent donc des sels à X_H seulement, et non à X_E (Ekama et Wentzel, 2004).

Tableau 2.1 - Composition chimique de la cellule (tiré de Rittmann et McCarty, 2001)

Composante	Proportion (%)
Eau	75
Matières sèches	25
Organique	90
C	45-55
O	22-28
H	5-7
N	8-13
Inorganique	10
P ₂ O ₅	50
K ₂ O	6,5
Na ₂ O	10
MgO	8,5
CaO	10
SO ₃	15

Les sels de synthèse s'ajoutent aux matières inorganiques en suspension de l'affluent ($X_{Ig,Aff}$) pour constituer l'ensemble des matières particulaires inorganiques mesurées dans les boues activées. Les $X_{Ig,Aff}$, considérées comme non réactives, s'accumulent dans les boues activées (Ekama et al., 2006; Ramdani et al., 2012a). Un affluent synthétique ne contenant aucune $X_{Ig,Aff}$ était employé dans les travaux de Ramdani et al. (2012a, 2012b). Les MIES mesurées sur les boues devaient donc être produites au sein du procédé puisque les boues activées générées dans ces conditions ne contenaient que de la biomasse active (X_H) et du résidu endogène (X_E). Les MIES de synthèse se retrouvaient principalement dans X_H sous forme de sels intracellulaires et associés à X_E sous forme d'exopolymères (Ramdani et al., 2012b). Ces travaux indiquent que des sels sont attribuable à la fois à X_H et X_E , et non seulement à X_H .

2.2.3 Rétention complète des boues

La rétention complète des boues consiste à accumuler la totalité des matières en suspension dans un bioréacteur, plutôt que de procéder à des purges de boues et ainsi maintenir un TRB ou une concentration de MES donné. La séparation des solides et du liquide est le plus souvent réalisée à l'aide de membranes, mais peut aussi être effectuée, pour des systèmes de petite taille, par centrifugation des boues puis rejet du surnageant. Les systèmes opérés sous rétention complète permettent d'atteindre des TRB plus élevés que dans les systèmes de boues activées conventionnels et ainsi réduire la production de boues. Les études portant sur la production de boues dans les systèmes de rétention complète ont été recensées par Spérandio et al. (2013).

Un plateau de concentration en MES était observée à des concentrations d'environ 15 et 24 g MES/L dans les systèmes à rétention complète de Liu et al. (2005) et de Pollice et al. (2007), alimentés avec des eaux usées synthétiques et réelles, respectivement. Ces plateaux étaient atteints après environ 200 jours de rétention, tel qu'illustré à la Figure 2.8. Sous ces conditions d'opération, correspondant à un rapport F/M d'environ $0,1 \text{ kg DCO kg MVES}^{-1} \text{ d}^{-1}$, la production de boue serait environ égale à réduction de boues par la respiration endogène, résultant en un plateau des matières particulaires organiques (Washington et Symons, 1962; Low et Chase, 1999b). L'atteinte d'un plateau pour les MIES (Figure 2.8) est toutefois en contradiction avec plusieurs études qui démontrent que les matières inorganiques de l'affluent $X_{\text{Ig,Aff}}$ et de synthèse s'accumulent dans les boues activées (Washington et Hetling, 1965; Dold, 2007; Ekama et al., 2006; Ramdani et al., 2012a).

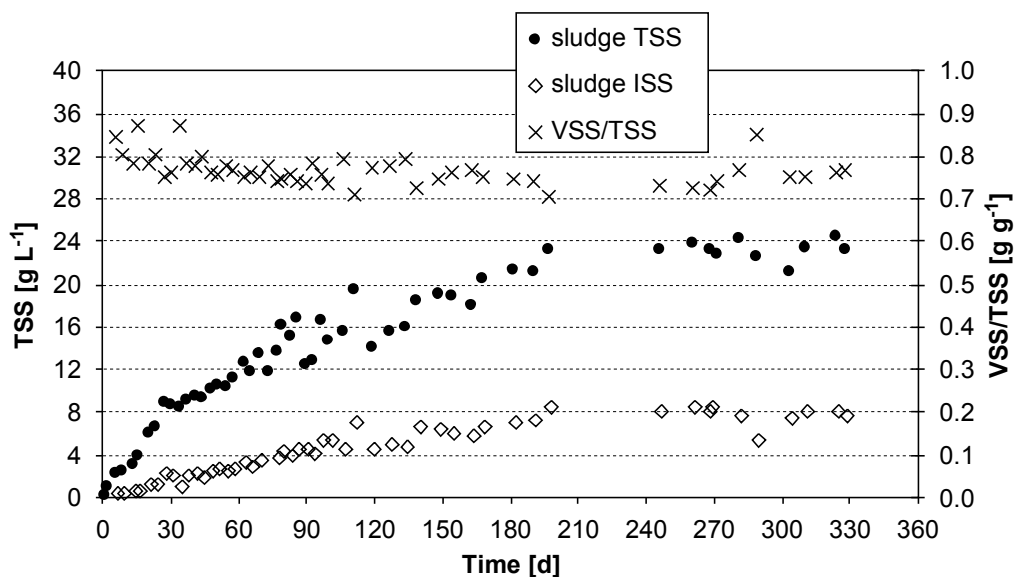


Figure 2.8 – Accumulation de boues lors d’un essai à rétention complète (tiré de Pollice et al., 2007)

2.2.4 Bilans de masse

Les bilans de masse sont employés pour valider la conservation de la matière et de l’énergie à l’intérieur des frontières d’un système. Les bilans les plus fréquents dans les systèmes de traitement biologiques des eaux usées sont réalisés sur l’eau, la DCO, l’azote et le phosphore. Plusieurs approches pour réaliser ces bilans sont proposées (Barker and Dold, 1995; Meijer et al., 2002; Wentzel et al., 2006; Ekama, 2009). Certaines corrections apportées aux bilans de masse de Barker et Dold (1995) sont présentées à l’Annexe 5. Les bilans de masse sont aussi parfois employés pour la détermination de paramètres de modélisation (Nowak et al., 1999) et pour l’évaluation de l’efficacité de la RPB par ozonation (Délérís et al., 1999). Les bilans de masse jouent aussi un rôle important dans l’évaluation de la qualité et la réconciliation de données d’opération des CRRE (Melcer, 1999, Puig et al., 2008; Rieger et al., 2010).

Les hypothèses simplificatrices suivantes sont utilisées pour effectuer les bilans de masse en régime permanent, tel que présenté par Barker et Dold (1995) :

- 1- Pas de terme d’accumulation (régime permanent)
- 2- Pas de dénitrification dans les zones aérobies

- 3- Pas de dénitrification dans le décanteur secondaire
- 4- Composition de l'affluent constante (régime permanent)
- 5- DCO attribuable aux matières volatiles en suspension : $f_{CV} = 1,48$ g DCO/g MVES
- 6- Pas de nitrates dans l'affluent
- 7- Nitrification et dénitrification, chacune en une seule étape (pas de nitrites)
- 8- Le rendement cellulaire est le même en conditions aérobies et anoxies.

Chaque hypothèse simplificatrice peut avoir des répercussions sur les bilans de DCO et d'azote. Si des intermédiaires de réaction (p.ex. le protoxyde d'azote, N_2O) étaient produits suite à une dénitrification incomplète (Itokawa et al., 2001), le bilan DCO serait diminué. La production de nitrites plutôt que de nitrates au cours de la nitrification aurait pour effet de surévaluer la quantité d'oxygène pour la nitrification et donc de sous-évaluer la masse de DCO oxydée en aérobie.

L'impact sur le bilan DCO de fixer la valeur de f_{CV} est limité. Dans l'exemple donné dans l'annexe de Barker et Dold (1995), la masse de DCO dans la purge de boue représente environ 43% de la DCO enlevée du système. Si la valeur de f_{CV} était augmentée de 1,48 à 2,2 g DCO/g MVES, ceci augmenterait le bilan de 67 à 81%. La liqueur mixte étant composée principalement de biomasse active et de débris cellulaires, une valeur de f_{CV} aussi élevée est cependant très improbable, la valeur typique étant de 1,45 à 1,55 g DCO/g MVES (Melcer et al., 2003).

Dans les cas où de la dénitrification se produirait dans le décanteur secondaire, la masse totale mesurée de nitrates dénitrifiée demeurerait inchangée et le bilan DCO serait donc inchangé. L'hypothèse qu'il n'y a pas de dénitrification dans le décanteur secondaire n'affecte donc pas le bilan de masse.

Dans les systèmes où la nitrification est importante et pratiquement complète, il est possible que la biomasse hétérotrophe ait recours aux nitrates comme source d'azote. Les rendements cellulaires de la biomasse hétérotrophe sont alors réduits (Henze et al., 2000). La croissance de la biomasse en conditions anoxie affecte aussi le rendement cellulaire (Copp et Dold, 1998). Ces variations du rendement cellulaire peuvent affecter les bilans de masse. Avec les nitrates comme source d'azote, la composition de la biomasse peut aussi être légèrement affectée et contenir

jusqu'à aussi peu que 6 % d'azote. La source d'azote affecte cependant peu la valeur f_{CV} pour la biomasse active (Rittmann & McCarty, 2001) et donc le bilan de masse DCO.

2.3 Réduction de la production de boues

Les principaux incitatifs à la réduction de la production de boues (RPB) sont la réduction de la taille de la chaîne de traitement des boues et des coûts associés au traitement et à la disposition des boues. La RPB peut aussi servir d'alternative de mise à niveau (*retrofit*) pour les nombreuses CRRE où la chaîne de traitement des boues a atteint sa capacité de traitement. L'augmentation généralisée des coûts de disposition des boues permet d'envisager des procédés de RPB jusqu'alors jugés trop coûteux. Les procédés de RPB peuvent s'insérer à même le traitement biologique et en amont de la chaîne de traitement des boues.

Les procédés de réduction de la production de boues peuvent être classés sous trois catégories : Les procédés chimiques, physiques et biologiques (Camacho et al., 2002; Sandino et Whitlock, 2010). Des revues de littérature sur les différents procédés de RPB sont présentées par Mayhew et Stephensen (1997), Low et Chase (1999a), Liu et Tay (2001), Liu (2003), Wei et al. (2003), Odegaard (2004) et Pérez-Elvira et al. (2006). Une liste des procédés de RPB est présentée au Tableau 2.2. Les procédés de digestion anaérobie, Cannibal[®] et d'ozonation des boues sont brièvement décrits dans les sections suivantes.

Tableau 2.2 – Procédés de réduction de la production de boues (tiré de Pérez-Elvira, 2006)

Processes in the water line	Processes that reduce the yield coefficient	Lysis cryptic growth	Chemical oxidation	Ozonation Chlorination
		Maintenance metabolism Uncoupling metabolism	Integration of chemical and heat treatment High purity oxygen process Enzymatic reactions	
		Predation on bacteria	Membrane bioreactor Chemical uncoupler Oxic-settling-anaerobic process (OSA) Two-stage system Oligochaetes (worms)	
	Processes with low yield coefficient		Anaerobic/aerobic systems Cannibal	
Processes in the sludge line	Pre-treatment processes prior to anaerobic digestion	Physical pre-treatment	Cavitation	High Pressure homogenizers Ultrasonic homogenizers
			Thermal	Thermal hydrolysis Freezing and thawing
			Mechanical	Impact grinding Stirred ball mills High performance pulse technique
				The Lysat-centrifugal technique
		Chemical pre-treatments	Radiation	Gamma-irradiation
		Biological pre-treatments	Acid or alkaline hydrolysis Pre-treatment using ozone	
		Combined pre-treatment	Combination of thermal, decompression and shear forces Chemically enhanced thermal hydrolysis	
	Modified anaerobic digestion processes		Two-stage anaerobic digestion Temperature phased anaerobic digestion Anoxic Gas Flotation (AGF)	
Sludge removal processes			Incineration Gasification and Pyrolysis Wet Air oxidation (WAO) Supercritical water oxidation (SCWO)	

2.3.1 Digestion anaérobie

Les principaux processus de la digestion anaérobie (DA) sont l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse (Figure 2.9). Les microorganismes impliqués dans ces processus sont les suivants (Gujer et Zehnder, 1983; Söttemann et al., 2005) :

(i) les acidogènes, qui font la conversion des composés organiques complexes en acides gras volatils (AGV) comme l'acide acétique (HAc) et l'acide propionique (HPr), en CO et en H

(ii) les acétogènes qui font la conversion de HPr en HAc et H₂

(iii) les méthanogènes acétoclastes qui font la conversion de HAc en CO₂ et CH₄ et

(iv) les méthanogènes hydrogénotrophes qui font la conversion de H₂ et CO₂ en CH₄ et en H₂O.

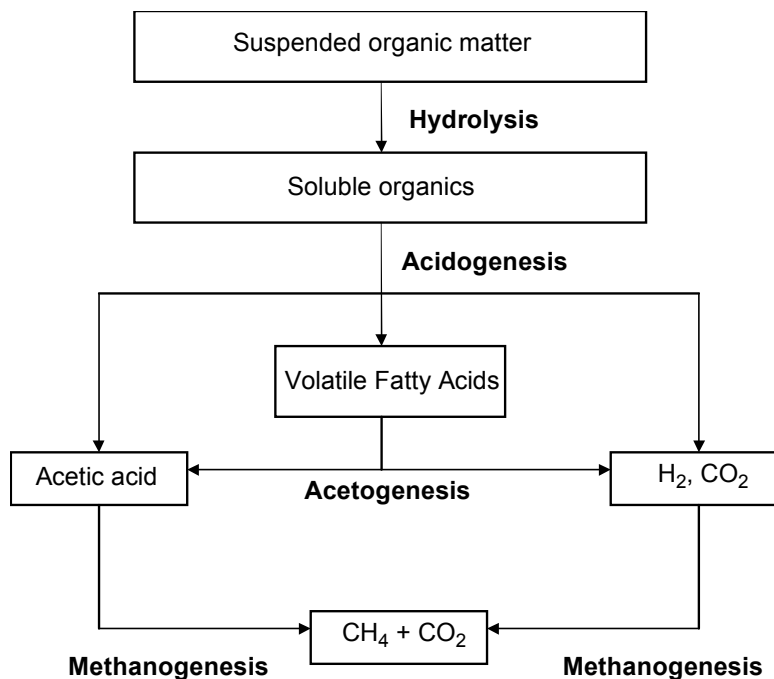


Figure 2.9 - Processus de dégradation de la matière organique complexe en biogas.

(tiré de Appels et al., 2008)

La DA permet la réduction de 60% des matières volatiles en suspension (MVES) et la production de 0,75 à 1,12 Nm³/kg MVES de biogas à une teneur en méthane (valorisable) de 60 à 70%

(Appels et al., 2008; Rittmann and McCarty, 2001). Ceci correspond à une production par personne de 30 à 40 L biogas/d (Qasim, 1999).

La DA est principalement employée pour le traitement et la stabilisation de rejets industriels et agroalimentaires et de boues d'épuration municipales et industrielles. Elle est difficilement applicable directement aux eaux usées domestiques et industrielles faiblement chargées. Les critères de conception des différentes configurations de digesteur anaérobie sont détaillés dans Qasim (1999). La DA est peu adaptée pour la plupart des petites et moyennes installations, car elle requiert des coûts d'infrastructure importants, notamment pour le chauffage des digesteurs et la gestion du biogas.

Certains procédés anaérobies cherchent à promouvoir la fermentation, soit les étapes d'hydrolyse et d'acidogénèse qui conduisent à la production d'AGV, et à minimiser la méthanogénèse. Les bactéries hétérotrophes responsables de la fermentation sont beaucoup moins sensibles aux conditions environnementales et ont des taux de croissance plus élevés que les méthanogènes. Un temps de séjour suffisamment court, un pH inhibiteur et l'exposition cyclique à des conditions aérobies, toxique aux méthanogènes, permettent de favoriser la fermentation et de limiter les étapes subséquentes de la DA. La fermentation des boues primaires, par exemple, est parfois employée afin de produire le substrat rapidement biodégradable nécessaire à l'enlèvement des nutriments dans le procédé secondaire (Metcalf et Eddy, 2003). Le procédé Cannibal[®] est muni d'un fermenteur à aération intermittente (FAI) dans lequel est maintenu un TRB très élevé (section 2.3.3). L'alternance de conditions aérobies et anaérobies dans le FAI devrait donc permettre de minimiser la production de méthane.

Plusieurs procédés de prétraitement des boues visent à améliorer l'efficacité de la DA par l'augmentation des cinétiques de digestion et du rendement en biogas. La réaction cinétique limitante de la DA est l'hydrolyse de la matière organique (Söttemann et al., 2005) et elle serait deux fois plus élevée en conditions mésophiles que thermophiles pour des boues d'épuration (Batstone et al., 2006). Les procédés de prétraitement des boues visent à améliorer l'hydrolyse des matières particulaires, à augmenter leur biodégradabilité et à favoriser la lyse cellulaire (Mata-Alvarez et al., 2000; Appels et al., 2008; Carrère et al., 2010). L'ozonation des boues activées, sujet abordé à la section 2.3.2, cause la lyse cellulaire et augmente la biodégradabilité de

la matière organique et est donc un procédé approprié pour le prétraitement des boues en combinaison avec la digestion anaérobie.

2.3.2 Ozonation des boues

L'ozone est produit par une décharge électrique de haut voltage dans un gaz sec en présence d'oxygène provenant d'air asséché ou d'oxygène pur. L'ozone est un oxydant puissant avec un potentiel normal d'oxydoréduction de 2,07 V sous sa forme moléculaire, O_3 (Alvares et al., 2001). La voie de réaction directe (forme moléculaire, Figure 2.10) est très sélective et permet de cibler les composés aromatiques et les molécules avec des liens doubles $C=C$ et $C=N$. Pour le traitement des eaux, le transfert de l'ozone gazeux en phase aqueuse est le plus souvent réalisé par injection du gaz sous forme de micro-bulles à l'aide de diffuseurs ou par pulvérisation sous pression (4 à 5 bar). Pour des essais d'ozonation en cuvée en laboratoire, une solution concentrée en ozone de concentration connue peut être employée pour appliquer une dose d'ozone déterminée (Facile et al., 2000; Annexe 6).

L'oxydation de la matière organique particulaire des eaux usées par l'ozone se produirait majoritairement par la voie de réaction directe avec l'ozone moléculaire selon les travaux de Déléris (2001). La prédominance de radicaux hydroxyles, qui possèdent un potentiel normal d'oxydo-réduction supérieur à l'ozone moléculaire (2,81 V) et une action très peu sélective, est favorisée par un pH élevé. Le pH (2 à 9) avait peu d'incidence sur l'élimination de la DCO (Figure 2.11a) pour des doses jusqu'à 0,4 g O_3 /g DCO alors que la prédominance de la voie de réaction radicalaire sur la voie de réaction moléculaire aurait résulté en une élimination supérieure de la DCO à pH élevé. Des essais similaires, mais après décarbonatation des eaux usées (Figure 2.11b) ont permis d'atteindre une élimination de la DCO supérieure à pH élevé, indiquant l'effet inhibiteur des carbonates et des bicarbonates sur la voie radicalaire (Zaviska et al., 2009). Ces essais indiquent donc que l'action de l'ozone dans des milieux complexes, tels que les eaux résiduaires ou les boues activées, se produit majoritairement au travers de réactions directes (Déléris, 2001).

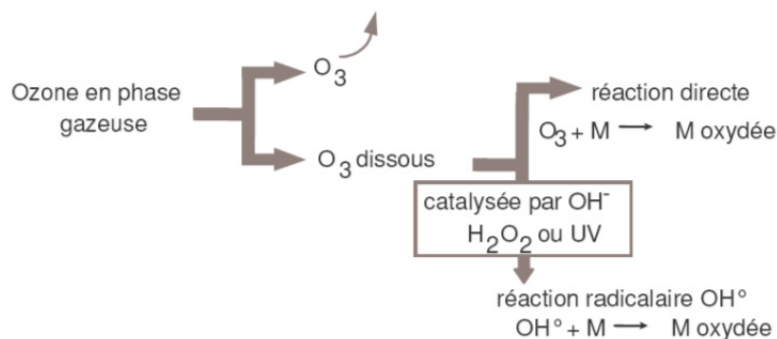


Figure 2.10 - Schéma illustrant les 2 voies de réaction possibles de l'ozone dissous (tiré de Doré, 1989)

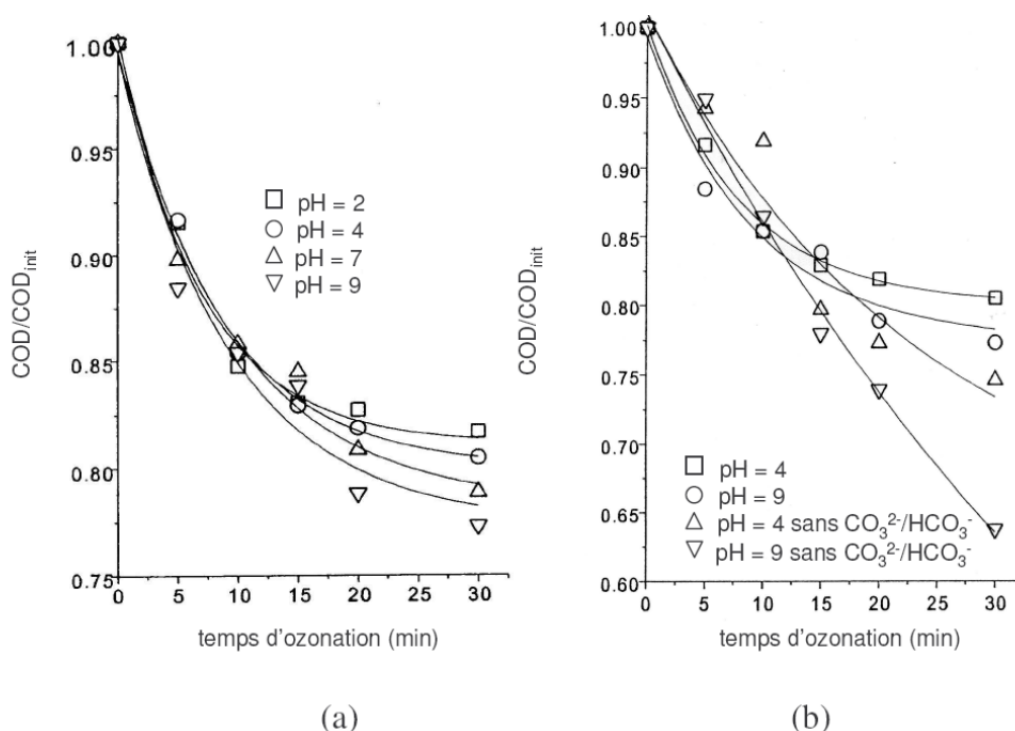


Figure 2.11 - Influence du pH et de la présence de bicarbonates sur l'élimination de la DCO pour au taux d'ozonation de 0,72 g O₃/g DCO_i/h (tiré de Beltrán et al., 1992).

L'ozone est un oxydant efficace pour la RPB (Chu et al., 2009; Sandino et Whitlock, 2010). L'ozonation des boues activées a aussi pour effet d'améliorer leurs propriétés de décantation et de déshydratation, de réduire l'abondance de bactéries filamenteuses et d'éliminer certains détergents (Majumdar et Sproul, 1974; Collignon et al., 1994; Liu et al., 2001; Déléris et al.,

2002; Böhler et Siegrist, 2004; Dytczak et al., 2006; Paul et Debellefontaine, 2007; Zhao et al., 2007; Demir et Filibeli, 2012). Les doses d’ozone requises rapportées pour la RPB sont très variables selon les études. Les masses rapportées d’ozone requises pour réduire un kg de solides totaux sont présentées au Tableau 2.3. La meilleure performance de traitement en terme de masse de matières particulaires réduite (après dégradation subséquente) par masse d’ozone transférée était obtenue avec la plus faible dose d’O₃ testée, soit 0,004 g O₃/g MES (Dogruel et al., 2007).

Différents points d’injection de l’ozone peuvent être envisagés dans l’optique de la RPB (Figure 2.12). La composition et la concentration des boues sont variables d’un point d’injection à l’autre et selon les conditions d’opération du procédé de boues activées. La composition des boues peut être affectée notamment par la composition de l’affluent, le TRB et la présence ou l’absence d’un traitement primaire. Une meilleure connaissance de l’impact de la composition et de la concentration des boues sur l’efficacité de RPB par l’ozone est nécessaire en vue d’optimiser ce procédé.

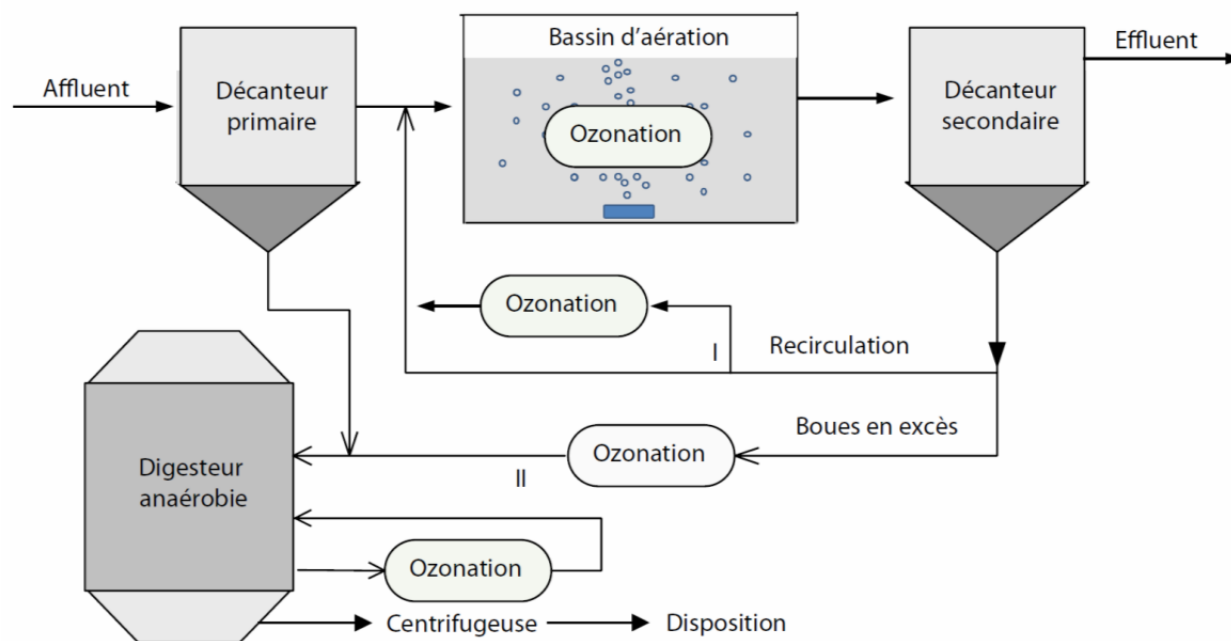


Figure 2.12 – Points d’injection de l’ozone pour la réduction de la production de boues (adapté de Chu et al., 2009).

L’ozonation des boues a pour effet de réduire la taille moléculaire et de solubiliser les matières particulaires (Délérès et al., 2000; Demir et Filibeli, 2012). Une efficacité de solubilisation des

boues de 4,3 g DCO/g O₃ a été observée à des doses inférieures à 0,1 g O₃/g DCO (Déléris, 2001). Des efficacités de solubilisation de 2,7 à 5,9 g DCO/g O₃ ont été obtenues sur des boues d'épuration municipales pour des doses d'ozone variant de 0,003 à 0,009 g O₃/DCO (Dogruel et al., 2007). Une efficacité de solubilisation de 2,1 g DCO/g O₃ a été obtenue pour quatre boues d'épuration municipale de compositions variables (Paul et Debellefontaine, 2007). La biodégradabilité des composantes des boues suite à l'ozonation demeure peu étudiée. Il est généralement présumé que la DCO solubilisée par l'ozone est biodégradable et que les composantes particulaires des boues qui ne sont pas solubilisées conservent la même biodégradabilité qu'avant l'ozonation. La biodégradabilité des composantes particulaires non biodégradables était cependant augmentée par l'ozonation dans les travaux de Paul et Debellefontaine (2007).

L'hypothèse d'une solubilisation par l'ozone proportionnelle à la masse respective des composantes particulaires des boues (X_U , X_H , X_E) était utilisée dans le modèle développé par Déléris (2001). La qualité de la calibration d'un modèle simulant la solubilisation préférentielle de X_H face aux autres composantes (X_U et X_E) était supérieure à celles de modèles considérant une solubilisation de X_H seulement ou une solubilisation proportionnelle de ces trois composantes (Frigon et Isazadeh, 2011).

Tableau 2.3 - Doses d'ozone requises pour la réduction de la production de boues (tiré de Sandino et Whitlock, 2010)

Reference	Ozone consumption (kg O ₃ /kg TS reduced)
Yasui et al. (1996)	0.165
Sakai et al. (1997)	0.133–0.178
Kobayashi et al. (2001)	0.25
Sievers et al. (2004)	0.395
Fabiyi (2007)	0.05–0.07
Rewcastle et al. (2003)	0.13

Note : kg O₃/kg de solides totaux réduits

Les coûts de la réduction de la production de boues par l'ozone varient de façon importante selon la capacité d'ozonation requise. Les coûts de production d'ozone, incluant les coûts

d'investissement et d'opération, étaient évalués de 1,88 à 2,95 €/kg O₃ pour des installations de capacité de 50 et 5 kg O₃/h, respectivement (Ried et al., 2009). En considérant une dose requise de 0,20 kg O₃/kg de solides totaux réduits (Tableau 2.3) et un coût de production de 3 \$/kg O₃, le coût de réduction de la production de boues par l'ozone est de 600\$ pour chaque tonne de solides totaux réduite. Ces coûts n'incluent cependant pas les besoins en aération supplémentaires nécessaires pour oxyder la matière organique solubilisée, qui peut toutefois être valorisée comme source de carbone pour la dénitrification (Ahn et al., 2002b; Dytczak et al., 2007). Ce coût de réduction de la production de boues par l'ozone est donc comparable à un coût de traitement et de disposition des boues humides (p.ex. siccité de 25%) de 150\$/tonne humide. D'autres études ont démontré l'intérêt économique de l'ozonation des boues, particulièrement où la réduction de la production de boues peut prévenir ou retarder un agrandissement de la chaîne de traitement des boues (Huysmans et al., 2001; Böhler et Siegrist, 2004; Paul et Debellefontaine, 2007). Plusieurs autres effets positifs de l'ozonation des boues, tels l'amélioration des propriétés de décantation et la réduction de l'abondance de bactéries filamenteuses, jouent en faveur de l'ozone comme moyen de réduction de la production de boues activées.

2.3.3 Procédé Cannibal[®]

Le procédé Cannibal[®] est commercialisé depuis environ 15 ans par Siemens[®]. Il combine plusieurs moyens rapportés pour réduire la production de boues (Figure 2.13): l'opération à des TRB très élevés, l'emploi d'un fermenteur à aération intermittente (FAI) et l'emploi de microtamis et d'hydrocyclones pour l'enlèvement physique des matières non biodégradables. Plus de 25 CRRE à pleine échelle de type Cannibal[®] traitant des eaux usées municipales sont en opération, principalement aux États-Unis. La plupart de ces CRRE sont des installations de petite et moyenne taille tel qu'indiqué à la Figure 2.14.

Le procédé *Oxic-Settling-Anoxic* (OSA) repose sur une configuration similaire au procédé Cannibal[®] avec le stockage d'un volume de boues dans des conditions anaérobies, anoxies ou de faible aération dans un bioréacteur situé sur la ligne de recirculation des boues (Chudoba et al., 1992a; An, 2004). Le maintien des boues dans des conditions anoxies ou de faible aération a démontré un potentiel de RPB (Arunachalam et al., 2004). Les mécanismes de RPB proposés dans ces conditions seraient le découplage énergétique entre le métabolisme et l'anabolisme et la

sélection de microorganismes avec des rendements cellulaires faibles, attribuables à l'alternance de conditions de croissance et de famine (Chudoba et al., 1992b, Low et Chase, 1999a; Chen et al., 2003; Wei et al., 2003). Ces mécanismes demeurent toutefois à confirmer. Les procédés OSA et d'ozonation des boues permettaient des réductions de la production de boues significatives, soit de 38% et 32%, respectivement, dans les essais pilotes réalisés par Torregrossa et al. (2012).

Les principales différences apparentes entre l'opération du bassin ajouté sur la ligne de recirculation des boues des procédés OSA et Cannibal[®] (FAI) sont que dans ce dernier, le TRB est plus élevé et une faible aération y est appliquée. Le TRB du procédé OSA était rapporté en heures, alors que celui du Cannibal[®] était rapporté à plus de 200 jours (An et Chen, 2008; Johnson et al., 2008). Le très long TRB favorise l'augmentation des besoins en maintenance et permettrait la dégradation de X_H et $X_{U,Inf}$ (Spérandio et al., 2013). Le contrôle du potentiel redox dans le FAI par l'aération intermittente permettrait aussi d'augmenter le taux de mortalité (Chen et al., 2003; Saby et al., 2003). Ces résultats demeurent toutefois à confirmer.

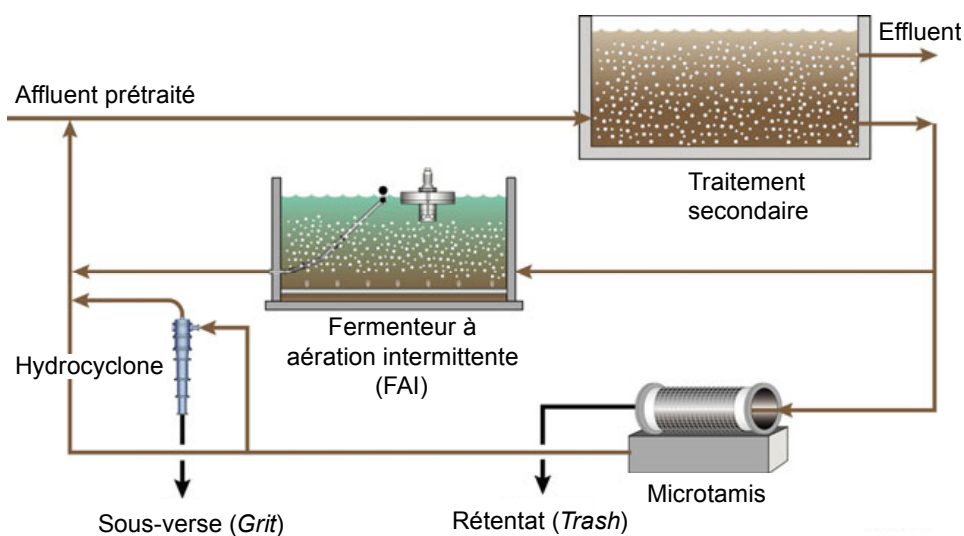


Figure 2.13 – Schéma du procédé Cannibal[®] (adapté de Johnson et al., 2007)

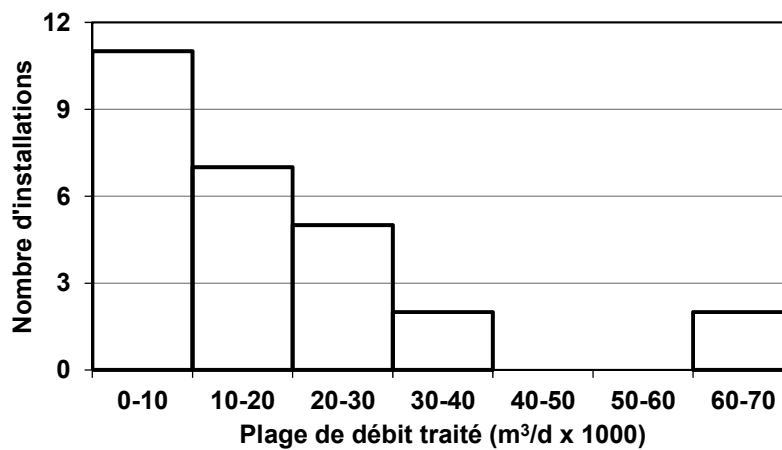


Figure 2.14 – Nombre d’installations de procédé Cannibal[®] selon le débit traité (adapté de Sandino et Whitlock, 2010).

CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE L'ENSEMBLE DU TRAVAIL DE RECHERCHE ET ORGANISATION GÉNÉRALE DE LA THÈSE

Cette thèse s'articule autour d'un thème commun qu'est la dégradabilité des composantes des boues activées $X_{U,Inf}$ et X_E . Ces composantes particulières sont considérées comme non biodégradables dans les procédés de boues activées conventionnels. La dégradabilité de ces composantes a été considérée pour des TRB conventionnels, élevés (Chapitre 4) et très élevés (Chapitre 5) et suite à l'ozonation des boues (Chapitre 6).

La présente thèse est composée de 8 chapitres incluant les deux précédents. Le contenu de chacun des chapitres est décrit ci-dessous :

Le premier chapitre (1) présente tout d'abord une mise en contexte des sujets abordés dans cette thèse, suivi de l'objectif général et des objectifs spécifiques de la recherche, puis des hypothèses.

Le chapitre (2) présente une revue de littérature sur les travaux réalisés en lien avec le fractionnement des eaux usées, la production de boues, la modélisation des procédés de boues activées et la réduction de la production de boues. Une emphase particulière est portée sur les procédés de digestion anaérobie, de boues activées opérés à des TRB très élevés et d'ozonation des boues activées.

Le présent chapitre (3) présente la démarche de l'ensemble du travail de recherche, le thème commun à l'ensemble du travail et l'organisation générale de cette thèse.

Le chapitre (4) porte sur la détermination des paramètres stoechiométriques et cinétiques (Y_H , b_H et f) permettant de mieux prédire la production de boues. Cette détermination est basée sur des travaux de rétention complète des boues, réalisés à l'aide d'un bioréacteur à membranes alimenté par des eaux usées municipales et sujet à des périodes non alimentées, pendant lesquelles la biomasse était soumise à des conditions de famine. La calibration du modèle pour la production de boues est réalisée par comparaison de deux jeux de paramètres communément utilisés dans l'industrie et par les consultants, soit le modèle de Metcalf et Eddy (2003) et le modèle du logiciel BioWin 3.1 (EnviroSim Associates Ltée). La qualité de la calibration des deux jeux de paramètres y est présentée à l'aide de mesures de l'erreur quadratique moyenne, suivi d'une

analyse de sensibilité du principal paramètre de calibration, soit la fraction organique non biodégradable particulaire de l'affluent (f_{X_U}), sur les paramètres à l'étude. Ces travaux ont aussi permis de déterminer le contenu en azote et en phosphore de $X_{U,Inf}$ et X_E sur la base des travaux de Ramdani (2012b) qui visaient à caractériser le résidu endogène et sa biodégradabilité (et qui font partie intégrante du même projet de recherche que cette thèse). Ces travaux sont présentés sous forme d'article scientifique.

Le chapitre (5) porte sur la modélisation et la caractérisation d'un procédé reconnu pour opérer à des TRB très élevés, soit le procédé de réduction de la production de boues Cannibal[®] (Johnson et al., 2008). Les différents mécanismes pressentis de ce procédé sont d'abord simulés pour en évaluer l'impact potentiel respectif sur la production de boues par rapport à un cas de base, en considérant un affluent d'eaux usées brutes typiques (500 mg DCO/L; $f_{X_U} = 0,13$; $f_{S_U} = 0,05$) et pour des TRB variant de 0 à 200 jours. L'impact de l'enlèvement de $X_{U,Inf}$ et de X_E est d'abord évalué, successivement, en simulant un microtamis et un hydrocyclone *idéaux* (qui enlèvent tout et seulement les composantes ciblées), respectivement. La dégradation lente de X_E est ensuite simulée à l'aide d'une cinétique de premier ordre ($b_E = 0,007 \text{ d}^{-1}$), sur la base d'études passées réalisées à des TRB très élevés et sous rétention complète des boues (Ramdani et al., 2012a; Spérandio et al., 2013). La dégradation lente de $X_{U,Inf}$, très peu documentée, est enfin simulée par une cinétique de premier ordre (b_U) plutôt que de considérer son enlèvement par un microtamis, ce qui permet d'évaluer une valeur de b_U maximale. Ces divers cas illustrent le potentiel de chacun des mécanismes du procédé Cannibal[®] à réduire la production de boues. Un CRRE de type Cannibal[®] à pleine échelle est ensuite caractérisé afin de déterminer la production de déchets non biodégradables organiques (*trash*) et inorganiques (*grit*) et la production de boues activées. Ces résultats sont ensuite mis en perspectives sur la base de simulations. Ces travaux sont présentés sous forme d'article scientifique.

Le chapitre (6) porte sur l'ozonation de boues activées synthétiques de composition en X_H et X_E variables. Ces boues étaient générées à partir d'un bioréacteur à membranes de taille pilote alimenté avec un affluent constitué d'acétate comme seule source de carbone et sans matières particulaires ($X_{U,Inf}$, ISS), et donc ne contenaient que du X_H et du X_E (boues fraîches), dans des proportions déterminées de 68 et 32%, respectivement. Les boues fraîches, après une digestion aérobie prolongée, étaient essentiellement composées de X_E . (Ramdani et al., 2012a). Ces boues

digérées ont été soumises à des doses d'ozone variant de 0,0 à 1500 mg O₃/g DCO en cuvée afin de déterminer le rendement de solubilisation (g DCO/g O₃) et l'augmentation de la biodégradabilité (g DBO₅/g DCO) des matières organiques particulaires et solubilisées suite à cette oxydation. Les boues fraîches ont été soumises à des doses d'ozone inférieures à 10 mg O₃/g DCO afin de déterminer le rendement de solubilisation et l'effet de l'ozone sur l'activité et la viabilité de la biomasse active. Ces travaux sont présentés sous forme d'article scientifique.

Le chapitre (7) présente une discussion générale portant sur les trois articles constituant les chapitres 5 à 7.

Le chapitre (8) présente les principales conclusions, des recommandations pour des travaux futurs et le potentiel de transfert technologique des procédés étudiés.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: ACTIVATED SLUDGE PRODUCTION PARAMETERS AND NUTRIENT CONTENT OF UNBIODEGRADABLE ORGANIC SLUDGE COMPONENTS

Cet article a été accepté avec révisions modérées dans la revue *Water Research* le 12 décembre 2013.

Marc-André Labelle^{a*}, Peter L. Dold^b, Alain Gadbois^c, Stéphane Déléris^d, Yves Comeau^a

^a Department of Civil, Geological and Mining Engineering, Polytechnique Montreal, P.O. Box 6079, Station Centre-ville, Montreal (Quebec) H3C 3A7 Canada

(marc-andre.labelle@polymtl.ca; yves.comeau@polymtl.ca)

*Corresponding author; 1-514-340-4711

^b EnviroSim Associates, 175 Longwood Road South, Hamilton (Ontario) L8P 0A1 Canada (dold@envirosim.com)

^c John Meunier Inc., 4105 Sartelon Street, Saint-Laurent (Quebec) H4S 2B3 Canada (alain.gadbois@veoliawater.com)

^d Veolia, Giovanni Battista building B, 1 Giovanni Battista Pirelli Street, 94 417 Saint-Maurice Cedex France (stephane.Déléris@veoliaeau.fr)

ABSTRACT

An important part of biological treatment system design is quantifying the sludge production and the nutrient removal capacity. Influent wastewater COD fractionation, biomass growth and endogenous respiration directly impacts the composition of the mixed liquor solids in activated sludge systems. The objectives of this project were to determine the model stoichiometric and kinetic parameters associated with activated sludge production and the nutrient content (N and P)

of unbiodegradable organic sludge components. A complete sludge retention experiment was conducted over 70 days in a pilot-scale membrane bioreactor fed with a real municipal wastewater, and operated with alternating growth and famine periods. Experimental results were simulated and compared using the default values from two well-accepted model parameter sets. The *General ASDM* parameter set was found to better fit the experimental data than the Metcalf and Eddy parameter set, mainly to characterize endogenous respiration and the active biomass concentration. An influent unbiodegradable organic particulate fraction ($f_{X_{U,Inf}}$) value of 0.16 g COD/g COD was determined by calibration of the accumulated sludge total COD, suspended solids and active biomass concentrations. The nutrient content of the accumulated endogenous residue (X_E) and influent unbiodegradable organic particulate ($X_{U,Inf}$) components were calibrated to 0.030 and 0.100 g N/g COD and 0.035 and 0.008 g P/g COD, respectively, values that are in the range of those reported in the literature. These results were consistent under the wide range of dynamic conditions tested and could improve model prediction of sludge production and composition.

Keywords : complete sludge retention; dynamic modelling; membrane bioreactor; mixed liquor composition; wastewater fractionation.

4.1 Introduction

Estimating activated sludge production and composition is important for the design of water resource recovery facilities (WRRFs) as it determines the sizing of the bioreactors, the settlers, the anaerobic digesters and the sludge treatment and handling equipment. Sludge production predicted by activated sludge models (ASMs) depends mainly on the influent fractionation and on the heterotrophic biomass true yield (Y_H), endogenous respiration rate (b_H) and fraction of endogenous residue (f). These complex non-linear models are overparametrized with respect to available data and the parameters are thus poorly identifiable (Petersen, 2000; Dochain and Vanrolleghem, 2001). Various combinations of this model parameters subset (Y_H , b_H and f) will predict, for a given influent and sludge retention time (SRT), almost identical sludge production and oxygen consumption, but different active biomass fraction and mixed liquor composition (Dold, 2007).

The three main organic components of mixed liquor are active heterotrophic biomass (X_H), endogenous residue from biomass decay (X_E) and unbiodegradable particulates from the influent ($X_{U,Inf}$). The latter two are unbiodegradable components that accumulate in the sludge and cannot be isolated nor measured independently. Their concentration and composition must be estimated from model calibration, from engineering checks (e.g. influent COD/BOD) and from lumped analyses by difference with active biomass if the latter can be estimated (Hulsbeek et al., 2002; Melcer et al., 2003).

The nutrient content of $X_{U,Inf}$ and X_E is poorly documented and will affect the effluent quality for WRRFs facing stringent effluent limits and the C:N:P ratio used to determine the valorization potential of the sludge and digester supernatant for i.e. landspreading and sidestream nutrient removal. The nitrogen and phosphorus content of sludge component was identified as an issue for further research (Melcer et al. 2003; Ekama et al., 2007; Ramdani et al., 2012b; Choubert et al., 2013).

The objectives of this project were to estimate a set of model parameters for determining sludge production associated to the activated sludge organic components ($X_{U,Inf}$, X_H , X_E) from a pilot membrane bioreactor treating a real municipal wastewater subjected to growth and famine periods and with complete sludge retention, and to determine the nitrogen (i_N) and phosphorus (i_P) content of these components.

4.2 Material and Methods

4.2.1 Complete sludge retention experiment

A complete sludge retention experiment was conducted over 70 days in a pilot-scale membrane bioreactor (MBR). Influent to the pilot unit was a real municipal primary effluent. Feeding was turned on and off to create alternating growth and famine conditions. Details on the influent fractionation and the experimental setup along with further details on the analytical methods and sampling are given below.

4.2.1.1 Influent fractionation

Experiments were conducted with a primary effluent from the Saint-Hyacinthe (Canada) WRRF on which a detailed fractionation was conducted according to Melcer et al. (2003). About 50% of the influent organic load to the plant was attributed to agro-industries.

Influent active biomass fraction ($f_{X_H,Inf}$) was measured with a batch exponential growth test (Wentzel et al., 1995). Influent unbiodegradable soluble COD ($S_{U,Inf}$) was evaluated from the pilot-scale MBR effluent COD concentration. Particulate COD (X_{COD}) was obtained by difference between the total COD and the filterable COD measured on the filtrate of 1.5 μm pore size glass microfiber filters (Whatman, 934-AH).

The influent biodegradable particulate COD/VSS ratio ($f_{CV,XB}$) was obtained from Equations 4.1 and 4.2, considering ratios of 1.42 and 1.60 g COD/g VSS for the heterotrophic biomass ($f_{CV,XH}$) and the influent unbiodegradable organic particulates ($f_{CV,XU}$), respectively.

$$f_{CV} = \frac{X_{COD}}{VSS} = \frac{X_B + X_H + X_{U,Inf}}{VSS_{XB} + VSS_{XH} + VSS_{XU}} \quad (4.1)$$

With $VSS_{XH} = X_H / f_{CV,XH}$ and $VSS_{XU} = X_U / f_{CV,XU}$ and rearranging, $f_{CV,XB}$ is obtained.

$$f_{CV,XB} = \frac{X_B}{VSS_{XB}} = \frac{X_{COD} - X_H - X_{U,Inf}}{VSS - X_H / f_{CV,XH} - X_U / f_{CV,XU}} \quad (4.2)$$

Based on this fractionation, the influent biodegradable particulate COD fraction ($f_{XB,Inf}$) is obtained by the difference of the total particulate COD fraction ($f_{X,Inf}$) with the influent unbiodegradable organic particulate COD fraction ($f_{XU,Inf}$) and $f_{XH,Inf}$ values. The simulated mixed liquor active biomass concentration (X_H), partly depending on $f_{XB,Inf}$, is thus affected by the calibration of sludge production using $f_{XU,Inf}$.

4.2.1.2 Experimental setup

The primary effluent feed to the pilot-scale MBR was sequentially turned on and off to create growth (periods A, C and E) and famine (periods B, D and F) conditions (Table 4.1). No sludge was wasted during the 70-day experiment.

Table 4.1 - Pilot-scale MBR experiment setup

Period	Condition	Days	Duration (d)
A	Growth	0-17	18
B	Famine	18-23	6
C	Growth	24-31	8
D	Famine	32-52	21
E	Growth	53-59	7
F	Famine	60-69	10

The pilot-scale MBR consisted of an aeration tank equipped with fine bubble diffusers and an external submerged hollow fiber MBR (Puron, Koch Membrane Systems, USA). The MBR characteristics and operating conditions are presented in Table 4.2. The MBR filtration cycle consisted of 600 seconds of permeation phase, 30 seconds of relaxation phase and 30 seconds of backflush phase at a flux of $22 \text{ L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$. Scouring airflow rate was continuously maintained at a high level of $4 \text{ Nm}^3 \text{ m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ to prevent membrane fouling. Further details on the Puron MBR system is presented by Hirani et al. (2010).

Table 4.2 - Pilot-scale MBR characteristics and operating conditions

Parameter	Unit	Value
Volume aeration tank	L	4600
Volume external MBR tank	L	2300
Feed flowrate	m ³ /h	1.1
Hydraulic retention time	h	6.3
Dissolved oxygen	mg O ₂ /L	3
Recycle to feed ratio	m ³ /m ³	5
Membrane area	m ²	90
Membrane permeation flux	L·m ⁻² ·h ⁻¹	15

The pilot-scale MBR was initially filled with activated sludge from the full scale WRRF aeration tanks, operated at an SRT of about 4 days (partially nitrifying). The sludge was kept under aerobic conditions throughout the experiment by controlling the dissolved oxygen at 3 mg O₂/L in the aeration tank (LDO dissolved oxygen probe with SC1000 controller, Hach, USA) during growth periods while it reached up to saturation levels during famine periods. Mixed liquor pH and total suspended solids concentration (TSS) were monitored hourly in the aeration tank (Solitax TSS probe, Hach, USA). The TSS probe error was $1 \pm 9\%$ (n=23) over the full range of measurements (2.0 to 11.3 g TSS/L), after correction with a linear regression ($r^2=0.98$) based on laboratory TSS measurements.

4.2.1.3 Mixed liquor active biomass

The mixed liquor active heterotrophic biomass concentration (X_H) was estimated based on biomass activity by the oxygen uptake rate (OUR) test for sludge (APHA et al., 2005). The test was conducted on site in a BOD bottle using a mixed liquor sample previously oxygenated by vigorous mixing in a one-liter half-filled sampling bottle. The linear depletion of oxygen concentration with time ($r^2 \geq 0.985$; n=20) was measured every 30 seconds over periods of 5 to 60 minutes depending on activity with a portable oxygen probe connected to a controller for data acquisition (LBOD101 probe with HQ40d controller, Hach, USA). The mixed liquor active biomass concentration was estimated from equation 4.3, considering that 4.33 g of oxygen is required per mg of ammonia nitrogen oxidized to nitrate nitrogen (Wezernak and Gannon, 1967).

The OUR and b_H values were corrected for temperature using the van't Hoff-Arrhenius relationship with a temperature coefficient of 1.029 (Henze et al., 2000).

$$\text{OUR}_t = (4.33 \cdot i_{N,XH} + 1) \cdot (1 - f) \cdot b_H \cdot X_H \cdot \frac{e^{(-b_H) t/24}}{24} \quad (4.3)$$

where: OUR_t = oxygen uptake rate after t hours of sampling ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$)

$i_{N,XH}$ = active biomass nitrogen content (g N/g COD)

f = fraction of active biomass converted to endogenous residue (g COD/g COD)

b_H = endogenous respiration rate (d^{-1})

X_H = active biomass concentration at the beginning of test (mg COD/L)

t = duration of test (h)

4.2.1.4 Analytical methods and sampling

Composite 24-hour samples were taken from the pilot-scale MBR influent (refrigerated at 4°C) and effluent. Grab samples were taken for mixed liquor. Daily measurements were made at the influent for chemical oxygen demand (COD), total suspended solids (TSS), volatile suspended solids (VSS) and 5 days biochemical oxygen demand (BOD) according to APHA et al. (2005). Other parameters were measured two to three times per week. Nitrogen and phosphorus analyses were made with a flow injection analysis (FIA) system (Lachat, Quickchem 8500, USA). Total Kjeldahl nitrogen (TKN) and total phosphorus (TP) were measured after digestion using the Kjeldahl digestion method (APHA et al., 2005).

4.2.2 Modelling

The following subsections present the model parameters compared in this study and the approach used to determine the nutrient content of the mixed liquor components.

4.2.2.1 Model parameters

The default model parameter values (Y_H , b_H and f) from two well-accepted models were compared to determine which set provided a better fit to the experimental data (Table 4.3). Parameter sets ME and GM are from Metcalf and Eddy (2003) and from the *General ASDM model* of Biowin 3.1, respectively, and are expressed in terms of the endogenous respiration approach. These two models were selected because of their broad application by practitioners in WRRF design and very similar sludge production predictions despite dissimilar default parameter values (Dold, 2007). These parameters are sensitive for the prediction of sludge production and are representative of typical ranges of parameters values found in the literature (Cox, 2004; Hauduc et al., 2011).

Table 4.3 - Parameter sets compared for model calibration

Parameter	Symbol	Unit	Parameter set*	
			ME	GM**
Heterotrophic biomass true yield	Y_H	g COD/g COD	0.570	0.666
Endogenous respiration rate	b_H	d^{-1}	0.12	0.24
Endogenous residue fraction	f	g COD/g COD	0.15	0.20

*ME: Metcalf and Eddy (2003) activated sludge model;

GM: General ASDM model of BioWin 3.1

**Values converted from the death-regeneration approach to the endogenous respiration approach (Dold, 2007)

Sludge production was calibrated by adjusting the $f_{X_{U,inf}}$ to fit the accumulated mixed liquor total COD, TSS, VSS and X_H . All simulations were carried out using BioWin 3.1 (EnviroSim, Canada).

The root mean square error (RMSE) was used as a statistical criterion of the goodness of fit of the model and to evaluate the relative model parameter sensitivity. A low number indicates a good fit.

4.2.2.2 Nutrient content

The nutrient content in X_E and $X_{U,Inf}$ was calibrated using a two-step procedure. The nitrogen and phosphorus content in X_E ($i_{N,XE}$ and $i_{P,XE}$) was first adjusted to fit the nitrate build-up, resulting from the nitrification of released ammonia, and the orthophosphosphate build-up, respectively, both from biomass decay. The nitrogen and phosphorus content in $X_{U,Inf}$ ($i_{N,XU}$ and $i_{P,XU}$) was then adjusted to fit the accumulated sludge TKN and TP.

The empirical composition of active biomass was considered as $C_{58.8}H_{73.5}O_{22.1}N_{11.6}P$, corresponding to a nitrogen and phosphorus content of $i_{N,XH} = 0.087$ g N/g COD and $i_{P,XH} = 0.016$ g P/g COD, and to a COD to VSS ratio ($f_{CV,XH}$) of 1.42 g COD/g VSS. This composition was previously determined by elemental analysis during pilot-scale and batch experiments with a fully biodegradable soluble synthetic substrate (Ramdani et al., 2012b).

4.3 Results and discussion

In the following sections, the influent characterization is presented first. The sludge accumulation data is then presented and calibrated through adjusting the influent unbiodegradable organic particulate fraction ($f_{XU,Inf}$). The goodness of fit obtained with the two studied model parameter sets is then compared. The nutrient content of the sludge components is finally estimated from the behavior of accumulation and release of the various forms of nitrogen and phosphorus during growth and famine periods.

4.3.1 Influent

The average influent concentrations and fractions are presented in Table 4.4. The measured COD, TKN and total P concentrations are representative of a low to medium strength wastewater. The measured ratio of 2.4 ± 0.5 g COD/g BOD (n=69) is higher than the range of 1.9 to 2.0 g COD/g

BOD typically observed for municipal primary effluent (Melcer et al., 2003). The ammonia fraction of the TKN and the orthophosphate fraction of total phosphorus are also low compared to the typical ranges of 0.60 to 0.85 g N/g N and 0.5 to 0.8 g P/g P. The industrial load from agro-industries at the studied plant could explain these differences when compared to typical domestic wastewaters.

The food to microorganism (F/M) ratio ranged from 0.0 during famine periods up to 0.4 g COD g VSS⁻¹ d⁻¹, with an average of 0.2 g COD g VSS⁻¹ d⁻¹, during growth periods. The average volumetric loading during growth periods was of 1.1 ± 0.3 kg COD m⁻³ d⁻¹, corresponding to a low loading for an MBR system.

4.3.2 Sludge accumulation

Mixed liquor COD and TSS concentrations accumulated to as high as 13 g COD/L and 11 g TSS/L during the 70 days of experimentation (Figure 4.1). Accumulation of particulate matter occurred during growth periods (periods A, C and E) due to biomass growth and accumulation of unbiodegradable volatile (VSS) and inorganic (ISS) suspended solids. A decrease in COD and VSS concentration was observed during famine periods (periods B, D and F) due to biomass decay while the ISS concentration remained essentially constant. The average mixed liquor f_{CV} during the whole experiment was of 1.47 ± 0.07 g COD/g VSS (n=19; Table 4.5). The measured mixed liquor VSS to TSS ratio gradually decreased from 0.84 to 0.76 g VSS/g TSS over the course of the experiment, with slight increases during growth periods C and E during which the proportion of active biomass in mixed liquor increased.

The few sudden changes observed in the probe TSS concentration measurements (Figure 4.1) were due to the start-up and shut down of the MBR permeate pump. The mixed liquor concentration was slightly higher in the external MBR tank during membrane filtration, so small shifts in solids masses between the external MBR tank and the aeration tank occurred at start-ups and shut-downs of the MBR pump. This can be observed at the beginning of each growth and famine period and on days 2, 10 and 29 due to pump failures. No solids were lost during these events. These operating conditions were accounted for in data processing and simulations, as can be observed in the simulated response.

4.3.2.1 Calibration and parameter validation

Sludge production expressed in units of COD, TSS, VSS and active biomass was calibrated by adjusting $f_{XU,Inf}$ to a value of 0.16 g $X_{U,Inf}$ /g COD_{Inf} for both the ME and the GM parameter sets. The resulting dynamic simulation results are presented in Figure 4.1. Model predictions were in best agreement with experimental data using the GM parameter set without any further adjustment to the model parameters. The fit with the active biomass concentration and the VSS decrease during famine periods were significantly better, as the ME parameter set poorly estimated the active biomass component and overestimated the VSS decrease.

Table 4.4 - Influent characterization

Parameter	Symbol	Unit	Avg	SD	n
Total suspended solids	TSS	mg/L	106	21	70
Volatile suspended solids	VSS	mg/L	86	20	70
Chemical oxygen demand	COD	mg O ₂ /L	301	79	70
5 d biochemical oxygen demand	BOD	mg O ₂ /L	136	52	69
Total Kjeldahl nitrogen	TKN	mg N/L	25.5	6.4	13
Ammonia	NH ₄	mg N/L	11.2	3.6	13
Nitrates	NO ₃	mg N/L	0.9	1.4	13
Nitrites	NO ₂	mg N/L	0.3	0.3	13
Total phosphorus	TP	mg P/L	3.6	1.4	14
Orthophosphate	o-PO ₄	mg P/L	0.9	0.3	13
Heterotrophic fraction	f _{X_H,Inf}	g COD/g COD	0.10	0.04	9
Unbiodegradable soluble fraction ^a	f _{SU,Inf}	g COD/g COD	0.066	0.038	12
Particulate COD/VSS ratio	f _{CV}	g COD/g VSS	1.61	0.26	10
f _{CV} for X _H fraction ^b	f _{CV,XH}	g COD/g VSS	1.42	n.a.	n.a.
f _{CV} for X _E fraction ^b	f _{CV,XE}	g COD/g VSS	1.48	n.a.	n.a.
f _{CV} for X _U fraction	f _{CV,XU}	g COD/g VSS	1.60	n.a.	n.a.
f _{CV} for particulate substrate ^c	f _{CV,XB}	g COD/g VSS	1.74	n.a.	n.a.
Ammonia fraction of TKN	f _{NH4}	g N/g TKN	0.446	0.12	13
o-PO ₄ fraction of TP	f _{SP}	g P/g P	0.283	0.16	13

^a S_{U,Inf} estimated from pilot-scale MBR effluent COD

^b From previous work (Ramdani et al., 2012b)

^c From Equation 4.2

The endogenous respiration rate in the ME parameter set is half the value of that in the GM set, hence one would expect the VSS decrease to be less significant in the former during famine periods, but the higher active biomass fraction simulated with the ME parameters (Dold, 2007) resulted in a more rapid VSS decrease. The active biomass concentration estimated from the OUR test with the ME parameter set shows some overestimated values, sometimes reaching over 80% of the sludge total COD concentration (Figure 4.1).

The f_{CV} values considered for each organic particulate component (Equation 4.1 and Table 4.4) allow the COD-based model variables to be converted into volatile suspended solids concentrations. The assumed values resulted in reasonable predictions of the accumulation of volatile suspended solids in the mixed liquor without any further model adjustment using the GM parameter set (Figure 4.1). The f_{CV} ratio in conventional activated sludge processes typically is about 1.50 g COD/g VSS, which is somewhat higher than that typically considered for active biomass ($f_{CV,XH}$ of 1.42). For that reason the f_{CV} of the two other main particulate COD components found in activated sludge ($f_{CV,XU}$ and $f_{CV,XE}$) are usually considered to have a higher value (e.g. 1.60) in ASM models. The work of Ramdani et al. (2012b) with a synthetic feed containing no $X_{U,Inf}$, suggests that a value for $f_{CV,XE}$ of 1.48 leads to reasonable predictions of the volatile suspended solids of a mixed liquor where the relative amounts of biomass and endogenous residue change over time in terms of COD fractions. The higher f_{CV} value for X_E compared to that of X_H indicates that the former is constituted of organics that are more reduced than those in X_H , as pointed out by Ramdani et al. (2012b). The value of $f_{CV,XU}=1.60$ g COD/g VSS calibrated in this study, together with values of 1.42 for active biomass and 1.48 for endogenous residue, appears to result in adequate predictions of sludge production over the wide range of operating conditions tested (F/M , SRT).

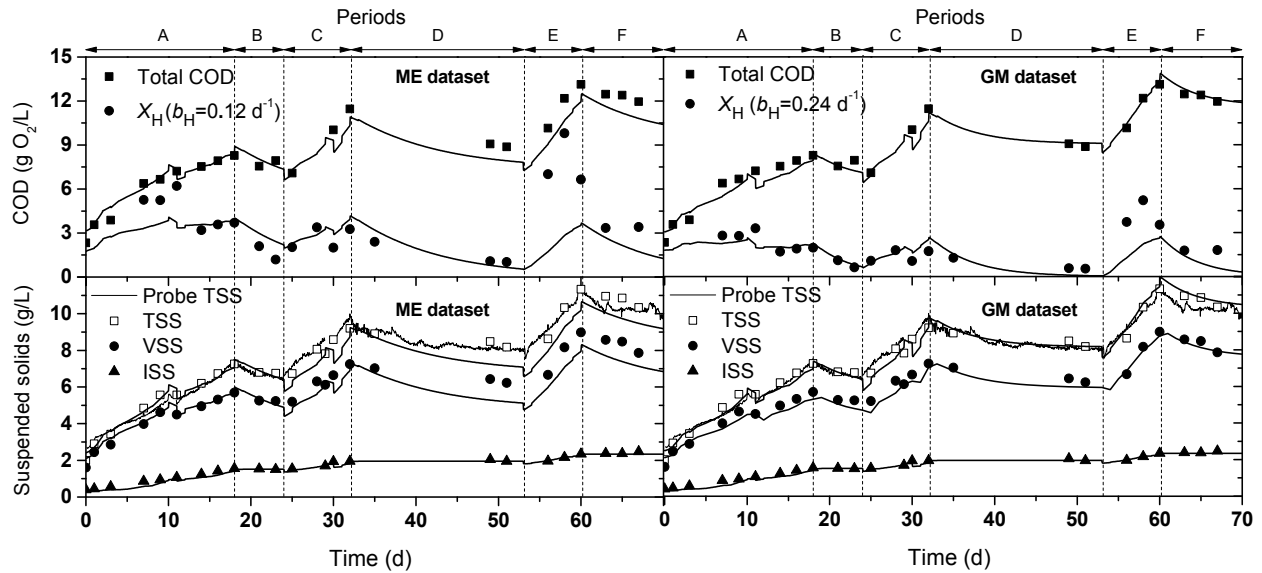


Figure 4.1 - Measured (symbols and thinner lines) and simulated (thicker lines) COD, active heterotrophic biomass (X_H ; Eq. 4.3) and suspended solids (TSS and VSS) accumulation during growth (A, C and E) and famine (B, D and F) periods for the ME (left hand side) and GM (right hand side) datasets for $f_{X_U,Inf}=0.16$.

The $f_{X_U,Inf}$ value of $0.16 \text{ g } X_{U,Inf}/\text{g COD}_{Inf}$ obtained from calibration may appear high when compared to typical values of 0.11 - 0.13 for raw wastewaters and to even lower values expected for settled wastewaters (Melcer et al., 2003). Much higher values of $f_{X_U,Inf}$ are sometimes obtained by difference between total COD and other COD fractions measured by combination of physical-chemical and respirometric methods, instead of model calibration as in the current study (Spérandio et al., 2001; Roeleveld and van Loosdrecht, 2002; Lu et al., 2010). The value for settled wastewater estimated in this study corresponds to a raw influent $f_{X_U,Inf}$ of approximately $0.20 \text{ g } X_{U,Inf}/\text{g COD}_{Inf}$. This is based on using a plant wide model developed for this WRRF with a primary settler TSS removal efficiency of 40% (average efficiency for 8 years of historical data). This corresponds to the typical value for raw wastewaters from the plant modelling experience at Cemagref, France (Stricker et al., 2010). The high proportion of agroindustry load (50% of BOD) and the co-thickening of the waste activated sludge in the primary settler at this WRRF may have contributed to increase this fraction. However, a higher $f_{X_U,Inf}$ value is supported by the high measured influent COD:BOD ratio of $2.4 \pm 0.5 \text{ g COD}/\text{g BOD}$ ($n=69$), compared to the typical range of 1.9 to 2.0 for settled wastewater, as this is an indication of a

higher than typical $f_{XU,Inf}$ (Melcer et al., 2003). The good fit between simulated and measured nitrate concentrations (see the *Nutrient content* section, Fig. 4.4) also supports the high $f_{XU,Inf}$ value obtained, as the latter affects the influent nitrogen available to be nitrified.

These calibration results indicate that the influent characterization and the default GM parameter set were adequate and sufficient to model organic and inorganic sludge production as well as active biomass, whereas the ME parameters led to larger errors, mainly regarding the active biomass and during famine periods.

4.3.2.2 Goodness of fit and sensitivity analysis

The relationship between the calibrated model results and the experimental values for each studied parameter sets are presented in Figure 4.2. The linear relationships were high ($r^2 > 0.97$) for mixed liquor COD and solids but were poor for the active biomass, as the experimental values often were higher than the simulated values, mainly during growth periods (Figure 4.1). This experimental overestimation was attributed to the presence of residual substrate in the sludge during OUR measurements, resulting in some respiration attributable to substrate oxidation in addition to that of endogenous respiration and nitrification as considered in Equation 3. Relationships were increased from $r^2 = 0.12$ to 0.39 and from $r^2 = 0.39$ to 0.62 for the ME and the GM results, respectively, by considering only the measurements made during famine periods (Figure 4.2). This indicates that the OUR test for sludge is quite sensitive to the presence of residual substrate, even for low loaded systems operating at long SRTs. A longer sludge pre-aeration period prior to the determination of the active biomass should minimize the oxidation of substrate during the respirometric measurements and reduce this experimental error.

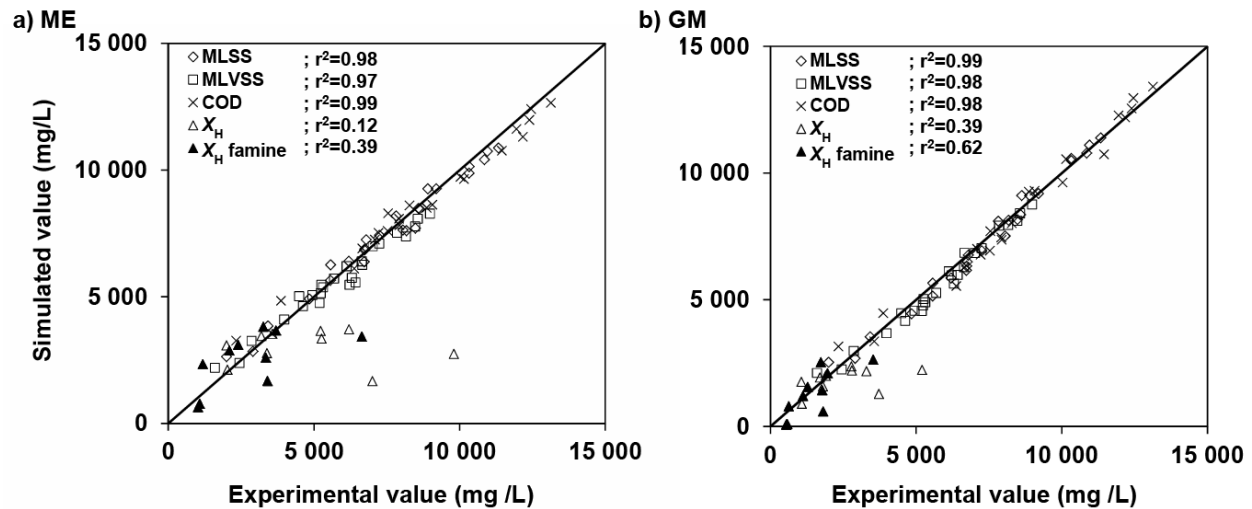


Figure 4.2 - Measured and simulated sludge COD, solids and active biomass concentrations with the a) ME and b) GM parameter sets.

The root mean squared errors (RMSE) between simulated and measured sludge TSS ($n=1620$; TSS probe), TSS ($n=25$), COD ($n=22$) and X_H ($n=20$) concentrations was calculated to evaluate the goodness of fit of the model and the sensitivity of the fitting parameter ($f_{X_{U,Inf}}$) over these measurements. The RMSE in the calibrated model ($f_{X_{U,Inf}} = 0.16 X_{U,Inf}/g \text{ COD}_{Inf}$) were of 440 vs 370 mg TSS/L (TSS probe), 380 vs 310 TSS/L, 480 vs 460 mg COD/L and 1280 vs 520 mg COD_{X_H}/L with the ME vs the GM parameter sets (Figure 4.3). The RMSE were systematically lower with the GM than with the ME parameters, especially for the active biomass. This comparison of the goodness of fit between the two models gives a better insight of the simulation accuracy when compared to the linear relationship presented above.

The parameter value sensitivity of $f_{X_{U,Inf}}$ with regards to the RMSE is shown in Figure 4.3 by the rate of change of the slope of each of the curves. Sensitivity was highest to the sludge COD, followed by TSS, while sensitivity to X_H was low. The only RMSE minima obtained with the ME parameters was with the probe TSS measurements, at a value of $0.166 g X_{U,Inf}/g \text{ COD}_{Inf}$. Values greater than $0.170 g X_{U,Inf}/g \text{ COD}_{Inf}$ resulted in an error with the influent fractionation due to an overestimation of the P associated with particulate matter. The minimum RMSE for sludge TSS and COD measurements was obtained with $f_{X_{U,Inf}}$ values between 0.153 and 0.163 $g X_{U,Inf}/g \text{ COD}_{Inf}$ with the GM parameters. No minima was reached for the X_H measurements with both parameter sets, as the RMSE was still decreasing with $f_{X_{U,Inf}}$ values as

low as $0.10 \text{ g } X_{U,\text{Inf}}/\text{g COD}_{\text{Inf}}$, leading to large errors in the calibration of total sludge production (TSS and COD).

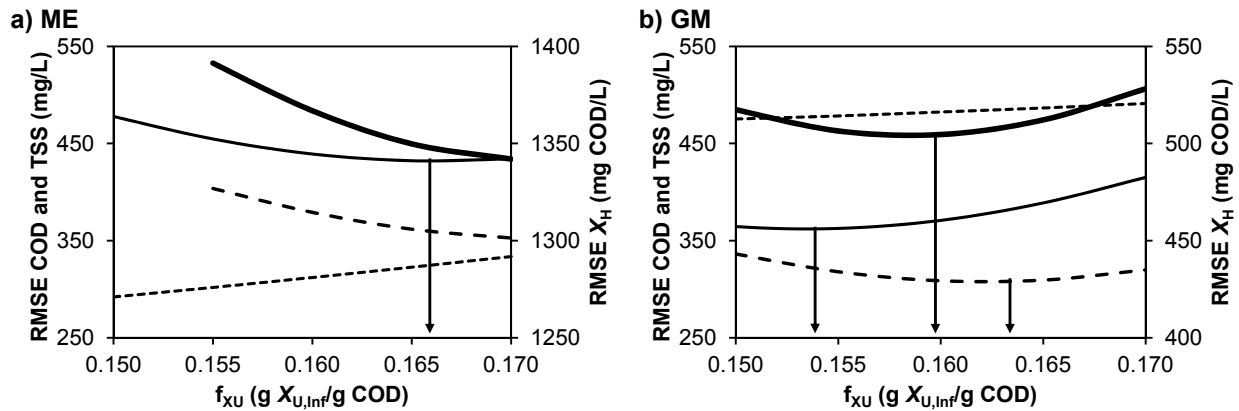


Figure 4.3 - Root mean squared error for the a) ME and b) GM parameter sets for COD (bold line), probe TSS (line), TSS (long dashes) and X_H (small dashes) with corresponding minima (arrows).

Recent studies show that sludge production is better predicted by models considering a slow degradation of $X_{U,\text{Inf}}$ and X_E for systems operating at higher than typical sludge retention times (Spérandio et al., 2013). This degradation was included in the current study by considering a first order degradation rate for these sludge components ($b_U = b_E = 0.007 \text{ d}^{-1}$). The goodness of fit of the simulation results could not be improved by considering the slow degradation of the two unbiodegradable components. It resulted, as expected, in a higher $f_{X_{U,\text{Inf}}}$ calibration value, but also in higher RMSE values. Moreover, the $f_{X_{U,\text{Inf}}}$ value required to reach the minimal RMSE could not be reached, as increasing $f_{X_{U,\text{Inf}}}$ resulted in a particulate phosphorus mass in the influent inconsistent with the influent fractionation.

The goodness of fit between the measurements and the model predictions obtained by linear regression and RMSE showed that the GM parameter set better fitted the experimental data than the ME parameter set. The slow degradation of $X_{U,\text{Inf}}$ and X_E did not improve the simulation results in any case, even after a 70 days of solids retention.

4.3.3 Nutrient content

The measured nitrogen and phosphorus concentrations in the mixed liquor are shown in Figure 4.4. The TKN and TP accumulated in the mixed liquor during growth periods. During famine periods, TKN decreased while TP remained constant and biomass decay resulted in the buildup of soluble nitrogen (NH_4 and NO_3), as released ammonia from decay was nitrified to nitrates, and of orthophosphate. The average mixed liquor N and P content during the whole experiment were 0.101 ± 0.011 g N/g VSS ($n=22$) and 0.028 ± 0.002 g P/g VSS ($n=19$), respectively (expressed in terms of COD in Table 4.5). The following sections present the determination of the nutrient content in mixed liquor organic particulate components using the GM as a basis, as the latter resulted in a better fit of the experimental data in previous sections.

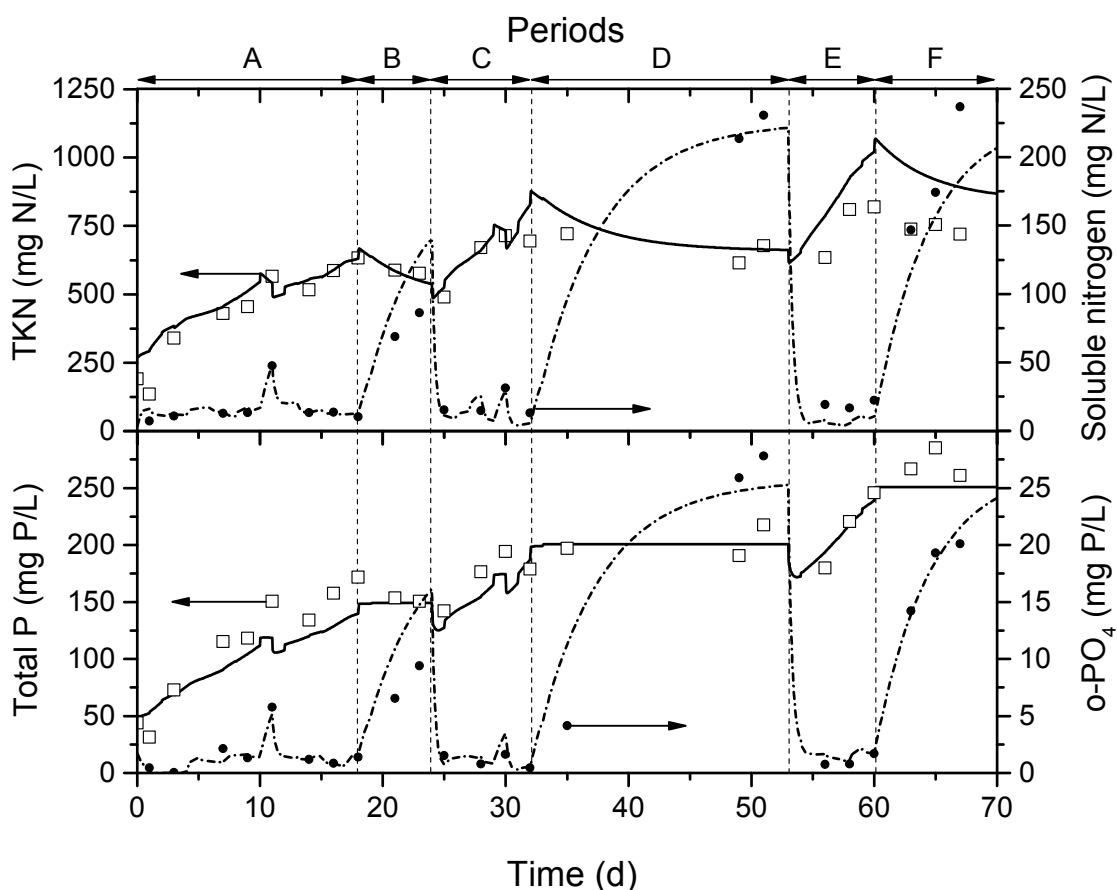


Figure 4.4 - Measured (dots) and simulated (lines) nitrogen and phosphorus accumulation in particulate sludge components during growth periods (A, C and E), and release in solution during famine periods (B, D and F).

4.3.3.1 X_H and X_E nutrient content

The N and P content in X_E was calibrated to 0.030 g N/g COD_{XE} and 0.035 g P/g COD_{XE} by fitting the soluble nutrients build-up during famine periods (Figure 4.4, dotted lines). Since the nutrient release during these periods was solely attributed to biomass decay, and thus only a function of the nutrient content of X_H and X_E , the nutrient content in X_E was calibrated prior to the nutrient content in $X_{U,Inf}$.

The N and P content in X_H and the N content in X_E calibrated in this study were in accordance with results obtained from previous work from a lab-scale experiment on synthetic sludge without X_U content (Table 4.5; Ramdani et al., 2012b). However, the P content of X_E , appeared significantly higher in this study with a value of 0.035 instead of 0.003 g P/g COD. Simulations with the latter value resulted in almost twice as much P release during famine periods compared to observed results.

The precipitation of some released o- PO_4 may have led to the high P content in X_E obtained. Some possible causes of precipitation would be the accumulation of coagulants in the MBR mixed liquor because of the co-thickening of the waste activated sludge containing some ferric sulfate coagulant in the primary settler at the studied WRRF and to the discharge in the sewer of alum sludge from the drinking water treatment plant. Precipitation as calcium phosphates was unlikely under the experimental conditions tested, as the mixed liquor pH was dropping from about 7.0 to 4.9 because of nitrification during the three famine periods. If, however, precipitation occurred, the calibrated $i_{P,XE}$ should be lowered concurrently with an increase in $i_{P,XU}$. The P content in X_E and X_U presented here is thus to be interpreted with care.

The N content of the endogenous residue appears to be significantly lower than that of the active biomass (Table 4.5). This has some impact on the proportion of ammonia released from decay and the associated oxygen demand for its nitrification. As the N content in X_H and X_E appear to differ, Equation 4.4 was used in place of Equation 4.3. That accounts for the difference in the nitrogen content of these components by considering their respective i_N values. The estimated OUR due to nitrification obtained from the 4.33 term was increased by 16% through considering the separate i_N values found in this study.

Tableau 4.5 – COD to VSS ratio and nitrogen and phosphorus content of particulate sludge components

	COD:VSS ratio i_{CV} g pCOD/g VSS	Source^a -	N content i_N g N/g COD	Source^a -	P content i_P g P/g pCOD	Source^a -	Reference
Mixed liquor	1.47±0.07	M	0.068 ± 0.008	M	0.019 ± 0.002	M	This study
X_H	1.42	A	0.070	A	0.022	A	Biowin 3.1 ^b
	n/a	n/a	0.086	A	n/a	n/a	ASM1, Henze et al., 2000
	n/a	n/a	0.070	A	0.020	A	ASM2, Henze et al., 2000
	1.48	A	0.077	A	0.017	C	Stricker et al., 2010
	1.42	M	0.087	M	0.016	M	Ramdani et al., 2012b ^c
	1.42	A	0.087	A	0.016	A	This study
X_E	1.60	A	0.070	A	0.022	A	Biowin 3.1
	n/a	n/a	0.060	A	n/a	n/a	ASM1, Henze et al., 2000
	n/a	n/a	0.030	A	0.010	A	ASM2, Henze et al., 2000
	1.48	A	0.058	C	0.013	C	Stricker et al., 2010
	1.48	M	0.030	M	0.003	M	Ramdani et al., 2012b ^c
	1.48	C	0.030	C	0.035	C	This study
X_U	1.60	A	0.035	A	0.011	A	Biowin 3.1
	1.48	A	0.058	C	0.013	C	Stricker et al., 2010
	1.60	C	0.100	C	0.008	C	This study

^a A: Assumed; C: Calibrated; M: Measured; n/a: not applicable

^b Assuming a biomass composition of $C_{41.3}H_{64.6}O_{18.8}N_{7.04}P$

^c Measured biomass and endogenous residues compositions of $C_{58.8}H_{73.5}O_{22.1}N_{11.6}P$ and $C_{312.5}H_{404.1}O_{153.8}N_{21.3}P$

$$\text{OUR}_t = (4.33 \cdot (i_{N, XH} - f \cdot i_{N, XE}) + (1 - f)) \cdot b_H \cdot X_H \cdot \frac{e^{(-b_H) t/24}}{24} \quad (\text{Eq.4.4})$$

For convenience, the nutrient content of X_E and other COD components in the influent is often assumed to be equal to or less than that of X_H (Table 4.5) as this detailed fractionation is unresponsive for many model applications but it becomes important for some modeling tasks such as quantifying nutrient assimilation and modelling for very low effluent nutrient limits (Roeleveld and van Loosdrecht, 2002; Stricker et al., 2010).

The composition of the endogenous residue is unknown as this component cannot be isolated from others but its nutrient content and degree of oxidation provides some insight. Microbial cell walls contain glycan strands cross-linked by peptides chains, causing resistance to biodegradation but the endogenous residue is unlikely to be composed of these nitrogen-rich peptidoglycans as all of the amino acids appear to be recycled at relatively high rates during cell turnover (Appels et al., 2008; Park and Uehara, 2008). A significant portion of the dissolved organic nitrogen in oceans may be remaining peptidoglycan, which contains amide nitrogen (McCarthy et al., 1998). The cell membrane P content is high due to its content in phospholipids. It is likely that the cell membrane will be degraded last during decay since it strengthens the envelop that protects the living cell from its surroundings. Genetic material (RNA, ...), with high N content, is known to be the first product to be degraded during the endogenous metabolism. These observations could explain the lower N and higher P content in the cell residue compared to that in active biomass. It is interesting to note that DNA and RNA, which account for about 24% of cell mass, exert a quite low theoretical oxygen demand (ThOD; 0.76 and 0.63 g COD/g for cytosine and guanine, respectively) when compared to that of active biomass ($f_{CV} = 1.42$ g COD/g VSS). Their biodegradation during endogenous respiration could thus explain in part the higher f_{CV} found for endogenous residue (1.48 g COD/g VSS). Fats, such as phospholipids, exert a much higher ThOD (i.e. 2.03 g COD/g for $C_8H_6O_2$) and their resistance to biodegradation would contribute to increase both the f_{CV} and the P content of endogenous residue (Henze et al., 2008).

4.3.3.2 $X_{U,Inf}$ nutrient content

The N and P content in X_U was calibrated to 0.100 g N/g COD_{XU} and 0.008 g P/g COD_{XU} by fitting the nutrient concentration in the accumulated sludge. The N content obtained for $X_{U,Inf}$ is higher than reported values in Table 4.5 but in the range of 0.02 to 0.10 g N/g COD reported by Hulsbeek et al. (2002). The nutrient content in X_U is dependent on the source and type of wastewater but the values obtained in this study are similar to the few ones reported. Values of $i_{N,XU}= 0.12$ and $i_{P,XU}=0.009$ would have resulted in excess total nitrogen and phosphorus in the influent, which confirms that the calibrated values are in accordance with the wastewater fractionation.

4.4 Conclusion

This work on the determination of sludge production parameters and nutrient content of unbiodegradable organic sludge components allowed to conclude the following:

- The General ASDM model default parameter set for Y_H , b_H and f was adequate and sufficient to model organic sludge production as well as active biomass over a wide range of operating conditions.
- The goodness of fit between the measurements and the model predictions indicates that the General ASDM parameter set better fitted the experimental data than the Metcalf and Eddy parameter set.
- The COD to VSS ratio values of 1.60, 1.42 and 1.48 g COD/g VSS for the unbiodegradable particulate organics from the influent ($X_{U,Inf}$), for the active biomass (X_H) and for the endogenous residue (X_E), respectively, resulted in an appropriate conversion of the COD-based model into volatile suspended solids over a wide range of operating conditions.
- A slow degradation rate over a period of 70 days for $X_{U,Inf}$ and the X_E did not improve model predictions and led to some fractionation discrepancies.
- The nutrient content of X_E and $X_{U,Inf}$ were determined by model calibration to be 0.03 and 0.10 g N/g COD and 0.035 and 0.008 g P/g COD, respectively. These results are in

accordance with literature data, except for the high P content found in the endogenous residue.

CHAPITRE 5 ARTICLE 2: MECHANISMS FOR REDUCED EXCESS SLUDGE PRODUCTION IN THE CANNIBAL[®] PROCESS

Cet article a été accepté avec révisions dans la revue *Water Environment Research* le 8 janvier 2014.

Marc-André Labelle^{1*}, Peter L. Dold² and Yves Comeau¹

¹Department of Civil, Geological and Mining Engineering, Polytechnique Montreal, P.O. Box 6079, Station Centre-ville, Montreal (Quebec), Canada H3C 3A7

*Corresponding author: marc-andre.labelle@polymtl.ca

²EnviroSim Associates Ltd., McMaster Innovation Park, 175 Longwood Road South, Suite 114A, Hamilton (Ontario), Canada L8P 0A1

ABSTRACT

Reducing excess sludge production is increasingly attractive due to rising costs and constraints with respect to sludge treatment and disposal. A technology where the mechanisms remain not well understood is the Cannibal[®] process, for which very low sludge yields have been reported. The objective of this work was to use modeling as a means to characterize excess sludge production at a full-scale Cannibal[®] facility by providing a long sludge retention time and removing trash and grit by physical processes. The essential functions of the Cannibal[®] process for the reduction of sludge production appear to be to remove trash and grit from the sludge by physical processes of microscreening and hydrocycloning, respectively, and to provide a long sludge retention time (SRT) which allows the slow degradation of the "unbiodegradable" influent particulate organics ($X_{U,Inf}$) and the endogenous residue (X_E).

Keywords: sludge minimization, sludge age, physical separation, hydrocyclone, microscreening, side-stream interchange bioreactor, fermentation, energy.

5.1 Introduction

Reducing excess sludge production at water resource recovery facilities (WRRFs) is increasingly attractive due to rising costs and constraints with respect to sludge treatment and disposal. A number of technologies have been developed to reduce excess sludge production from secondary treatment that use some combination of physical, chemical, biological and thermal processes. With these processes, sludge reduction takes place on the basis of one or more of three mechanisms: 1) increasing the rate and extent of particulate matter degradation by solubilizing sludge solids, 2) increasing the extent of degradation by transforming a portion of the unbiodegradable components into biodegradable matter, and 3) modifying the treatment process, such as by removing unbiodegradable components (Sandino and Whitlock, 2010).

5.1.1 Cannibal[®]

A sludge reduction technology for which the mechanisms remain not well understood is the Cannibal[®] process that was commercialized by USFilter[®] about 15 years ago (Figure 5.1). Very low sludge yields have been reported in this adaptation of the conventional activated sludge (CAS) process. It consists of an activated sludge process treating raw wastewater (coarse screened and degrittied, but not primary settled) where a portion of the return activated sludge (RAS) is directed to a quiescent side-stream "interchange" bioreactor (SSIB). Another portion of the RAS passes through a solids separation module (SSM).

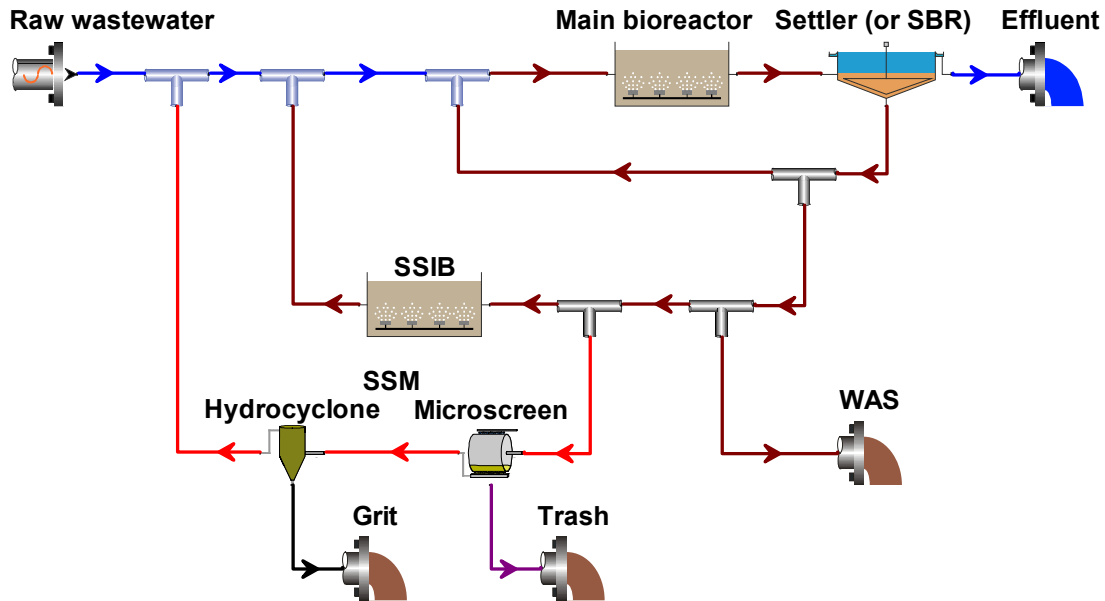


Figure 5.1 - Schematic of the Cannibal[®] process.

Notes: SBR: sequencing batch reactor combining main bioreactor and settler; SSIB: side-stream interchange bioreactor; SSM: solids separation module; WAS: waste activated sludge.

5.1.1.1 Side stream interchange bioreactor

The SSIB typically is designed for a sludge retention time (SRT) of about 10 days and is operated under intermittent aeration based on the control of the oxidation reduction potential (ORP) or on timer settings (e.g. 2 hours aeration in a 24 hour cycle; Johnson et al., 2008). Usually the SSIB is operated as a sequencing batch reactor (SBR) from which the supernatant is returned to the main bioreactor and the settled sludge is only wasted occasionally when the solids concentration reaches a certain level; this serves to increase SRT of the whole system. The overall SRT, based on the solids mass in both the main bioreactor and the SSIB has been reported to reach 200 d (Johnson et al., 2008). Intermittent aeration in the SSIB is favorable for fermentation by facultative heterotrophic organisms but methanogens should be inhibited because of the toxicity of oxygen to these organisms.

5.1.1.2 Solids separation module

A portion of the RAS from the main bioreactor is recirculated via a solids separation module (SSM) consisting of microscreening devices for trash removal (typically 250 μm openings) and

hydrocyclones for grit removal (Figure 5.1). These two sludge components are normally considered unbiodegradable and would accumulate in the bioreactors if not removed in the SSM.

5.1.2 Objectives

The objectives of this work were (1) to use modeling to assess the effect on excess sludge production of (1.1) providing a long sludge retention time and (1.2) removing unbiodegradable components (trash and grit) by physical processes; and (2) to characterize a full-scale Cannibal[®] facility to (2.1) evaluate the observed activated sludge yield and the trash and grit yield, (2.2) the SRT and (2.3) the energy consumption of the facility.

5.2 Methods

This section first describes the model used to determine the effect on excess sludge production of the various sludge reduction mechanisms attributed to the Cannibal[®] process. The methods used to characterize a full-scale facility are then presented with details on the design of the WRRF.

5.2.1 Modeling

The four main particulate components of mixed liquor are unbiodegradable particulates organics from the influent ($X_{U,Inf}$), active heterotrophic biomass (X_H), the endogenous residue from biomass decay (X_E), and inorganic suspended solids (ISS) from the influent. The sum of the first three mixed liquor components make up the volatile suspended solids (MLVSS), while the sum of these four components and the intracellular salts (considered to be of 0.08 g ISS/g TSS), make up the mixed liquor suspended solids (MLSS). Other components such as residual biodegradable particulates and autotrophic biomass were considered negligible. The $X_{U,Inf}$ and ISS are considered to be the trash and grit, respectively, and are removed to some extent by the SSM of the Cannibal[®] process.

The effect of SRT on the sludge production and the division of the VSS into X_H , X_E and $X_{U,Inf}$ was determined in a steady-state activated sludge model by considering a typical raw wastewater composition and typical models parameters (Table 5.1) using Equations 5.1 to 5.3. Each equation expresses the mass (M) of the component in the system operated at a specified SRT per unit COD

removed. The assumptions are that effluent COD consists only of unbiodegradable soluble COD from the influent (S_U) and that all the biodegradable influent COD is utilized. More details on Equations 5.1 to 5.7 can be found in Dold (2007).

Table 5.1 - Influent composition and model parameters (referenced to 20°C)

	Symbol	Unit	Value
Influent			
Chemical oxygen demand	COD	mg/L	500
Inorganic suspended solids	ISS	mg/L	25
Unbiodegradable soluble COD fraction	f_{SU}	g S_U^* /g COD	0.05
Unbiodegradable particulate COD fraction	f_{XU}	g X_U^* /g COD	0.13
Model parameters**			
Heterotrophic biomass true yield	Y_H	g VSS/g COD	0.45
Endogenous respiration rate	b_H	d ⁻¹	0.24
Endogenous residue fraction	f	g COD/g COD	0.20
Particulate COD to VSS ratio	f_{CV}	g X_{COD} /g VSS	1.48
X_H and X_E VSS to TSS ratio	$f_{VT,BM}$	g VSS/ g TSS	0.92

* Expressed in COD

** Adapted from Dold (2007)

$$\frac{M_{XH_VSS}}{1 - f_{SU}} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H \cdot SRT}{(1 + b_H \cdot SRT)} \quad (5.1)$$

$$\frac{M_{XE_VSS}}{1 - f_{SU}} = \frac{M_{XH_VSS}}{1 - f_{SU}} \cdot (f \cdot b_H \cdot SRT) \quad (5.2)$$

$$\frac{M_{X_E_VSS}}{1 - f_{SU}} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H \cdot SRT \cdot (f \cdot b_H \cdot SRT)}{(1 + b_H \cdot SRT)} \quad (5.2.1)$$

$$\frac{M_{X_U_VSS}}{1 - f_{SU}} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \frac{f_{XU} \cdot SRT}{f_{CV}} \quad (5.3)$$

The effect of the studied mechanisms for the reduction of sludge production was quantified by modeling 5 cases (Table 5.2). The production of each component is given by dividing the mass in the system by the SRT. The conventional VSS production per unit COD removed is expressed in Equation 5.4 which sums Equations 5.1 to 5.3, and divides by SRT. The effect of SRT on the activated sludge production expressed as g VSS/g COD and g ISS/g COD, using the raw wastewater and model parameters listed in Table 5.1, is estimated using Equations 5.4 and 5.5, respectively (Case A). Accounting for the salts associated with active biomass and endogenous residue is based on a fraction of 0.92 g VSS/g TSS ($f_{VT,BM}$) for X_H and X_E in Equation 5.5. The effect on sludge production through removing all the influent unbiodegradable particulate organics ($X_{U,Inf}$) from the mixed liquor by an "ideal" microscreen is then illustrated (Case B). This was modeled by considering a revised f_{XU} of 0.00 only for the last term of Equation 5.4 which corresponds to an ideal trash removal of 100% by the microscreen. The effect on sludge production through removing all the influent ISS (grit) by an "ideal" hydrocyclone is quantified by setting an influent ISS concentration of 0.00 mg ISS/L in Equation 5.5 (Case C). The effect on sludge production of the possible slow degradation of the endogenous residue is quantified by modifying Equation 5.4 to include a first order X_E degradation rate (b_E) of 0.007 d⁻¹ as reported by Ramdani et al. (2012a) (Equation 5.6; Case D). The effect of slow degradation of both X_E and X_U (instead of its removal via the microscreen) is quantified by extending Equation 5.6 to include a first order X_U degradation rate (b_U) of 0.007 d⁻¹ (Equation 5.7; Case E).

Table 5.2 - Model cases

Case	Description	f_{XU}	ISS	b_E	b_U
		g/g	mg/L	d ⁻¹	d ⁻¹
A	Base case	0.13	25	0.000	0.000
B	Ideal microscreen (MS)	0.00 ^a	25	0.000	0.000
C	Case B + Ideal hydrocyclone (HC)	0.00 ^a	0	0.000	0.000
D	Case C + X_E degradation	0.00 ^a	0	0.007	0.000
E	Ideal HC + X_E and $X_{U,Inf}$ degradation	0.13	0	0.007	0.007

^a f_{XU} value of 0.00 only for the last term in Equations 5.4 and 5.6 ($X_{U,Inf}$ accumulation term)

$$Y_{VSS/COD_A} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \left(\frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H \cdot (1 + f \cdot b_H \cdot SRT)}{(1 + b_H \cdot SRT)} + \frac{f_{XU}}{f_{CV}} \right) \quad (5.4)$$

$$Y_{ISS/COD} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \left(\left(\frac{ISS}{COD} \right) + \frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H \cdot (1 + f \cdot b_H \cdot SRT)}{(1 + b_H \cdot SRT)} \cdot \frac{(1 - f_{VT,BM})}{f_{VT,BM}} \right) \quad (5.5)$$

$$Y_{VSS/COD_D} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \left(\frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H}{(1 + b_H \cdot SRT)} \cdot \left(1 + \frac{f \cdot b_H \cdot SRT}{(1 + b_E \cdot SRT)} \right) + \frac{f_{XU}}{f_{CV}} \right) \quad (5.6)$$

$$Y_{VSS/COD_E} = \frac{1}{1 - f_{SU}} \cdot \left(\frac{(1 - f_{SU} - f_{XU}) \cdot Y_H}{(1 + b_H \cdot SRT)} \cdot \left(1 + \frac{f \cdot b_H \cdot SRT}{(1 + b_E \cdot SRT)} \right) + \frac{f_{XU}}{f_{CV} \cdot (1 + b_U \cdot SRT)} \right) \quad (5.7)$$

5.2.2 Full-scale facility

The Morongo Indian Reservation, CA, full-scale Cannibal[®] WRRF was characterized by using the facility historical data, from discussions with the facility staff, and by conducting a sampling campaign during which additional parameters required to prepare a solids inventory and an overall mass balance were measured. This facility has been in operation since August 1, 2004 and data for the 3 year period from January 1, 2006 to December 31, 2008 were used for the characterization as this provided a representative description of the routine mode of operation.

The facility consisted of (Figure 5.2): headworks with a grinder, a 6 mm coarse screen, a vortex grit chamber and a grit classifier; two parallel main bioreactors and an SSIB all designed as sequencing batch reactors (SBRs); effluent infiltration basins for groundwater recharge; and drying beds for the WAS.

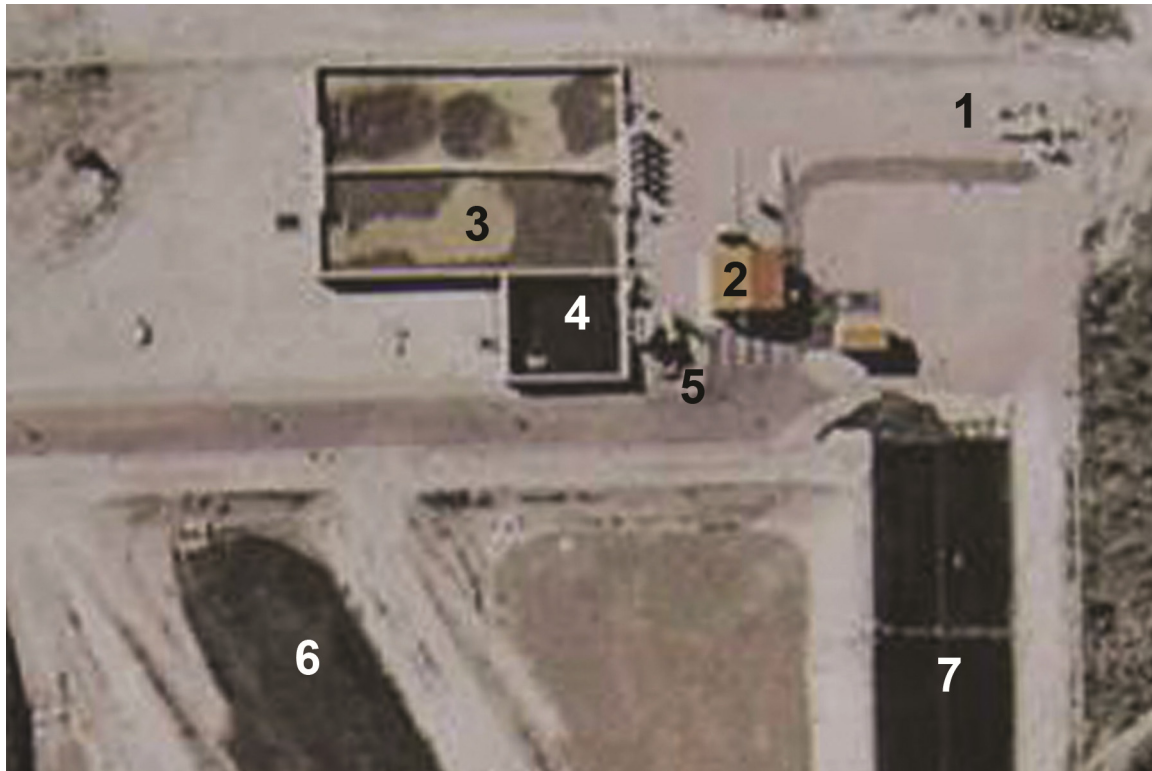


Figure 5.2 - Aerial view of the Morongo Cannibal[®] WRRF: 1-headworks, 2-main building, 3-main bioreactors (SBRs), 4-SSIB, 5-SSM, 6-effluent infiltration basins, 7-drying beds (picture from Morongo WRRF).

A portion of mixed liquor from the main bioreactor is recirculated to the SSM, first to an internally-fed inclined drum microscreen for trash removal (wedgewire 250 μm , Rotoshear, Parkson Corp., FL). The screenings (trash) are washed with tap water and dewatered in a compactor. The screened sludge is then sent to four parallel-mounted 50 mm hydrocyclones for grit removal (apex size = 0.65 cm, vortex finder size = 1.27 cm, FLSmidth Krebs, Denmark). The hydrocyclone overflow is returned to the main bioreactor and the underflow, containing the denser suspended solids (grit), is sent to a grit classifier from which the overflow is further thickened in a geotextile bag that is emptied of when full. The trash from the microscreen and the

grit from the classifier are disposed of in a bin which is emptied on average every month and even if it is not full to prevent nuisances.

The SRT of the facility was calculated by considering the TSS mass (kg) in the main bioreactor and the SSIB, divided by the sum of the daily mass of TSS (kg TSS/d) wasted from the SSIB and the SSM and the mass leaving via the effluent. The daily TSS accumulation in the SSIB was considered to be negligible and the system to be at steady-state in the SRT calculation. The trash and grit bin was assumed to be 75% full when emptied, as estimated by the facility staff, with an average dryness of 35% that was determined during the sampling campaign. The headworks trash and grit were excluded from the overall mass balance calculations and were not accounted for in the raw wastewater characterization. These were removed from the facility in a separate bin.

The overall sludge production was calculated as the sum of the activated sludge yield, the *trash and grit* yield and solids loss via the effluent, divided by the difference between the influent total COD and the filtered effluent COD. The effluent filtered COD was estimated by the difference between the effluent total COD and particulate COD, considering the effluent VSS and a particulate COD to VSS ratio (f_{CV}) of 1.48.

5.3 Results and discussion

This section first presents the activated sludge composition and production based on the model equations by considering (or excluding) trash and grit removal and the slow degradation of the unbiodegradable organic sludge components, X_E and $X_{U,Inf}$. The characterization of the full-scale Cannibal[®] WRRF is then presented followed by estimation of the facility's SRT and sludge production. Finally, the energy demand and expected process niche of the Cannibal[®] process is discussed.

5.3.1 Modeling

The simulated activated sludge composition in terms of X_H , X_E , $X_{U,Inf}$ for SRTs ranging from 0 to 200 d is expressed as a fraction of the total VSS in Figure 5.3. At the very long SRTs reported as typical for the Cannibal[®] process (e.g., 200 d), there is a minimal fraction of X_H remaining and the activated sludge VSS is composed mainly of $X_{U,Inf}$ and X_E . Thus, with an activated sludge

facility operating at a long SRT, sludge reduction processes targeting the X_H component would have little impact. Other processes acting on the X_E and $X_{U,Inf}$ components offer the potential for additional sludge reduction.

The simulated activated sludge production using the default model parameters is shown in terms of g TSS/g COD removed for SRTs ranging from 0 to 200 d (Figure 5.4; Case A). At a very long SRT such as 200 d, the yield would be 0.24 g TSS/g COD. For that same SRT, the activated sludge yield could be reduced to 0.14 g TSS/g COD by removing all $X_{U,Inf}$ through using an "ideal" microscreen (Case B). Adding an "ideal" hydrocyclone to remove all ISS derived from the influent would result in an activated sludge yield of 0.09 g TSS/g COD (Case C). Additional degradation of X_E at a rate of 0.007 d^{-1} would result in activated sludge yield (Case D) of 0.04 g TSS/g COD, the ultimate (but unlikely) "near zero sludge production", and a trash and grit yield (Case A minus Case C) of 0.15 g TSS/g COD. The overall sludge production would then correspond to the sum of the activated sludge yield plus the trash and grit yield of 0.19 g TSS/g COD. The same result could also have been reached with multiple combinations of b_U and trash removal efficiencies of less than 100%. As an example, in the worst case of a screening efficiency of 0%, a b_U of 0.007 d^{-1} would predict a sludge production similar to case C at an SRT of 200 d (Case E).

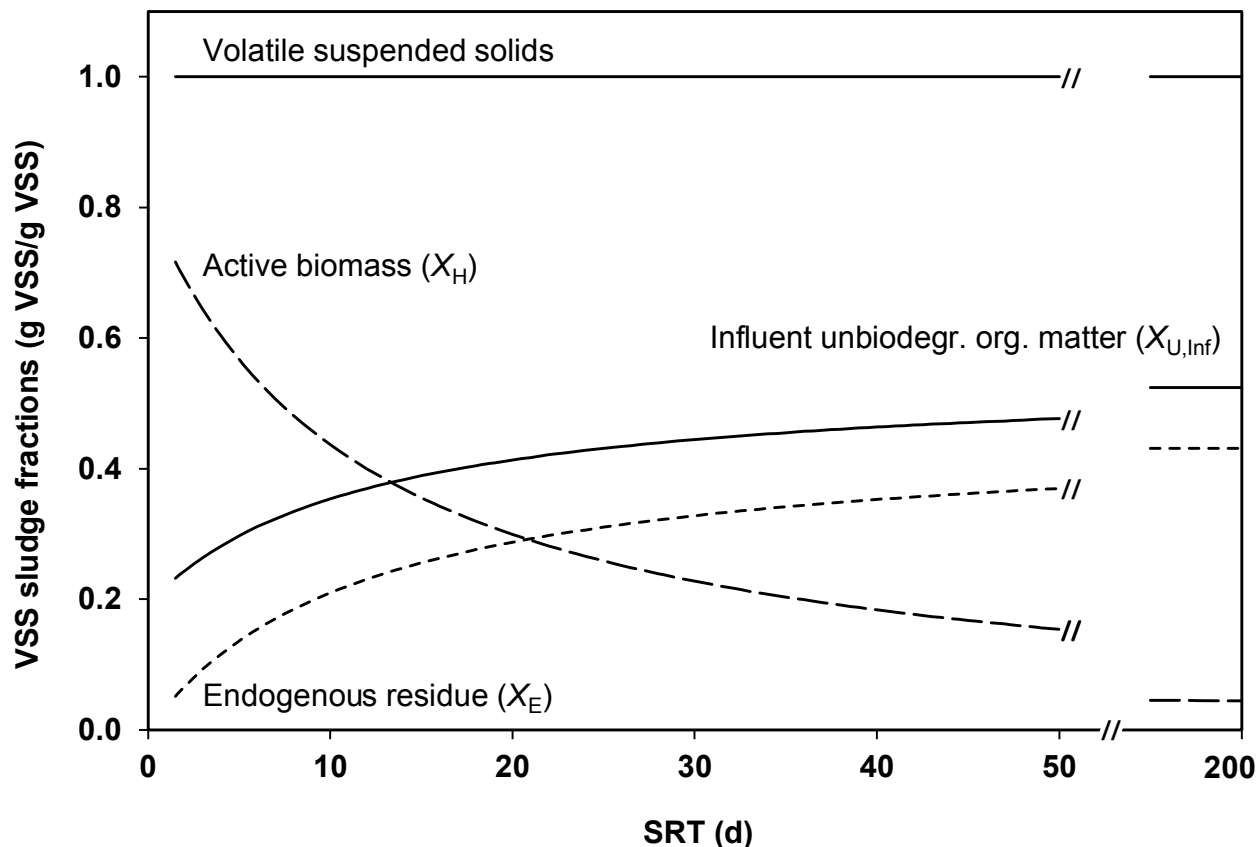


Figure 5.3 - Effect of SRT on volatile solids sludge fractionation for a typical raw wastewater and model parameters (Table 5.1).

Increasing the SRT from 20 d, which corresponds to a relatively long SRT for the conventional activated sludge (CAS) process, to a very long SRT (e.g., 200 d), leads to a relatively small reduction of the sludge production, from 0.29 to a plateau of about 0.24 g TSS/g COD (Case A). The active biomass fraction is reduced from about 30% to less than 5% over the same range of SRT. Efficiently removing strictly trash and grit by physical units has a greater potential to reduce the yield, with an additional 0.15 g TSS/g COD (this value becoming the "trash and grit" yield) over the same range of SRT (Comparing Case A to Case C).

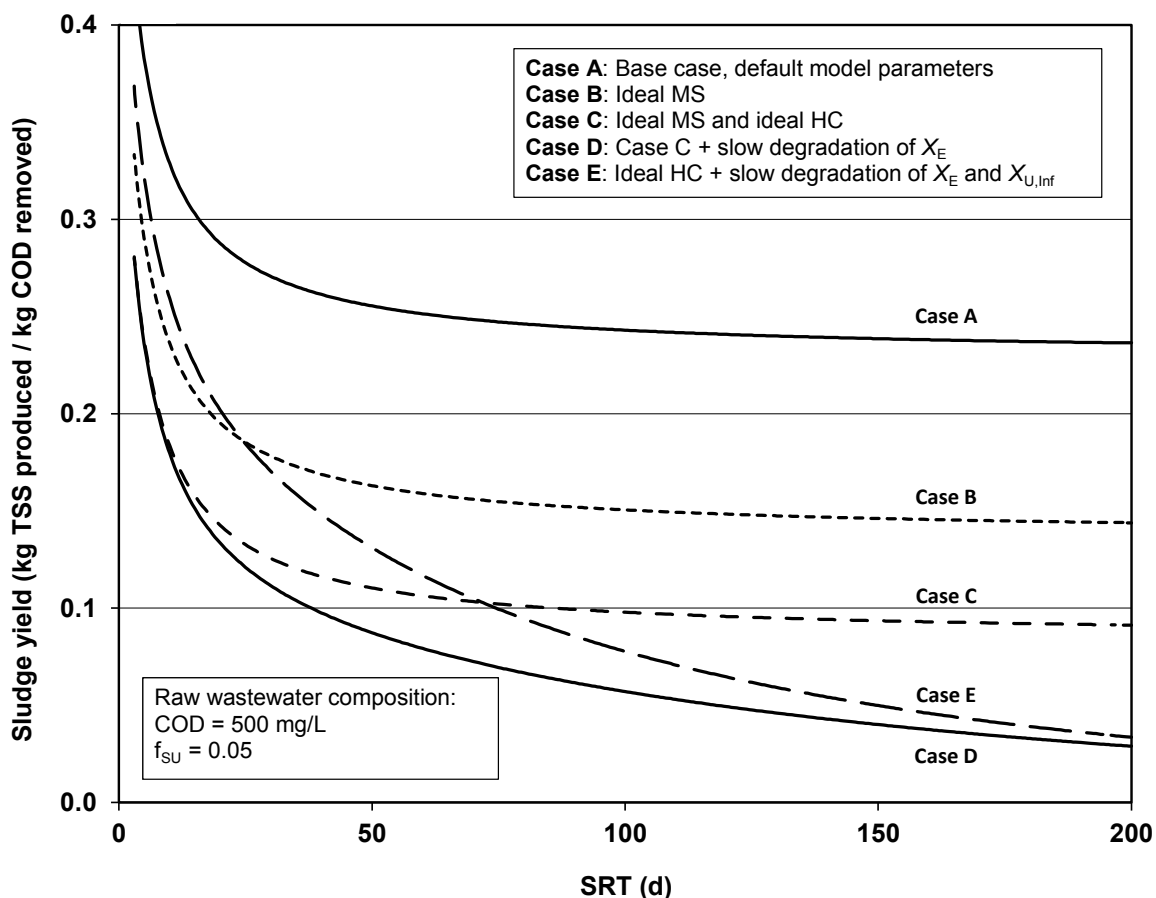


Figure 5.4 - Effect of the sludge retention time on the activated sludge production.

The trash and grit yield obtained from simulations corresponds closely to reported values, whereas the activated sludge production of 0.04 g TSS/g COD obtained for simulations with "ideal" microscreens and hydrocyclones and the slow degradation of X_E (Case D) corresponds to values about two to three times lower than reported values for the Cannibal[®] process. Activated sludge yields ranging from 0.10 to 0.20 g TSS/g BOD₅ (0.05 to 0.10 g TSS/g COD, assuming a typical COD to BOD₅ ratio of 2.0 g/g) have been reported, provided that unbiodegradable solids and ISS are also removed at a "trash and grit yield" of 0.10 to 0.30 kg TSS/kg BOD₅ (0.05 to 0.15 g TSS/g COD) (Roxburg et al., 2006; Johnson et al, 2008; Sandino and Whitlock, 2010). A slightly higher observed sludge production of 0.17 g VSS/g COD at an SRT of 81 d was observed in a laboratory scale Cannibal[®] system, corresponding to a reduction of 56% of the yield when compared to a control system operated at an SRT of 10 d (Giraldo et al., 2007). A similar reduction of 60% in solids was obtained when comparing a Cannibal[®] process with a control

system with an aerobic digester (Novak et al., 2007). In comparison, typical waste activated sludge yield in CAS processes are in the range of 0.6 to 0.8 kg TSS/kg BOD₅ when treating raw wastewaters and operated at conventional sludge retention times (SRTs). The trash and the grit removal units are of course not "ideal" in real-life application and reducing their efficiency would result in similar predictions. The amount of trash removal was reported to range from 90 to 100% in some Cannibal[®] facilities (Sandino and Whitlock, 2010). Based on these observations, some trash and grit removal and the slow degradation of the unbiodegradable particulate organics appear to be necessary to reach the low sludge yields reported for the Cannibal[®] process.

Slow degradation of the so-called *unbiodegradable* sludge components $X_{U,Inf}$ and X_E have been reported in several studies on systems operated at a long SRT (Table 5.3). First order degradation rates for $X_{U,Inf}$ and X_E (b_U and b_E , respectively) of 0.007 d^{-1} were estimated based on the simulation of data from over 30 references for systems with SRTs up to 400 d or under complete sludge retention by Spérandio et al. (2013). Values of b_E from 0.0065 to 0.0075 d^{-1} at 20°C were reported by Ramdani et al. (2012a), with slightly higher values obtained under intermittent aeration conditions when compared to fully aerobic systems. Degradation rates of the endogenous residue (b_E) of 0.005 d^{-1} and 0.012 d^{-1} were obtained at 35°C in batch tests of over 90 d under anaerobic and intermittently aerated conditions, respectively (Ramdani et al., 2010). Slightly higher b_E values of 0.012 to 0.014 d^{-1} were obtained for textile and tannery wastewaters (Lubello et al., 2009). A b_E value of 0.007 d^{-1} thus appears to be a conservative estimate for the intermittent aeration conditions and temperature prevailing in an SSIB treating a raw municipal wastewater.

Table 5.3 - Degradation kinetics for systems operated at a long SRT

Condition*	Temperature °C	b_E d^{-1}	b_U d^{-1}	Reference
AX/OX	n.a.	0.012 - 0.014	0.012 - 0.014	Lubello et al., 2009
AN/AE	35	0.012	n.a.	Ramdani et al., 2010
AN	35	0.0075	n.a.	Jones et al., 2007
AN	35	0.005	n.a.	Ramdani et al., 2010
AN/AE	30	0.0104	n.a.	Ramdani et al, 2012a
AN/AE	20	0.0072	n.a.	Ramdani et al, 2012a
AN/AE	20	0.0075	n.a.	Ramdani et al, 2012a
OX	20	0.0065	n.a.	Ramdani et al, 2012a
OX	20	0.007	0.007	Spérandio et al., 2013

*Notes: AN: anaerobic; AN/AE: anaerobic intermittently aerated; AX: anoxic; OX : aerobic (adapted from Spérandio et al., 2013)

5.3.2 Cannibal[®] process characterization

5.3.2.1 Operating conditions and performance

The full-scale Cannibal[®] facility studied treats municipal wastewater from the Morongo Indian Reservation and the discharge from a water bottling plant which contributes approximately 30% of its average influent flow. The facility is largely underloaded as it treats an average influent flow and a COD load of only 32% and 14% of the design capacity, respectively. The average influent composition and operating conditions based on 3 years of operation, from January 1st 2006 to December 31st 2008, are presented in Table 5.4. Only one SBR was in operation at a time, due to the excess treatment capacity.

Table 5.4 - Average influent parameters and bioreactor operating conditions

	Unit	Value	SD	n
Influent				
Flowrate	m ³ /d	920	250	1096
COD	mg O ₂ /L	774	460	50
BOD ₅	mg O ₂ /L	321	175	161
TSS	mg TSS/L	382	253	198
pH	-	7.4	0.3	187
Temperature	°C	23.5	0.2	186
Drinking water usage	m ³ /d	91	41	1096
SBR1				
volume	m ³	3770	136	334
MLSS	mg TSS/L	3000	549	460
f _{VT}	g VSS/g TSS	0.84	0.04	74
SVI	mL/g	146	57	440
SBR2				
volume	m ³	3880	79	80
MLSS	mg TSS/L	3120	555	261
f _{VT}	g VSS/g TSS	0.85	0.01	45
SVI	mL/g	150	39	255
SSIB				
volume	m ³	1722	n.a.	n.a.
MLSS	mg TSS/L	14 060	3059	115
f _{VT}	g VSS/g TSS	0.75	0.02	21
sludge accumulation rate	kg TSS/d	9.3	n.a.	n.a.

The main bioreactors are operated under intermittent aeration to provide aerobic and anoxic conditions for nitrogen removal. A side-stream interchange bioreactor (SSIB), also operated as a sequencing batch reactor, receives the mixed liquor from the main bioreactors at an average daily flow of about 50 m³/d (not every day). The SSIB is typically operated under a 24 hour cycle consisting of 21, 2 and 1 h periods of mixing without aeration, aeration and settling, respectively,

after which the supernatant is returned to the main bioreactors, resulting in the slow accumulation of solids in the SSIB. Occasional wastage of the mixed liquor is done by sending settled sludge from the SSIB to the drying beds.

The WRRF produces a high quality effluent with greater than 95% COD and BOD₅ removal, and average effluent TSS and total nitrogen concentrations of 7 ± 3 mg TSS/L (n=297) and 4 ± 3 mg N/L (n=30). The activated sludge has reasonable settling properties with a sludge volume index (SVI) averaging about 150 mL/g in the main bioreactors (Table 5.4). The settleability of the sludge appeared remarkably good considering the very long SRT of the facility. Reaching such a high SRT would not be possible without good settleability in the SSIB as well. The fact that the SSIB provides long settling periods may contribute to performance by increasing floc size and density. The likely presence of dense polyphosphates accumulating organisms may also improve settleability (Johnson et al., 2008). The settling properties were found to be much better when using an anaerobic side stream reactor operated with periods without agitation, when compared to other control processes (Chon et al., 2011).

The screenings at the Morongo WRRF were continuously washed with tap water and under pressure (7.5 bar) during screening operations and appeared similar to whitish paper pulp. The screenings VSS to TSS ratio (f_{VT}) ranged from 90 to 93%, which is significantly higher than that of the mixed liquor itself prior to screening that has an average f_{VT} of 0.84 ± 0.03 g VSS/g TSS (n=119). An f_{VT} value of 90% was also reported by Johnson et al. (2008) for screenings from Cannibal[®] facilities. Microscreening tests on activated sludge and WAS from facilities without primary clarification indicated that all screenings had a similar f_{VT} of 0.90 ± 0.04 g VSS/g TSS, independently of the incoming sludge f_{VT} , ranging from 0.50 to 0.85 g VSS/g TSS (Mansour-Geoffrion et al., 2013). In that study there was little capture by microscreening at facilities with primary clarification, with an average 0.005 g VSS of screening per g TSS screened (n=13), compared to a facility without primary clarifiers, with an average of 0.024 g VSS of screening per g TSS screened (n=10). The f_{VT} of the grit after the classifier and in the geotextile bag was of 0.32 and 0.23 g VSS/g TSS. These observations indicate that the microscreen and the hydrocyclone in the SSM selectively removed trash and grit, respectively, and a minimal proportion of other sludge fractions. Efficient fine screening and degritting at the headworks and primary clarification could possibly replace the SSM in the Cannibal[®] process but would require

much larger equipment since the total flowrate would have to be treated instead of a portion of concentrated mixed liquor. The amount of tap water used in the drum microscreen, of about 10% of influent wastewater flowrate, could be excessive for larger WRRF. Without such cleaning, a greater proportion of other sludge components would be expected to be wasted together with the trash and nuisance odors may be a concern.

The fate of the phosphorus entering the Morongo facility remains unclear as no data were provided for effluent P. Chemical precipitation and enhanced biological phosphorus removal have been reported as possible mechanisms for P removal in the Cannibal[®] process. In the simulation of a Cannibal[®] process with an EBPR process configuration, the simulated soluble phosphorus concentrations reached over 900 mg P/L in the SSIB (Johnson et al., 2008). These authors stated that lower concentrations between 100 and 200 mg P/L should be expected in real-life applications based on knowledge with full-scale systems, possibly because of the formation of precipitates (e.g., struvite) at these high P concentrations. This concentration would still be too high to return the supernatant from the SSIB to the main bioreactor without a prior side-stream P removal process where P limits are enforced (Johnson et al., 2007). A sustained 98% P removal was achieved in a bench-scale Cannibal[®]-EBPR process, but the authors could not conclude on the fate of the phosphorus as the P mass balance only accounted for 67% of the phosphorus load (Goel and Noguera, 2006). Unlike the Kjeldahl digestion method, the one using persulfate may not have oxidized all the solids containing P, thus leading to a poor mass balance. The robustness of the P removal processes involved in the Cannibal[®] process still needs further investigation.

5.3.2.2 Solids inventory & Mass balance

The operating mode of the SSIB with return of supernatant to the main bioreactor (SBR) resulted in a 4.5 times greater MLSS concentration in the SSIB (14.1 g TSS/L) than in the SBR bioreactor (3.1 g TSS/L) and in 67% of the TSS sludge inventory being in the SSIB bioreactor (Table 5.4 and Figure 5.5). The sum of the daily loss of suspended solids to the effluent (7 kg TSS/d) and of the activated sludge solids (expressed as dry matter; DM) that are occasionally wasted from the SSIR to the drying beds (38 kg DM/d on average but not every day) contributed about equally to the sum of solids that are wasted daily as trash and grit from the SSM (43 kg DM/d; Figure 5.5). This daily trash and grit wastage corresponded to 15% of the daily influent BOD₅ mass (296 kg

BOD₅/d) which is lower than the 20 to 30% expected (Johnson et al., 2008). The average solids accumulation in the SSIB was 9.3 kg TSS/d and 7.0 kg VSS/d over the three year period. This solids inventory gives better insight into the mode of operation of the facility and allows the calculation of the SRT, overall mass balance and overall sludge production.

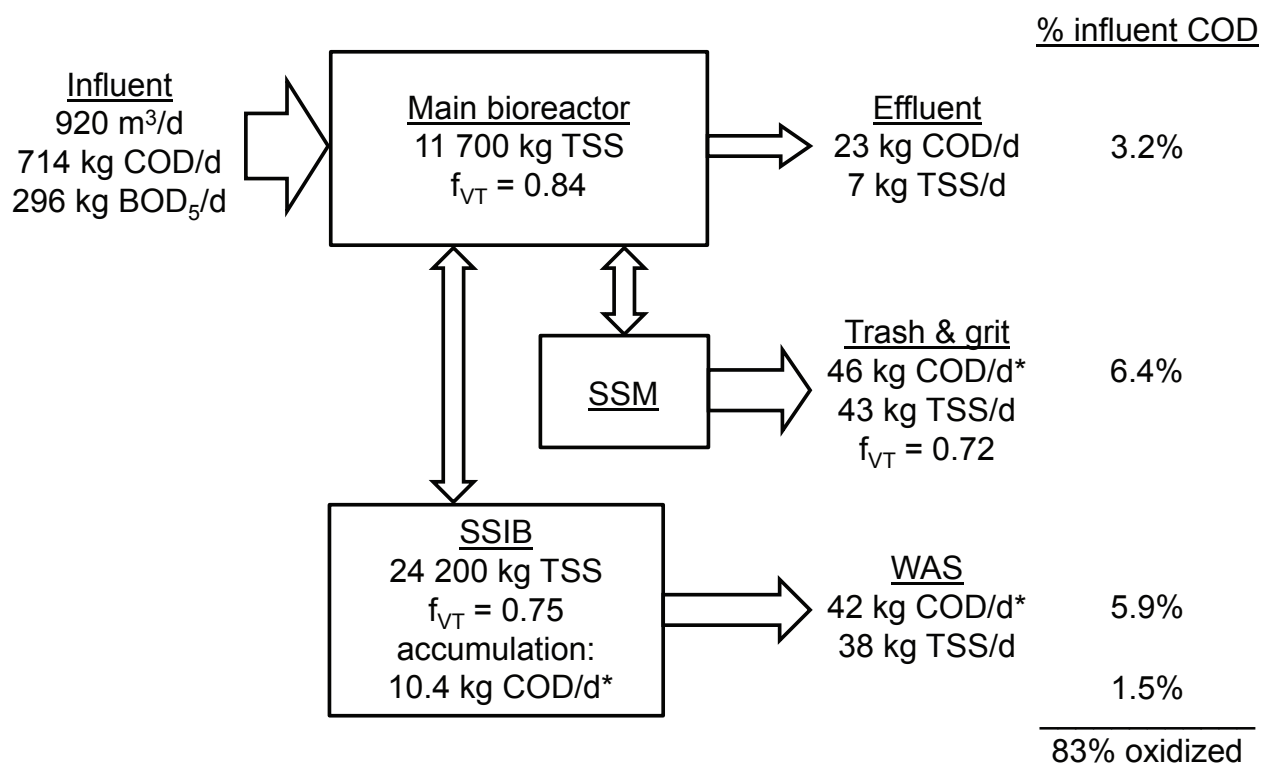


Figure 5.5 - Solids inventory and overall mass balance for the Morongo Cannibal[®] WRRF.

Notes: SSIB: side-stream interchange bioreactor; SSM: solids separation module.

*Assuming an f_{CV} of 1.48 g COD/g VSS.

The resulting SRT of the whole facility, based on the TSS inventory, is estimated to be of about 400 d. The overall mass balance (Figure 5.5) shows that 3.2, 6.4, 5.9 and 1.5% of the COD entering the system exits as loss via the effluent, as excess mixed liquor sent to the drying beds and as trash and grit, and accumulates in the system, respectively, resulting in 83% (by difference) of the COD being oxidized. The overall sludge production, considering all exiting and accumulating solids, is estimated to be 0.14 g TSS/g COD (0.09 g VSS/g COD), including a trash and grit yield of 0.06 g TSS/g COD. This is much lower than the expected sludge production of 0.23 g TSS/g COD typical for CAS municipal wastewater treatment and default model parameters (Table 5.1) for that same SRT (Case A for an SRT of 400 d). Should all the trash and

grit be removed by the SSM (Case C), an activated sludge yield of 0.09 g TSS/g COD would be expected at the same SRT of 400 d.

Since the removal of all the trash and grit in the SSM is unrealistic, it appears that the degradation of the “unbiodegradable” organic solids coming from the influent ($X_{U,Inf}$) and produced as endogenous residue (X_E) must be accounted for to reach the low yields reported for the Cannibal[®] process. This degradation is most likely to be observable, as suggested by other researchers, when the SRT is long enough, which is the case at the Morongo WRRF. However, it should be recognized that the additional reduction could also be a consequence of fermentation in the side stream interchange bioreactor (Table 5.3).

The sensitivity of the assumptions made to evaluate the trash and grit yield on the overall yield was assessed by changing those values to high and low values. The yield values presented above for the studied facility are based on the assumptions that the trash and grit bin was filled to an average of 75% full when disposed of, as estimated by the facility staff, and that trash and grit dryness was 35%. The trash and grit bin is the only output of the system where assumptions were needed because of an absence of weight measurements to complete the overall mass balance. By considering the bin to be disposed of being 50% and 100% full (35% dryness), the overall sludge production varied from 0.12 to 0.16 g TSS/g COD, instead of 0.14 g TSS/g COD. By considering dryness of 20 and 50% (bin filled to 75%), the overall sludge production would be of 0.11 and 0.17 g TSS/g COD, respectively. These values are in the same range as those presented above when considering the initial assumptions. Therefore, these assumptions are not sensitive enough to affect the observations and conclusions presented.

5.3.2.3 Energy consumption and Cannibal[®] niche

The average electrical usage of the whole facility over the period studied was 1480±354 kWh/d (n=1095), corresponding to 1.6 kWh/m³ of treated wastewater. This value is 2.6 times higher than the 0.6 kWh/m³ of treated wastewater expected for a 3780 m³/d (1 mgd) capacity CAS facility (WEF, 2009). The fact that nearly 85% of the influent COD was oxidized compared to the more typical value of about 60% in a CAS process (based on an observed yield of 0.4 g COD/g COD at an SRT of 10 d from Case A) contributes to the high energy demand of the Cannibal[®] process.

The electricity consumption associated with the Cannibal[®] part of the process was of 116 kWh/d. The equipment considered in that consumption, in decreasing order of electricity consumption, are the: SSIB blowers, grit pump feeding the hydrocyclones, SSIB tank mixer, microscreen, trash compactor and grit classifier. This corresponds to about 8% of the total consumption in the whole facility, leaving over 92% of the power consumption to the headworks, the SBRs, the WAS pumps and the main building electricity.

The high electricity demand required to oxidize most of the COD and the resulting reduction of the sludge production identifies the niche of the Cannibal[®] process. The advantage of using the Cannibal[®] process over other secondary treatment processes is very site-specific and is most likely to be favorable for small- to medium-sized plants, particularly those below the threshold for anaerobic digestion systems, as pointed out by Roxburgh et al. (2006), and where sludge disposal costs are high and electricity costs are low. The capacity of the 28 Cannibal[®] facilities treating municipal wastewaters reported by Sandino and Whitlock (2010) ranged from 4000 to 230 000 m³/d (1 to 17 mgd), with a median of 45 000 m³/d (12 mgd), which appear just below the threshold for anaerobic digestion.

5.4 Conclusions

Based on modeling and full-scale data, the essential functions of the Cannibal[®] process for the reduction of sludge production appear to be:

- to provide a long sludge retention time (SRT);
- to remove most of the influent trash and grit from the sludge through physical processes of microscreening and hydrocycloning; and
- to facilitate slow degradation of the "unbiodegradable" influent particulate organics ($X_{U,Inf}$) and the endogenous residue (X_E).

The Cannibal[®] facility studied consumes over 2.5 times more electricity than a conventional activated sludge process of comparable capacity. Savings on the sludge disposal costs may compensate for energy demand in some cases. The fate of the phosphorus in the Cannibal[®] process remains unclear and needs further investigation.

CHAPITRE 6 ARTICLE 3: OZONATION OF ENDOGENOUS RESIDUE AND ACTIVE BIOMASS FROM A SYNTHETIC ACTIVATED SLUDGE

Cet article a été publié dans la revue *Water Science and Technology* 63 (2) 2011, 297-302.

Labelle, M.-A.^{a*}, Ramdani, A.^a, Déléris, S.^b, Gadbois, A.^c, Dold, P.^d, Comeau, Y.^a

^a Department of Civil, Geological and Mining Engineering, Ecole Polytechnique of Montreal, P.O. Box 6079, Station Centre-ville, Montreal (Quebec) H3C 3A7, CANADA (abdellah.ramdani@polymtl.ca; yves.comeau@polymtl.ca)

^b Anjou Recherche - Veolia, Chemin de la Digue, 76 400, Maisons-Laffitte, FRANCE (stephane.Déléris@veolia.com)

^c John Meunier Inc., 4105 Sartelon Street, Saint-Laurent (Quebec) H4S 2B3, CANADA (agadbois@johnmeunier.com)

^d EnviroSim Associates, 7 Innovation Drive, Flamborough (Ontario) L9H 7H9, CANADA (dold@envirosim.com)

* Corresponding author (marc-andre.labelle@polymtl.ca)

Abstract

Coupling the activated sludge and the ozonation processes is an efficient, although expensive, solution for sludge reduction. A better knowledge of the mechanisms involved in the degradation of various sludge fractions by ozone is needed to optimize the coupled process. The objectives of this study were to determine the biodegradability of ozone-solubilized endogenous residue, the action of ozone on the active biomass and the solubilization yield of these two main sludge

fractions. Batch tests were conducted with slug input of ozone stock solution into fresh or aerobically digested synthetic sludge. Biodegradability of the solubilized endogenous residue was increased by ozonation by up to 0.27 g BOD₅/g COD_i. Ozone caused biomass lysis, as opposed to an increase in maintenance needs, as shown by a correlation between the decrease in microbial activity and viability. Lysis caused by ozonation was associated with a solubilization of 20% of the lysed cell COD mass. Solubilization yields were of 9.6 and of 1.9 to 3.6 g COD/g O₃ for fresh and aerobically digested sludge, respectively. Design of sludge ozonation processes should account for the variability between the solubilization yield and biodegradability of the various sludge fractions.

Keywords : Active biomass, Endogenous residue, Lysis, Sludge reduction, Solubilization yield.

6.1 Introduction

Coupling of the activated sludge and ozonation processes (AS-O₃) is an efficient solution for sludge reduction at the source (Déléris, 2001; Chu et al., 2009) but results in high costs when compared to conventional sludge treatment and disposal trains (Böhler and Siegrist, 2004; Nagare et al., 2008). A better understanding of the ozone degradation mechanisms of the main sludge fractions is needed to optimize the sludge reduction process. The sludge solubilization yield (η_{O_3}) and the biodegradability of the solubilized organics are of prime importance when evaluating sludge ozonation performance for sludge reduction (Chu et al., 2009).

Sludge solubilization by ozone is the result of both cell lysis and molecular weight reduction of particulate fractions (Yan et al., 2009). Solubilization efficiency by ozonation is affected by many parameters such as the sludge nature, the mode of ozone transfer, continuous or intermittent, the applied dose, the gas phase ozone concentration, the ozone reaction pathway, the screening effect of solubilized or soluble compounds initially present, the floc particle size distribution and the reactions with particulate or dissolved inorganic matter acting as scavengers. Changes in the respective proportions of the sludge fractions in the sludge, as affected by process sludge retention time (SRT), could significantly affect the coupled process.

The objectives of this study were to determine the biodegradability of the endogenous residue (X_E) after solubilization by ozone, the effect of ozone on the active biomass (X_H) and the solubilization yield of those two main sludge fractions.

6.2 Material & methods

6.2.1 Synthetic sludge

Fresh sludge was taken from a pilot scale (215 L) membrane bioreactor (model ZW10, Zenon, Canada) fed with acetate as sole carbon source and operated under steady-state conditions for a period of 250 days. The characteristics of the MBR and the composition of the feed, fresh sludge and digested sludge are presented in Table 6.1. Fresh sludge organic particulate matter was essentially made up of X_H and X_E as no unbiodegradable organic particulates were entering the system. Particle size distribution was measured by laser diffraction (Malvern, Mastersizer 2000).

6.2.2 Endogenous residue

Fresh sludge was digested aerobically in an 18 L mechanically mixed tank protected from light for 40 days to convert the active biomass to endogenous residue. Tank walls were brushed daily and ultra-pure water was added 2 to 3 times per week to balance evaporation. Alkalinity and pH were maintained to that of the MBR by NaHCO_3 addition. Digested sludge was centrifuged and resuspended in ultrapure water to 3 g COD/L.

Table 6.1 - Characteristics of the pilot scale MBR system, MBR feed, fresh and digested sludges

Parameter	Units	Value	std
Feed			
Flowrate	L/d	445	1
Acetate	mg COD/L	361	2
TKN	mg N/L	26.6	0.5
o-PO ₄	mg P/L	6.4	0.3
Operation			
HRT	h	11.7	0.1
SRT	d	5.2	0.1
Temperature	°C	20	0.3
Fresh sludge			
TSS	mg/L	940	20
VSS	mg/L	870	20
COD	mg O ₂ /L	1280	30
Permeate COD	mg O ₂ /L	10	1
Active biomass	% COD	68	1
Median floc size (D50)	µm	40 to 80	
Digested sludge			
VSS	g/L	2.0	0.1
COD	g/L	3.0	0.1

6.2.3 Batch ozonation tests

Ozone stock solution was prepared in an ice-immersed diffusion column by bubbling ozone in ultrapure water before slug injection into sludge samples. The ozone generator (OzoneLab, model OL100) was fed with UHP oxygen. Ozone concentration in the stock solution (0.5 to 1 mM) was determined by the indigo carmine method. Volumes of ozonated sludge and ozone stock solution (600-650 ml) were measured by weight with a 0.1 g precision balance. Ozone dose applied was expressed as the ratio of transferred ozone to initial total COD (COD_i) concentration.

6.2.4 Analytical methods

Chemical oxygen demand (COD), 5-day biochemical oxygen demand (BOD₅), total organic carbon and total and volatile suspended solid (TSS, VSS) were performed as described in APHA et al. (2005). Protein and humic substances were measured by the Lowry method with bovine serum albumine (Sigma-Aldrich) as a standard and by considering their mutual interference (Lowry et al., 1951; Frølund et al., 1996). Carbohydrates were measured by the Dubois et al. (1956) method using glucose (Accros Organics) as a standard.

The fresh sludge biomass concentration (X_H ; mg COD/L) was estimated from endogenous respiration rates by the aerobic batch digester method (van Haandel et al., 1998), and using a conversion factor of 1.42 g COD/g VSS.

Relative biomass concentration was evaluated by measuring activity and viability before and after ozonation. Activity was determined by respirometry (AER-200, Challenge Technology, AR, USA) in presence of a phosphate buffer and of excess substrate (400 mg COD-acetate/L). Viability was measured with LIVE/DEAD *BacLight*® kits (Invitrogen, Kit L13152) and a spectrofluorometer (Shimadzu RF-5301PC) using the Molecular Probes protocol (MP 07007). Viability standards were prepared by mixing different ratios of fresh sludge (maximum viability) and alcohol (2-propanol, 70%) treated sludge (zero viability).

6.3 Results & discussion

6.3.1 Effect of O_3 on endogenous residue

6.3.1.1 Biodegradability

The biodegradability of the ozonated endogenous residue (X_E) increased linearly ($r^2=0.95$) up to a dose of 450 mg O_3 /g COD_i and until a solubilization degree of 95% ($r^2=0.98$; Figure 6.1). Maximum biodegradability was 0.27 g BOD_5 /g COD_i . The close relationship between BOD_5 and $sBOD_5$ curves at a given O_3 dose showed that biodegradability was mostly associated with the solubilized organics. Biodegradability of the X_E is thus increased by O_3 solubilization and the unsolubilized X_E remained mostly unbiodegradable.

Biodegradability of the solubilized X_E increased up to a solubilization degree of 0.6 g C/g C before reaching a plateau of 0.8 g $sBOD_5$ /g fTOC (Figure 6.1). This result differs from the decrease in biodegradability of the soluble COD (0.6 to 0.3 g $sBOD_5$ /g sCOD) with increasing solubilization degree (0.15 to 0.6 g COD/g COD) observed by Saktaywin et al. (2005).

The short-term biodegradability of COD solubilized from municipal sludge was of 0.36 and 0.38 g BOD_5 /g COD at doses of 47 and 200 mg O_3 /g COD_i , respectively, in the work of Paul and Debellefontaine (2007) who concluded that the solubilized COD was entirely biodegradable.

Low doses between 4 and 11 mg ozone/g TSS showed an increase in sludge biodegradability during pilot scale testing of Dogruel et al. (2007), who observed the highest sludge reduction efficiency (sludge reduction/ozone transferred) at the lowest applied dose. Biodegradability of solubilized organics from five sludges (4 from wastewater plants and one from artificial sewage) reached up to 80 to 90% at a solubilization degree of 0.3 (Saktaywin et al., 2005; Nagare et al., 2008).

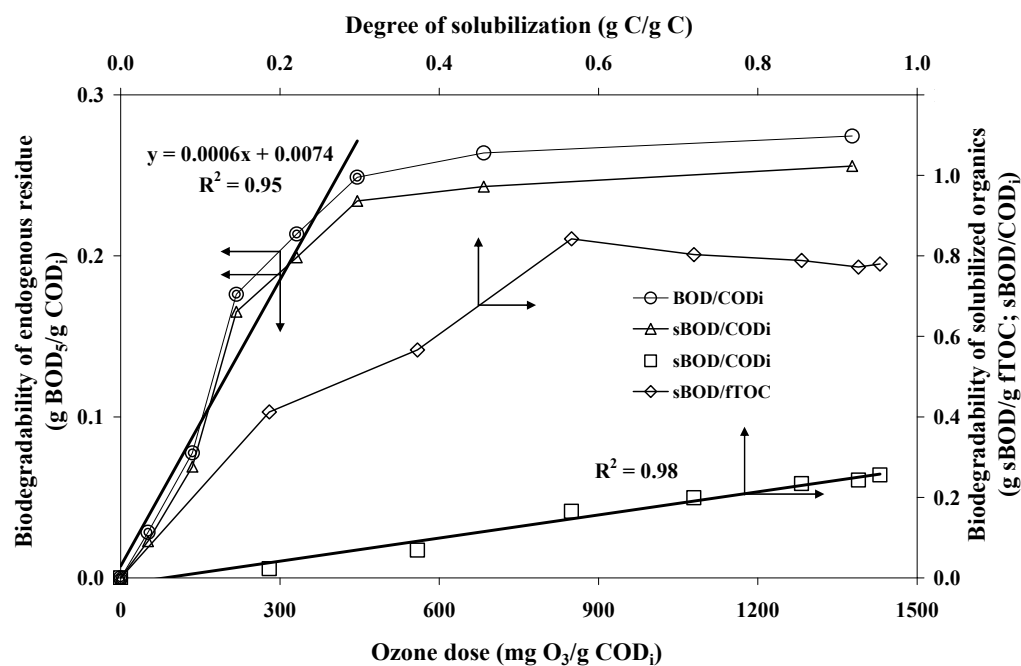


Figure 6.1 - Biodegradability and solubilization of endogenous residue.

The increase in effluent soluble COD (S_U) is an indirect means for measuring the biodegradability of solubilized matter in an AS- O_3 process. Increases of S_U concentrations were observed in the effluent of pilot scale (Délérís et al., 2002) and lab scale (Nagare et al., 2008) AS- O_3 processes, indicating that part of the solubilized COD was unbiodegradable. The amount of S_U generated from sludge reduction was of 0.14 g COD/g reduced COD (0.15 g COD/g reduced TSS) in the work of Böhler and Siegrist (2004). The S_U concentration was not significantly affected at pilot scale in the work of Lee et al. (2005) who concluded that solubilized COD was entirely biodegradable.

The biodegradability of various ozonated recalcitrant compounds presented in the review paper of Alvares et al. (2001), with results averaging 0.3 g BOD₅/g COD and optimal doses ranging from 0.23 to 1.04 g O₃/g COD_i, was similar to that obtained for endogenous products in this work. The biodegradability of solubilized endogenous residue obtained in this study is similar to reported values for recalcitrant compounds and lower when compared to published values for activated sludge, indicating that its biodegradability is inferior to that of other solubilized sludge fractions. An increase in S_U proportional to the amount of solubilized $X_{U,P}$ and to SRT, is thus expected in the effluent of an AS-O₃ process.

6.3.1.2 Solubilization of endogenous residue

The solubilization of the endogenous residue in the digested sludge was quasi-linear for doses up to 450 mg O₃/g COD_i, with η_{O_3} ranging from 1.9 to 3.6 g COD/g O₃ (data not shown). Since centrifuged digested sludge was resuspended in ultrapure water the screening effect by soluble organics was minimized. The appearance of a solubilization plateau of 95% over doses of 800 mg O₃/gCOD_i indicates that no mineralization occurred.

Mineralization of organic matter into CO₂ by ozonation is usually observed in gas–liquid transfer systems. At a similar dose and solubilization degree as in this study and at very high O₃ dose ($\geq 8\,000$ mg O₃/g VSS), 15% and complete mineralization ($\geq 95\%$), respectively, were observed by Délérís (2001). The method of ozone transfer used in this study could explain the absence of mineralization and reoxidation of solubilized matter.

6.3.2 Effect of ozone on active biomass

6.3.2.1 Decay

Relative activity and viability of active biomass in fresh sludge decreased linearly with the ozone dose, down to about 50% at the maximal applied dose (Figure 6.2). The close relationship between viability and activity indicate that the attacked biomass was no longer viable. The ozone action on active biomass can thus be ascribed to decay rather than to an increase in energy requirement for maintenance or reactivation.

Decay was of 43 g X_H /g transferred O_3 , corresponding to a concentration of lyzed biomass at the maximal applied O_3 dose of 425 mg COD/L. The proportion of unsolubilized lyzed biomass at that same dose was evaluated to be 80% by considering a proportional solubilization in respect to particulate fractions concentrations (Déléris, 2001). This unsolubilized dead cell mass, that can be considered as biodegradable particulate matter (X_B), is not accounted for in existing sludge ozonation models and could significantly influence the predicted sludge reduction. The impact of biomass lysis on sludge reduction was studied in a simplified model by Déléris (2001) and showed that the potential sludge reduction was limited to 20% at a SRT of 10 d. The sludge reduction potential attributed to the active biomass fraction in the sludge is thus fairly limited, decreases with the SRT and must allow enough residual biomass to ensure treatment efficiency. Considering the X_B generated from cell decay would increase the predicted sludge reduction, especially at low SRT.

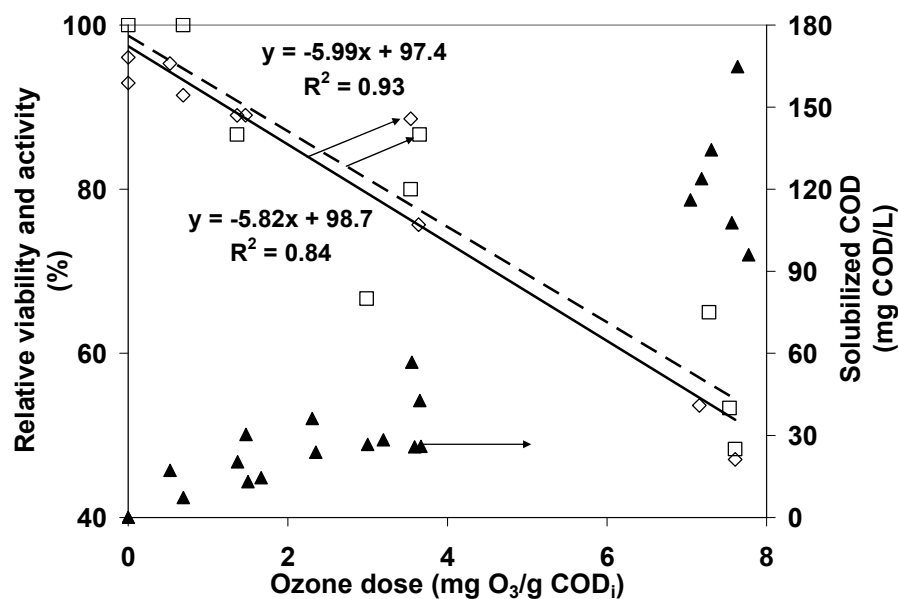


Figure 6.2 - Effect of ozone on the relative viability (\diamond) and activity (\square) and on the solubilization of fresh sludge.

Active biomass decreased by 90%, 70% and 50% at doses of 90 mg O_3 /g COD_i , 30 mg O_3 /g TSS and 80 mg O_3 /g VSS in the work of Déléris (2001), Saktaywin et al. (2005) and Zhao et al. (2007), respectively. Most of the biomass activity was lost at doses between 100 to 140

mg O₃/g TSS in the work of Yan et al. (2009). Reported O₃ doses in the literature to obtain a similar effect on biomass activity are higher than those observed in the current work. The low dose required to cause lysis in this study could result from the liquid-liquid ozone transfer method employed.

6.3.2.2 Threshold

There was virtually no threshold dose to observe an effect on biomass, as activity and viability started to decrease at ≤ 2 mg O₃/g COD_i (Figure 6.2). Threshold doses of 10 and of 0.9 to 13.6 mg O₃/g COD_i were reported by Paul and Debellefontaine (2007) and by Délérís (2001), respectively, in gas-liquid ozone transfer systems. A theoretical analysis of the ozone diffusion in those systems showed that the effective thickness of the film was never greater than 10 μm , therefore that ozone action was localized at the interface of ozone gas bubbles (Paul and Debellefontaine, 2007).

The low threshold level observed can be attributed to the liquid-liquid ozone transfer used in this study, supporting a more homogeneous ozone concentration in the sludge and ozone penetration in the floc. The small floc size, the spatial organization resulting from this and the absence of $X_{U,\text{Inf}}$ in the synthetic sludge could also have lowered the threshold level.

6.3.2.3 Fresh sludge solubilization

Solubilization of fresh activated sludge was proportional to O₃ dose with η_{O_3} of 9.6 ± 3.3 g COD/g O₃ (n=19; Figure 6.2). Solubilized organics were composed mainly of carbohydrates and proteins and humic acid concentration was not affected by solubilization (data not shown). Measured proportions of carbohydrates, proteins and humic substances were of 29 ± 7 , 20 ± 10 and $6 \pm 6\%$ (n = 22) of the sCOD. The major constituents of extracellular polymers substances in sludge are carbohydrates, proteins and humic substances and the reported ratio of protein to carbohydrate varies from 0.2 to 5 (Frolund et al., 1996). Carbohydrates and proteins η_{O_3} observed by Zhao et al. (2007) were of 1.0 and 0.2 mg COD/g O₃, respectively, and proportional to ozone doses up to 200 mg O₃/g MLSS. The low proportion of humic substances solubilized from the synthetic sludge in this study can be attributed to the absence of unbiodegradable organic matter in the synthetic feed that usually biosorb onto biological flocs.

Solubilization yields reported in the literature for municipal activated sludge range from 1.0 to 8.2 g COD/g O₃ (Table 6.3). Varying η_{O_3} values were obtained on a single sludge by Dogruel et al. (2007), with 2.7, 4.3, 3.8 and 5.9 g COD/g O₃ for doses of 3, 5, 8 et 9 mg O₃/g COD_i, respectively. For various municipal sludges of variable composition Paul and Debellefontaine (2007) obtained an η_{O_3} of 2.1 g COD/g O₃. For three sludges from a pilot scale AS-O₃ system operated under different conditions and at doses below 200 mg O₃/g COD_i, Déléris (2001) observed an η_{O_3} of 4.3 g COD/g O₃ and concluded that ozone attack of various particulate sludge fractions was proportional to their relative COD concentration. The solubilization yield in the sludge for our study was much higher on fresh sludge containing a high proportion (68%) of active biomass than on sludge after aerobic digestion, the latter being in accordance with reported values for municipal activated sludge.

Table 6.2 - Solubilization yield observed in the literature (g COD/g O₃)

Solubilization yield	Source
9.6	This study (synthetic sludge)
8.2	Zhang et al., 2009
4.8	Manterola et al., 2008
4.3	Déléris, 2001
4.1 to 7.7	Nagare et al., 2008
3.2	Yan et al., 2009
2.7 to 5.9	Dogruel et al., 2007
2.1	Paul et Debellefontaine, 2007
0.7 to 3.6	This study (digested sludge)
1.0	Ahn et al., 2002a
1.0	Egemen et al., 2001

6.4 Conclusions and perspectives

Batch ozonation of synthetic activated sludge containing essentially endogenous residue and active biomass (with no inert particulate matter from the influent) led to the following conclusions:

- Endogenous residue biodegradability was increased up to 0.27 g BOD₅/g COD_i by ozonation, a value similar to that reported for recalcitrant compounds and lower when compared to published values for activated sludge;
- Ozone caused active biomass lysis with an efficiency of 40 g X_H/g O₃ and 80% of lysed cells remained as particulate matter;
- Solubilization yield of endogenous residue was 1.9 to 3.6 g COD/g O₃ and proportional to dose between 0 and 450 mg O₃/g COD_i;
- Solubilization yield on fresh sludge was 9.6 ± 3.3 g COD/g O₃, with solubilized COD mainly composed of polysaccharides and proteins.

Active biomass and endogenous fractions exposed to ozone have different solubilization yields and biodegradabilities; also a significant part of lysed biomass remains as particulate matter in the sludge. Therefore, the cost of ozonation as a function of SRT and the impact of increased energy requirements related to the increase in biodegradability should be re-evaluated.

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Ce chapitre débute par une description du contexte dans lequel les travaux constituant cette thèse ont été réalisés. Un sommaire des contributions originales de la thèse est ensuite présenté. La dernière section présente la validité des hypothèses scientifiques originales.

7.1 Intégration au projet FPB en BRM

Ce projet de doctorat sur la réduction de la production de boues a été réalisé dans le cadre d'un projet de recherche CRSNG R&D Coop intitulé *Faible production de boues en bioréacteur à membranes* (FPB en BRM). Les objectifs spécifiques de ce projet de recherche étaient de (Figure 7.1) :

- 1) déterminer les conditions permettant un accroissement nul de la biomasse active en BRM;
- 2) développer un modèle mathématique qui tienne compte des composés et des processus d'intérêt pour la faible production de boues (FPB) en BRM; et de

développer un procédé de:

- 3) biodégradation des matières particulaires organiques non biodégradables provenant de la respiration endogène (X_E) en condition aérobie avec ou sans fermentation hypoxie;
- 4) biodégradation des matières particulaires organiques non biodégradables de l'affluent ($X_{U,Inf}$) en conditions aérobies avec ou sans fermentation hypoxie;
- 5) séparation physique des matières particulaires organiques grossières (*trash*, e.g. débris fibreux);
- 6) séparation physique des matières particulaires inorganiques denses grossières (*grit* ;e.g. sable, silt);
- 7) ozonation des matières particulaires organiques.

Des travaux antérieurs réalisés dans le cadre du projet FPB en BRM et en lien avec cette thèse portaient spécifiquement sur les objectifs 1, 3, 5 et 6. Ces travaux ont permis de déterminer les fractions f_{CV} ainsi que la composition élémentaire (C, H, O, N et P) de la biomasse active (X_H) et

du résidu endogène (X_E), la biodégradabilité du X_E sous différentes conditions environnementales et à TRB très élevé, et le potentiel de la séparation physique des matières particulaires non biodégradables par microtamisage et hydrocyclonage (Ramdani et al., 2010; 2012a; 2012b; Mansour-Geoffrion, 2013). Les travaux actuels se sont appuyés sur ces travaux antérieurs afin de permettre la réalisation des objectifs 2, 4 et 7 du projet FPB en BRM.

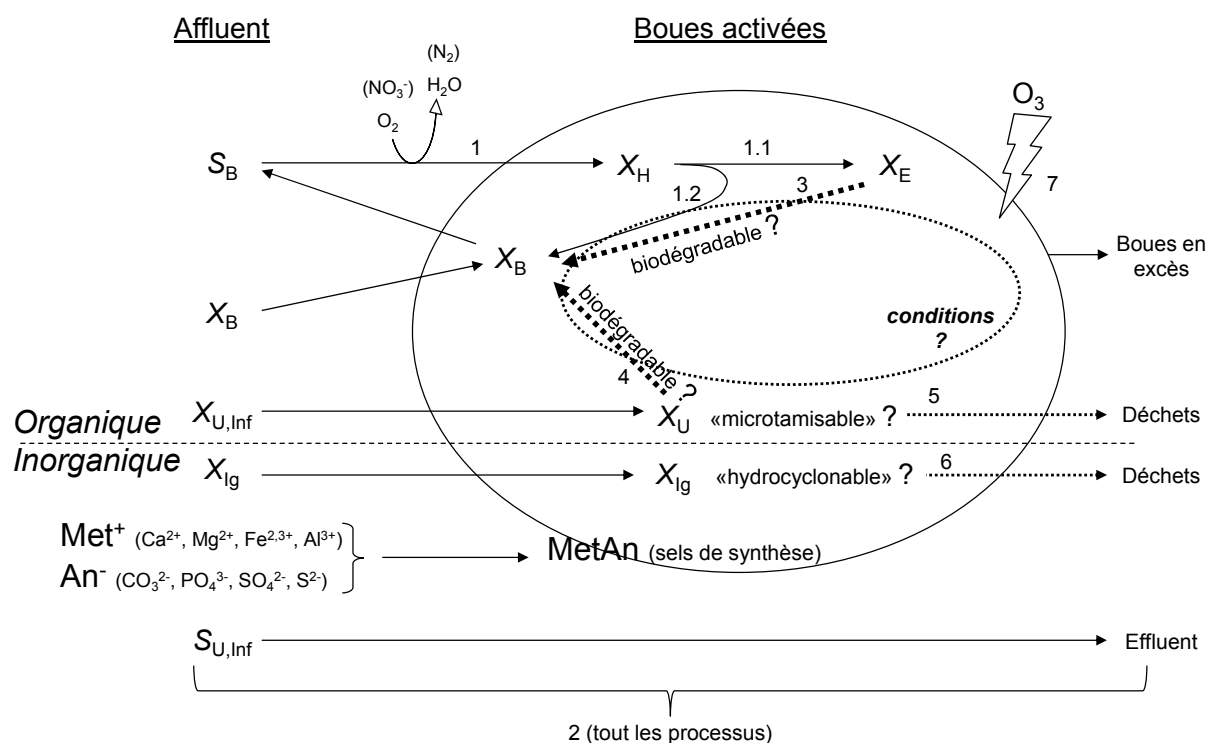


Figure 7.1 – Schéma intégrateur de la réduction de la production de boues pour le projet FPB en BRM.

7.2 Sommaire des contributions originales de la thèse

Les travaux de ce projet de doctorat visaient en premier lieu à déterminer les paramètres de modélisation permettant le mieux de décrire la production de boues dans des conditions très dynamiques d'alimentation, de TRB et de proportion des composantes des boues activées. Les mécanismes de deux procédés de réduction de la production de boues, soit le procédé Cannibal[®] et l'ozonation des boues activées, ont ensuite été caractérisés. Les contributions originales relatives à ces travaux sont présentées aux sections suivantes.

7.2.1 Détermination des paramètres de la production de boues

Cette étape du projet a été réalisée par la calibration d'un modèle pour la production de boues en comparant deux jeux de paramètres employés fréquemment en Amérique du Nord pour la conception de procédés de boues activées, soit ceux provenant des modèles *General ASDM* et Metcalf et Eddy. Les données expérimentales pour la calibration du modèle ont été obtenues à partir d'un bioréacteur à membrane opéré dans des conditions de rétention complète des boues et alimenté par des eaux usées réelles en alternance avec des périodes non alimentées, durant lesquelles la biomasse se retrouvait sous des conditions de respiration endogène. Ces résultats sont présentés sous la forme d'un article scientifique qui constitue le Chapitre 4.

Les valeurs par défaut de Y_H , b_H et f de 0,666 g DCO/g DCO, 0,24 d⁻¹ et 0,2 g DCO/g DCO du modèle *General ASDM* ont été adéquats et suffisants pour la prédiction de la production de boues d'épuration municipales pour des conditions d'alimentation (F/M) et des TRB très variables. La qualité des prédictions du modèle, telle qu'évaluée par l'erreur quadratique moyenne entre les valeurs mesurées et les valeurs simulées, a indiqué que le jeu de paramètres provenant du modèle *General ASDM* permettait de réaliser des simulations plus précises que celui provenant du modèle de Metcalf et Eddy, principalement pour la prédiction de la concentration en biomasse active (X_H) et pour la réduction de boues lors des périodes de respiration endogène.

Des ratios de DCO sur MVES (f_{CV}) de la biomasse active X_H ($f_{CV,XH}$), du résidu endogène X_E ($f_{CV,XE}$) et des matières particulaires non biodégradables de l'affluent $X_{U,Inf}$ ($f_{CV,XU}$) de 1,42, 1,48 et 1,60 g MVES/g MES ont été adéquats et suffisants pour la conversion du modèle basé sur des unités de DCO en unités de MVES. Ces ratios $f_{CV,XH}$ et $f_{CV,XE}$ sont en accord avec ceux obtenus par Ramdani et al. (2012b) avec des boues synthétiques.

La composition en nutriments de X_E and $X_{U,Inf}$ a été déterminée à 0,03 et 0,10 g N/g COD et 0,035 et 0,008 g P/g COD, respectivement, en accord avec les compositions en nutriments obtenues par Ramdani et al. (2012b) avec des boues synthétiques, excepté pour la concentration élevée déterminée pour X_E .

7.2.2 Mécanismes de réduction de la production de boues du procédé Cannibal[®]

Les données d'opération d'une CRRE de type Cannibal[®] et celles d'une campagne de mesure ont été analysées afin de produire un bilan de masse sur une période stable d'opération d'une durée de trois ans. Ce bilan a permis d'évaluer le TRB, la production de boues activées et la production de déchets générés par les procédés de séparation physiques d'hydrocyclonage et de microtamisage. Ces paramètres ont ensuite servi à déterminer les mécanismes du procédé Cannibal[®], sur la base de simulations permettant de considérer individuellement l'impact potentiel de chacun des processus pressentis agir sur les différentes composantes des boues activées. Ces résultats font l'objet d'un article scientifique présenté au Chapitre 5. Les mécanismes de la réduction de la production de boues dans le procédé Cannibal[®] sont résumés à la Figure 7.2.

L'enlèvement des matières organiques particulaires de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et des matières inorganiques particulaires (X_{Ig}) était réalisé par les procédés de séparation physiques d'hydrocyclonage et de microtamisage. Selon les simulations réalisées, les procédés de séparation physique à eux seuls ne permettent pas l'obtention de productions de boues aussi faibles que celles mesurées. La configuration et l'opération du procédé Cannibal[®] permettaient d'atteindre des TRB très élevées, ce qui favorisait la réduction de la production de biomasse active (X_H) par respiration endogène. Le maintien d'un TRB très élevé et de conditions de fermentation dans le fermenteur à aération intermittente (FAI) permettaient la dégradation lente des matières organiques particulaires de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et du résidu endogène (X_E) à des taux b_U et b_E , respectivement, de $0,007 \text{ d}^{-1}$ chacun.

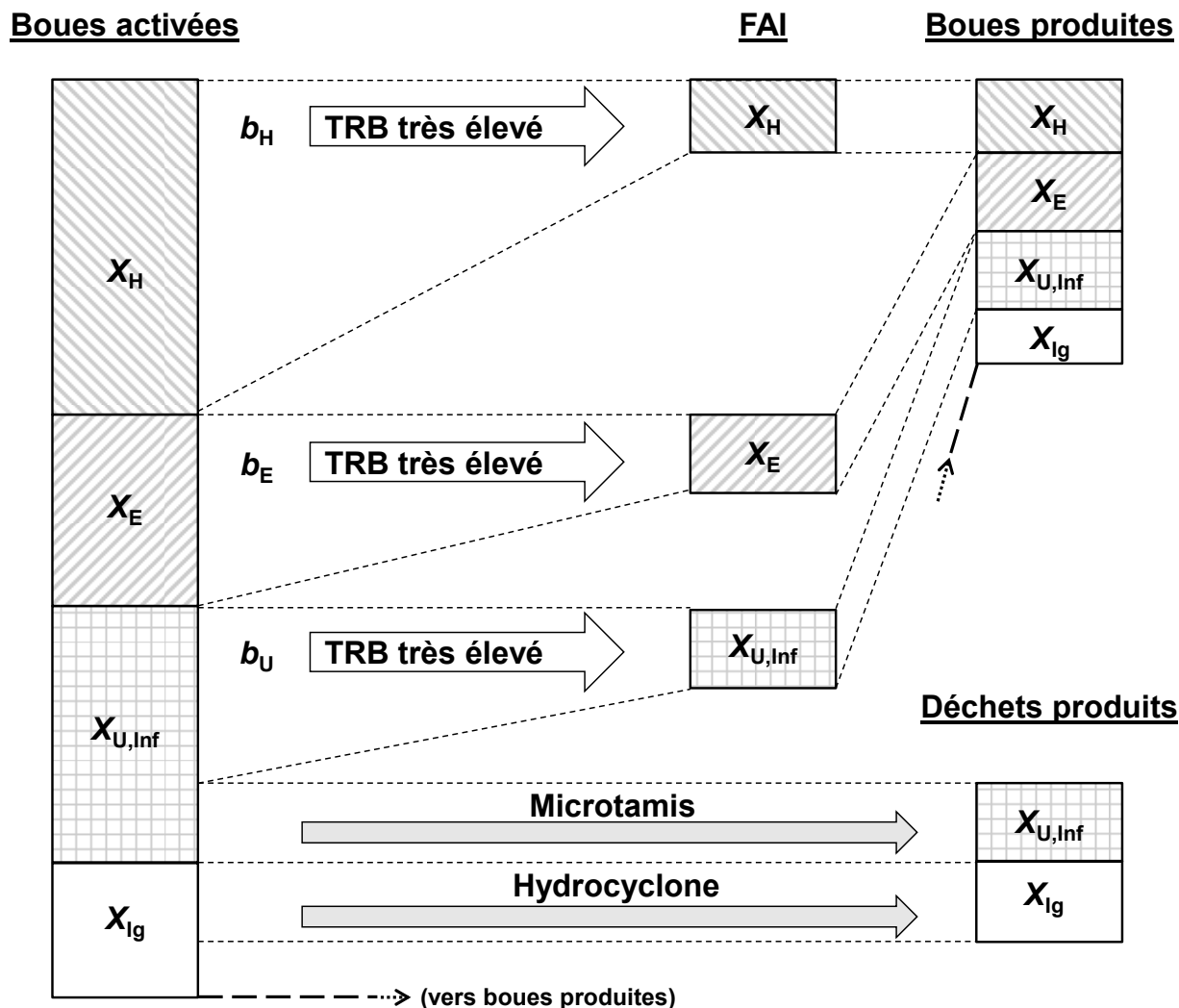


Figure 7.2 – Mécanismes de la réduction de la production de boues dans le procédé Cannibal[®].
Notes : FAI : fermenteur à aération intermittente; pas à l'échelle.

7.2.3 Mécanismes de l'ozonation des boues

Les mécanismes de l'ozonation des boues activées ont ensuite été déterminés par des essais d'ozonation sur des boues de composition en X_H et en X_E variables. Les rendements de solubilisation pour ces deux composantes, l'effet de l'ozone sur X_H et la biodégradabilité des composés solubilisés par l'ozonation du X_E ont été déterminés. Ces résultats font l'objet d'un article scientifique présenté au Chapitre 6.

Un schéma synthèse des mécanismes de l'ozonation des boues activées est présenté à la Figure 7.3 sur la base des résultats obtenus. L'ozone solubilise les différentes fractions particulières X_H et X_E avec des efficacités de solubilisation différentes de η_{O_3, X_H} et η_{O_3, X_U} , respectivement. La même efficacité de solubilisation (η_{O_3, X_U}) est assumée pour $X_{U, Inf}$ que pour X_E . Les efficacités de solubilisation par l'ozone obtenues au cours de ce projet étaient de 9,6 g DCO/g O_3 pour des boues synthétiques fraîches contenant 68% de X_H et 32% de X_E et de 1,9 à 3,6 g DCO/g O_3 et pour des boues digérées contenant essentiellement du X_E . Le rendement de solubilisation de la biomasse active (X_H) était donc considérablement plus élevé que celui obtenu pour le résidu endogène (X_E).

L'ozone a provoqué la lyse cellulaire à une efficacité de 40 g X_H /g O_3 et non une augmentation des processus de maintenance de la cellule. L'ozone a solubilisé environ 20% de la biomasse attaquée, le 80% demeurant sous forme particulaire pouvant être considéré comme du X_B et X_E . La proportion de biomasse attaquée solubilisée devrait cependant être variable selon les doses d'ozone appliquées et le degré de solubilisation. La production de X_B et X_E par l'ozonation de X_H est donc fonction de η_{O_3, X_H} à la Figure 7.3

Les produits de solubilisation de X_E ont été biodégradables en partie avec une biodégradabilité de 0,27 g DBO_5 /g DCO_i (formation de S_B et S_U), alors que le X_E non solubilisé est demeuré essentiellement non biodégradable. Des mécanismes similaires sont assumés pour la composante $X_{U, Inf}$.

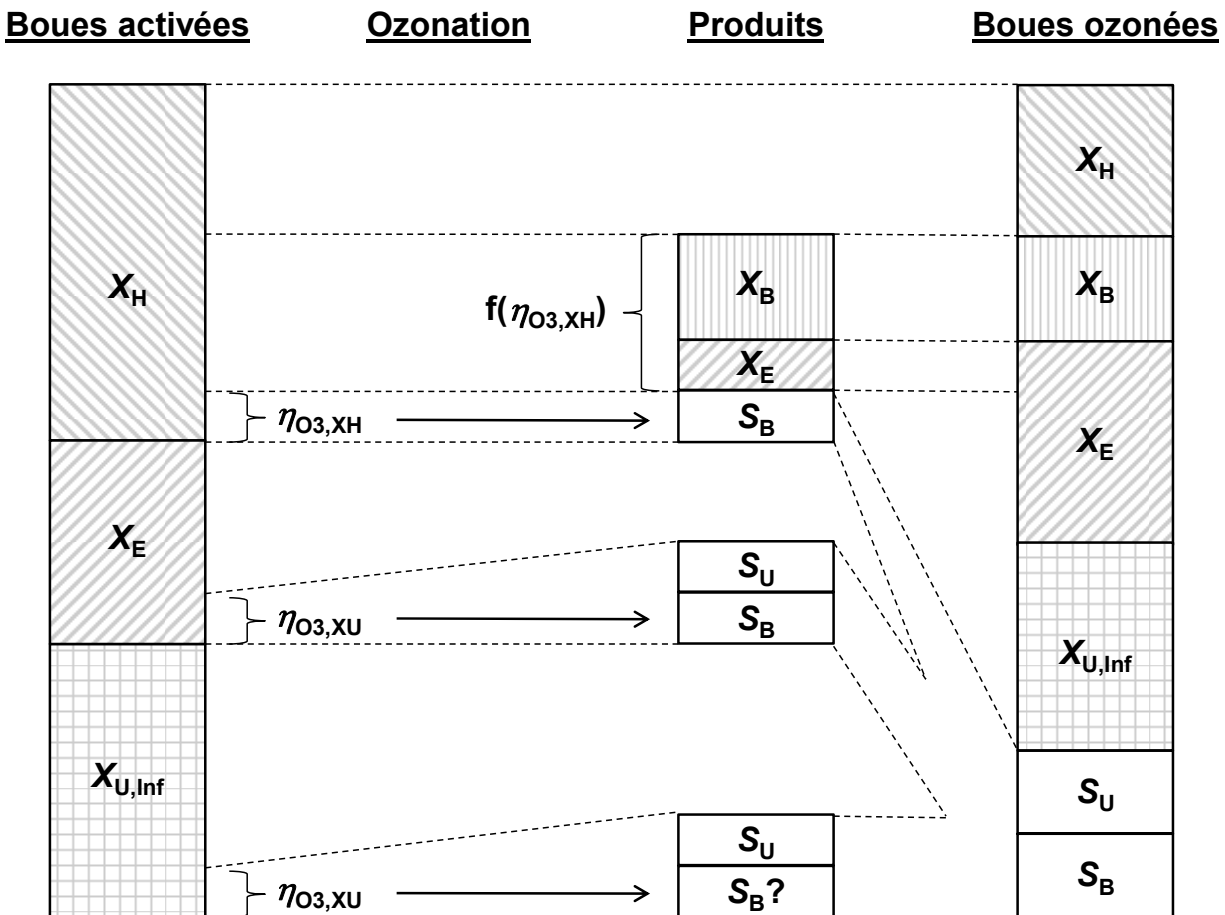


Figure 7.3 – Mécanismes de l’ozonation des boues activées.

Notes : pas à l’échelle; η_{O_3, X_U} : Efficacité de solubilisation de $X_{U,Inf}$ et X_E

Ce modèle est en accord avec celui développé par Frigon et Isazadeh (2011) en ce qui a trait à des efficacités de solubilisation plus élevées pour X_H que pour les autres composantes des boues activées. Le schéma présenté à la Figure 7.3 est aussi en accord avec certaines observations d’une légère augmentation de la concentration de S_U à l’effluent de système de RPB par ozonation. La DCO à l’effluent d’un pilote d’ozonation des boues de taille laboratoire augmentait de 10 à 14-17% de la DCO de l’affluent (Nagare et al., 2008).

Plusieurs études ont démontré que la solubilisation de l’ozone est linéaire avec la dose transférée. Les résultats d’efficacité de solubilisation rapportés sont cependant très variables et difficilement comparables entre eux, selon les modes de transfert de l’ozone employés et les variables mesurées. Ces travaux ont permis de démontrer que l’ozonation de la biomasse active et du

résidu endogène conduit à des rendements de solubilisation différents et des biodégradabilités différentes pour ces deux composantes des boues activées, et qu'une portion significative de la biomasse ozonée est demeurée sous forme particulaire dans le boues.

7.3 Validité des hypothèses scientifiques originales

La validité des hypothèses posées à la section 1.3 est vérifiée dans les sections suivantes. Chacune des hypothèses y est testée sur la base des conclusions tirées des résultats expérimentaux obtenus et des simulations réalisées.

7.3.1 Paramètres de la production de boues

Les résultats de calibration des essais à rétention complète des boues ont démontrés que la biomasse hétérotrophe X_H se développe à un rendement cellulaire Y_H de 0,666 g DCO/g DCO, duquel se soustrait une respiration endogène à un taux de premier ordre b_H de 0,24 selon le concept de respiration endogène, et génère un résidu endogène de 0,20 g DCO/g DCO, et ce indépendamment de l'âge de boue et de son état physiologique dicté par la présence ou l'absence de substrat. Ce jeu de paramètre a permis de calibrer les résultats expérimentaux pour les matières volatiles en suspension (MVES), la demande chimique en oxygène (DCO) et la biomasse active des boues activées (X_H) avec des erreurs quadratiques moyennes de 310 mg MVES/L, 460 mg DCO/L et 520 mg DCO/L, respectivement, sur une plage de concentrations de boues activées allant de 3000 à 11 000 mg MES/L. La période de rétention complète des boues était de 70 jours. L'hypothèse qu'*un seul jeu de paramètres permet de prédire la production de boues indépendamment du TRB* n'a pas été réfutée et semble donc valide.

7.3.2 Dégradation de $X_{U,Inf}$ et X_E à des TRB très élevés

La caractérisation d'un procédé opéré à un TRB très élevé a démontré que la production de boues observée de 0,14 g MES/g DCO à un TRB de 400 jours ne peut être atteinte sans considérer la dégradation lente de $X_{U,Inf}$ et de X_E . Sur la base de simulations, la dégradation lente de $X_{U,Inf}$ et X_E à des taux b_U et b_E de 0,007 d⁻¹ apparaît appropriée en considérant que les rendements d'enlèvement de $X_{U,Inf}$ et X_{Ig} par microtamisage et hydrocyclonage étaient inférieurs à 100%. L'hypothèse selon laquelle *la dégradation lente de la matière organique particulaire de l'affluent*

$(X_{U,Inf})$ et du résidu endogène (X_E), tous deux considérés non biodégradables, est observables à des TRB très élevés a permis ces prédictions qui se sont avérées justes. Cette hypothèse n'a pas été réfutée et semble donc valide.

7.3.3 Solubilisation préférentielle de X_H par ozonation

L'efficacité de solubilisation de boues activées contenant 68% de biomasse active X_H par l'ozone de 9,6 g DCO/g O_3 a été significativement plus élevée que celle obtenue sur le résidu endogène X_E , variant de 0,7 à 3,6 g DCO/g O_3 . Les baisses d'activité biologique et de viabilité cellulaire ont indiqué qu'une proportion de l'ordre de 80% du X_H attaqué par l'ozone demeure sous la forme particulaire. L'hypothèse selon laquelle l'ozone *solubilise de façon préférentielle la biomasse active X_H dans les boues activées* a été vérifiée expérimentalement et n'a pas été réfutée. Elle semble donc valide.

7.3.4 L'ozone provoque la lyse cellulaire plutôt qu'une augmentation des besoins de maintenance

Les résultats d'essais d'ozonation ont démontré que l'activité biologique et la viabilité cellulaire décroissent de façon similaire pour des doses d'ozone allant de 0 à 8 mg O_3 /g DCO_i. La biomasse X_H qui n'était plus active n'était non plus viable, et l'activité biologique de la biomasse qui demeurait active n'était pas affectée. Ces résultats, fondés sur des prédictions émises sur l'hypothèse que *l'ozone provoque la lyse cellulaire plutôt qu'une augmentation des besoins de maintenance de la biomasse active*, se sont avérés concluants. L'hypothèse n'a pas été réfutée et semble donc valide.

CHAPITRE 8 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

L'objectif général de cette thèse était de déterminer les mécanismes de réduction de la production de boues activées (RPB) par les procédés opérés à des temps de rétention des boues (TRB) très élevés et d'ozonation des boues. La dégradabilité des matières particulaires non biodégradables a été considérée pour des TRB conventionnels, élevés et très élevés et suite à l'ozonation des boues. Les principales conclusions, des recommandations pour des travaux futurs et le potentiel de transfert technologique des procédés étudiés sont présentés aux sections suivantes.

8.1 Conclusions

Les travaux réalisés ont permis de tirer les conclusions suivantes au niveau des paramètres de production de boues:

- Les valeurs par défaut de Y_H , b_H et f de 0,666 g DCO/g DCO, 0,24 d⁻¹ et 0,2 g DCO/g DCO du modèle *General ASDM* ont été adéquates et suffisantes pour la prédiction de la production de boues d'épuration municipales pour des conditions d'alimentation (F/M) et des TRB très variables.
- Le jeu de paramètres du modèle *General ASDM* a permis de réaliser des simulations plus précises que celui provenant du modèle de Metcalf et Eddy, principalement pour la prédiction de la concentration en biomasse active (X_H) et pour la réduction de boues lors des périodes de respiration endogène.
- Des ratios de DCO sur MVES (f_{CV}) de la biomasse active X_H ($f_{CV,XH}$), du résidu endogène X_E ($f_{CV,XE}$) et des matières particulaires non biodégradables de l'affluent $X_{U,Inf}$ ($f_{CV,XU}$) de 1,42, 1,48 et 1,60 g MVES/g MES ont été adéquats et suffisants pour la conversion du modèle basé sur des unités de DCO en unités de MVES.
- La composition en nutriments de X_E et $X_{U,Inf}$ a été déterminée par calibration du modèle à 0,03 et 0,10 g N/g COD, respectivement, et à 0,035 et 0,008 g P/g COD, respectivement.

Les travaux réalisés ont permis de tirer les conclusions suivantes au niveau du procédé Cannibal[®] :

- La configuration et l'opération du procédé Cannibal[®] caractérisé à Morongo a permis d'atteindre des TRB très élevées, ce qui a favorisé la réduction de la production de biomasse active (X_H) par respiration endogène et a permis la dégradation lente des matières organiques particulaires de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et du résidu endogène (X_E). La production de boues en excès a ainsi été réduite à 0,06 g TSS/g DCO.
- L'enlèvement d'une portion des matières organiques particulaires de l'affluent ($X_{U,Inf}$) et des matières inorganiques particulaires de l'affluent (MIES) a été réalisé dans le procédé Cannibal[®] par les procédés de séparation physiques d'hydrocyclonage et de microtamisage, avec une production totale de déchets de séparation physique de 0,08 g TSS/g DCO.

Les travaux réalisés ont permis de tirer les conclusions suivantes au niveau du procédé d'ozonation des boues:

- La solubilisation du résidu endogène (X_E) par l'ozone a été directement proportionnelle à la masse d'ozone transférée, avec des efficacités de solubilisation de 1,9 à 3,6 g DCO/g O_3 .
- La solubilisation par l'ozone de boues fraîches contenant 68% de biomasse active X_H et 32% de X_E par l'ozone a été directement proportionnelle à la masse d'ozone transférée, avec des efficacités de solubilisation de 1,9 à 3,6 g DCO/g O_3 . Le rendement de solubilisation de la biomasse active (X_H) a donc été plus élevé que celui obtenu pour le résidu endogène (X_E).
- L'ozone a provoqué la lyse cellulaire à une efficacité de 40 g X_H /g O_3 et non une augmentation des processus de maintenance de la cellule. Environ 20% de la biomasse attaquée a été solubilisée.
- Les produits de solubilisation de X_E ont été biodégradés jusqu'à 0,27 g DBO_5 /g DCO_i , alors que le X_E non solubilisé est demeuré essentiellement non biodégradable.

8.2 Recommandations pour des travaux futurs

8.2.1 Séparation physique de $X_{U,Inf}$ et de X_{Ig} à TRB conventionnel

Les procédés de séparation physique des matières particulaires organiques non biodégradables et inorganiques de l'affluent par microtamisage et hydrocyclonage semblent offrir un certain potentiel de réduction de la production de boues. Les données recueillies au cours de ce projet ne permettent cependant pas de dissocier l'effet respectif de ces procédés ni de les dissocier de l'effet d'un TRB très élevé. Des essais d'hydrocyclonage et de microtamisage réalisés en continu sur un système de traitement bien caractérisé pour la production de boues sans ces procédés et opéré à un TRB conventionnel de 5 à 20 jours, permettraient de mesurer l'enlèvement de $X_{U,Inf}$ et de X_{Ig} . Un des avantages de séparer la production de boues en boues biologiques et en production de *trash* et *grit* à même le procédé de boues activées serait par exemple de réduire les masses de boues dirigées vers la digestion anaérobie, ce qui permettrait de concevoir des digesteurs de plus petite taille ou d'augmenter les temps de séjour des boues dans les digesteurs existants.

8.2.2 Ozonation en continu

L'effet de l'ozonation sur la solubilisation et la biodégradabilité des composantes des boues activées varie selon la composition des boues. Les essais en cuvée réalisés au cours de cette thèse ne permettent cependant pas de quantifier la réduction de la production de boues lorsque l'ozone est dosé en continu et à différents points d'une CRRE (Figure 2.12). Des essais d'ozonation des boues réalisés à ces différents points permettraient de valider le modèle proposé et de mieux quantifier la réduction de la production de boues.

8.3 Transfert technologique

Les résultats obtenus dans cette thèse permettront de mieux identifier les niches favorables à l'implantation des procédés de réduction de la production de boues activées par l'emploi de TRB très élevés et par ozonation des boues. Pour la grande majorité des procédés de RPB, de faibles coûts de l'énergie et des coûts élevés de disposition des boues sont favorables à leur implantation. D'autres conditions particulières favorisent toutefois leur implantation, par opposition ou en combinaison avec la digestion anaérobie.

Les travaux sur le procédé Cannibal[®] ont démontré le potentiel de réduction de la production de boues des différents mécanismes impliqués dans ce procédé. Ces mécanismes sont la séparation physique des composantes particulaires inorganiques et organiques non biodégradables de l'affluent et la dégradation lente des composantes particulaires organiques non biodégradables des boues. Les unités de séparation physique et le stockage d'une masse importante de boues dans le fermenteur à aération intermittente (FAI) permettent de réduire les concentrations de liqueur mixte dans les bioréacteurs, malgré le TRB élevé de l'ensemble du procédé. Les avantages de réduire cette concentration sont de réduire la charge massique aux décanteurs secondaires et de permettre de meilleurs taux de transfert de l'oxygène. La séparation physique ne résulte pas en une réduction des masses de boues produites mais en la production d'un deuxième extrant de boues du procédé. Le traitement et la disposition de ces déchets peu putrescibles sont toutefois simplifiés et résultent en une réduction de la masse de boues activées à traiter et disposer. L'ajout de procédés de séparation physique seuls, sans chercher à augmenter le TRB, pourrait être d'intérêt pour la mise à niveau des procédés de boues activées conventionnels (Section 8.2.1) afin de réduire la concentration de la liqueur mixte et de soulager la chaîne de traitement des boues. La dégradation lente des composantes particulaires non biodégradables résulte pour sa part en une réelle réduction des masses de boues produites. Cette RPB comporte toutefois un coût énergétique important. Les contextes suivants seraient favorables à l'implantation du procédé Cannibal[®] :

- CRRE de taille inférieure à la taille critique requise pour l'implantation de la digestion anaérobie. Cette taille critique varie d'un endroit à l'autre et est réduite, notamment, par des coûts élevés de l'énergie et de disposition des boues;
- coûts faibles de l'énergie;
- coûts élevés de disposition des boues.

La RPB par l'ozonation des boues dépend de la masse d'ozone transférée et de la composition des boues ozonées. Les coûts de production par kilogramme d'ozone décroissent avec l'augmentation de la taille de l'installation. Une niche pour la RPB par l'ozonation des boues existe donc dans les CRRE qui utilisent aussi l'ozone à d'autres fins, tel que pour la désinfection

de l'effluent. L'augmentation requise de capacité de l'installation d'ozonation pour la FPB permet alors de produire l'ozone à un plus faible coût.

Dans le contexte où la digestion anaérobie est employée, la RPB dans la chaîne de traitement liquide n'est normalement plus requise. On cherchera alors plutôt à maximiser la production de boues pour augmenter la production de méthane dans les digesteurs. L'opération des procédés de boues activées à faibles TRB et de nouvelles configurations de procédés visant à aussi capter la fraction particulaire biodégradable (X_B) des eaux usées, tels les procédés à biofilms à très forte charge, permettront alors de maximiser la production de boues. L'ozonation des boues en amont ou à même le digesteur anaérobie permettrait d'augmenter les cinétiques d'hydrolyse et la biodégradabilité des boues, et ainsi réduire la taille requise des digesteurs et augmenter la production de méthane.

Le contexte de chaque CRRE étant différent, les procédés de réduction et de maximisation de la production de boues doivent être étudiés au cas par cas. Les solutions envisagées doivent tenir compte des facteurs technologiques, économiques et réglementaires et s'intégrer aux principes du développement durable.

RÉFÉRENCES

- Ahn, K.H., Park, K.Y., Maeng, S.K., Hwang, J.H., Lee, J.W., Song, K.G., Choi, S. (2002a) Ozonation of wastewater sludge for reduction and recycling. *Water Science and Technology* 46 (10), 71-77.
- Ahn, K.H., Yeom, I.T., Park, K.Y., Maeng, S.K., Lee, Y., Song, K.G. and Hwang, J.H. (2002b) Reduction of sludge by ozone treatment and production of carbon source for denitrification. *Water Science and Technology* 46(11-12), 121-125.
- An, K.J. (2004) Reduction of excess sludge in an oxic-settling-anaerobic (OSA) system: A modified activated sludge process. Thèse de doctorat, Hong Kong University of Science and Technology, Chine.
- An, K.-J., Chen, G.-H. (2008) Chemical oxygen demand and the mechanism of excess sludge reduction in an oxic-settling-anaerobic activated sludge process. *Journal of Environmental Engineering* 134 (6), 469-477.
- Alvares, A.B.C., Diaper, C., Parsons, S.A. (2001) Partial oxidation by ozone to remove recalcitrance from wastewaters - A review. *Environmental Technology* 22 (4), 409-427.
- Andreottola, G., Baldassarre, L., Collivignarelli, C., Pedrazzani, R., Principi, P., Sorlini, C., Ziglio, G. (2002a) A comparison among different methods for evaluating the biomass activity in activated sludge systems: Preliminary results. *Water Science and Technology* 46 (1-2), 413-417.
- Andreottola, G., Foladori, P., Gelmini, A., Ziglio, G. (2002b) Biomass active fraction evaluated by a direct method and respirometric techniques. *Water Science and Technology* 46 (1-2), 371-379.
- APHA, AWWA, WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Research, 21st ed. Washinton, D.C.

- Appels, L., Baeyens, J., Degreve, J., Dewil, R. (2008) Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science* 34 (6), 755-781.
- Arunachalam, R., Shah, H. K., Ju, L.-K. (2004) Aerobic sludge digestion under low dissolved oxygen concentrations. *Water Environment Research*, 76 (5), 453-462.
- Barker, P. S., Dold, P. L. (1995) COD and nitrogen mass balances in activated sludge systems. *Water Research*, 29 (2), 633-643.
- Barker, P.S., Dold, P.L. (1997) General model for biological nutrient removal activated-sludge systems: model presentation. *Water Environment Research* 69, 969-984.
- Batstone, D.J., Keller, J., Steyer, J.P. (2006) A review of ADM1 extensions, applications, and analysis: 2002-2005. *Water Science and Technology* 54 (4), 1-10.
- Beltrán, F.J., Encinar, J.M., García-Araya, J.F., Alonso, M.A. (1992) Kinetic-Study of the Ozonation of Some Industrial Wastewaters. *Ozone-Science & Engineering* 14 (4), 303-327.
- Benes, O., Spanjers, H., Holba, M. (2002) Respirometry techniques and activated sludge models. *Water Science and Technology* 46 (4-5), 1-6.
- Bensaid, A., Thierie, J. and Penninckx, M. (2000) The use of the tetrazolium salt XTT for the estimation of biological activity of activated sludge cultivated under steady-state and transient regimes. *Journal of Microbiological Methods* 40 (3), 255-263.
- Böhler, M., Siegrist, H. (2004) Partial ozonation of activated sludge to reduce excess sludge, improve denitrification and control scumming and bulking. *Water Science and Technology* 49 (10), 41-49.
- Camacho, P., Déléris, S., Geaugey, V., Ginestet, P., Paul, E. (2002) A comparative study between mechanical, thermal and oxidative disintegration techniques of waste activated sludge. *Water Science and Technology* 46 (10), 79-87.

- Carrère, H., Dumas, C., Battimelli, A., Batstone, D.J., Delgenès, J.P., Steyer, J.P., Ferrer, I., (2010) Pretreatment methods to improve sludge anaerobic degradability: A review. *Journal of Hazardous Materials* 183, 1-15.
- Chen, G.-H., An, K.-J., Saby, S., Brois, E., Djafer, M. (2003) Possible cause of excess sludge reduction in an oxic-settling-anaerobic activated sludge process (OSA process). *Water Research* 37 (16), 3855-3866.
- Chon, D.H., Rome, M., Kim, Y.M., Park, K.Y., Park, C. (2011) Investigation of the sludge reduction mechanism in the anaerobic side-stream reactor process using several control biological wastewater treatment processes. *Water Research* 45 (18), 6021-6029.
- Choubert, J.-M., Rieger, L., Shaw, A., Copp, J., Spérandio, M., Sørensen, K., Rønner-Holm, S., Morgenroth, E., Melcer, H., Gillot, S. (2013) Rethinking wastewater characterisation methods for activated sludge systems - A position paper. *Water Science and Technology* 67 (11), 2363-2373.
- Chu, L., Yan, S., Xing, X.-H., Sun, X., Jurcik, B. (2009) Progress and perspectives of sludge ozonation as a powerful pretreatment method for minimization of excess sludge production. *Water Research* 43 (7), 1811-1822.
- Chudoba, P., Capdeville, B., Chudoba, J. (1992a) Explanation of biological meaning of the S_0/X_0 ratio in batch cultivation. *Water Science and Technology* 26 (3-4), 743-751.
- Chudoba, P., Morel, A., Capdeville, B. (1992b) The case of both energetic uncoupling and metabolic selection of microorganisms in the OSA activated sludge system. *Environmental Technology* 13 (8), 761-770.
- Collignon, A., Martin, G., Martin, N., Laplanche, A. (1994) Bulking reduced with the use of ozone - study of the mechanism of action versus bacteria. *Ozone-Science & Engineering* 16 (5), 385-402.
- Copp, J.B., Dold, P.L. (1998). Comparing sludge production under aerobic and anoxic conditions. *Water Science and Technology* 38 (1), 285-294.

- Cox, C.D. (2004) Statistical distributions of uncertainty and variability in activated sludge model parameters. *Water Environment Research* 76 (7), 2672-2685.
- Cronje, G.L., Beeharry, A.O., Wentzel, M.C., Ekama, G.A. (2002) Active biomass in activated sludge mixed liquor. *Water Research* 36 (2), 439-444.
- Déléris, S., Paul, E., Debellefontaine, H., Geaugey, V. (1999) Sludge reduction in wastewater treatment plants. Mass balances for assessing the efficiency of a combined treatment system: activated sludge and ozonation. *Récents Progrès en Génie des Procédés* 13 (70), 399-406.
- Déléris, S., Paul, E., Audic, J.M., Roustan, M., Debellefontaine, H. (2000) Effect of Ozonation on Activated Sludge Solubilization and Mineralization. *Ozone: Science & Engineering* 22 (5), 473-486.
- Déléris, S. (2001) Réduction de la production de boues par couplage d'un procédé chimique et d'une boue activée, Thèse de doctorat, INSA de Toulouse, France.
- Déléris, S., Geaugey, V., Camacho, P., Debellefontaine, H., Paul, E. (2002) Minimization of sludge production in biological processes: an alternative solution for the problem of sludge disposal. *Water Science and Technology* 46 (10), 63-70.
- Demir, O., Filibeli, A. (2012) Fate of return activated sludge after ozonation: An optimization study for sludge disintegration. *Environmental Technology* 33 (16), 1869-1878.
- Dochain, D., Vanrolleghem, P.A. (2001) *Dynamical Modelling and Estimation in Wastewater Treatment Processes*. IWA Publishing, London, UK.
- Dogruel, S., Sievers, M., Germirli-Babuna, F. (2007) Effect of ozonation on biodegradability characteristics of surplus activated sludge. *Ozone: Science & Engineering* 29 (3), 191-199.
- Dold, P.L. (2007) Quantifying sludge production in municipal treatment plants. *Proceedings of WEFTEC 2007, 80th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, San Diego, CA, 1522-1549.*

- Doré, M. (1989) *Chimie des Oxydants et Traitement des Eaux*. Lavoisier, Paris.
- Dubois, M., Gilles, K., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., Smith, F. (1956) Colorimetric method for the determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry* 28 (3), 350-356.
- Dytczak, M.A., Londry, K., Siegrist, H., Oleszkiewicz, J.A. (2006) Extracellular polymers in partly ozonated return activated sludge: impact on flocculation and dewaterability. *Water Science and Technology* 54 (9), 155-164.
- Dytczak, M.A., Londry, K.L., Siegrist, H., Oleszkiewicz, J.A. (2007) Ozonation reduces sludge production and improves denitrification. *Water Research* 41 (3), 543-550.
- Egemen, E., Corpening, J., Nirmalakhandan, N. (2001) Evaluation of an ozonation system for reduced waste sludge generation. *Water Science and Technology* 44 (2-3), 445-452.
- Ekama, G.A., Wentzel, M. C. (2004) A predictive model for the reactor inorganic suspended solids concentration in activated sludge systems. *Water Research*, 38 (19), 4093-4106.
- Ekama, G.A., Wentzel, M.C., Sötemann, S. W. (2006) Mass balance-based plant-wide wastewater treatment plant models - Part 2: Tracking the influent inorganic suspended solids. *Water SA*, 32 (3), 277-286.
- Ekama, G.A., Soetemann, S.W., Wentzel, M.C. (2007) Biodegradability of activated sludge organics under anaerobic conditions. *Water Research* 41 (1), 244-252.
- Ekama, G.A. (2009) Using bioprocess stoichiometry to build a plant-wide mass balance based steady-state WWTP model. *Water Res* 43, 2101-2120.
- Ekama G.A. (2011) Biological Nutrient Removal. In: *Treatise on Water Science*, vol. 4, 409-528, Elsevier, Oxford.
- Fabiyi, M., Novak, R., Ried, A., Wieland, A., Carpa, R., Sandon, A. (2007) Sludge reduction using ozone induces lysis. *Proceedings of the International Water Association Facing Sludge Diversities Conference*. Antalya, Turkey.

- Facile, N., Barbeau, B., Prévost, M., Koudjonou, B. (2000) Evaluating bacterial aerobic spores as a surrogate for Giardia and Cryptosporidium inactivation by ozone. *Water Research* 34 (12), 3238-3246.
- Fall, C., Flores, N.A., Espinoza, M.A., Vazquez, G., Loaiza-Navia, J., van Loosdrecht, M.C.M., Hooijmans, C.M. (2011) Divergence Between Respirometry and Physicochemical Methods in the Fractionation of the Chemical Oxygen Demand in Municipal Wastewater. *Water Environment Research* 83 (2), 162-172.
- Frigon, D., Isazadeh, S. (2011) Evaluation of a new model for the reduction of excess sludge production by ozonation of return activated sludge: What solids COD fraction is affected? *Water Science and Technology* 63 (1), 156-163.
- Frølund, B., Griebe, T., Nielsen, P.H. (1995) Enzymatic activity in the activated-sludge floc matrix. *Applied Microbiology and Biotechnology* 43 (4), 755-761.
- Frølund, B., Palmgren, R., Keiding, K., Nielsen, P.H. (1996) Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Research* 30 (8), 1749-1758.
- Gatti, M.N., García-Usach, F., Seco, A., Ferrer, J. (2010) Wastewater COD characterization: analysis of respirometric and physical-chemical methods for determining biodegradable organic matter fractions. *J Chem Technol Biotechnol* 85 (4), 536-544.
- Giraldo, E., Goel R.K., Noguera, D.R. (2007) Modeling microbial decay in a Cannibal™ sludge minimization process. *Proceedings of WEFTEC, 80th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, San Diego, CA*, 1751-1767.
- Goel, R.K., Noguera, D.R. (2006) Evaluation of sludge yield and phosphorus removal in a Cannibal solids reduction process. *Journal of Environmental Engineering* 132 (10), 1331-1337.
- Gordon, G., Bubnis, B. (2002) Residual ozone measurement: Indigo sensitivity coefficient adjustment. *Ozone: Science & Engineering* 24 (1), 17-28.

- Gujer, W., Zehnder, A.J.B. (1983) Conversion processes in anaerobic digestion. *Water Science and Technology* 15 (9), 127-167.
- Hao, X., Wang, Q., Zhang, X., Cao, Y., van Loosdrecht, M.C.M. (2009) Experimental evaluation of decrease in bacterial activity due to cell death and activity decay in activated sludge. *Water Research* 43 (14), 3604-3612.
- Hauduc, H., Gillot, S., Rieger, L., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takacs, I. Winkler, S. (2009) Activated sludge modelling in practice: an international survey. *Water Science and Technology* 60 (8), 1943-1951.
- Hauduc, H., Rieger, L., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takacs, I., Winkler, S., Heduit, A., Vanrolleghem, P.A. and Gillot, S. (2011) Activated sludge modelling: development and potential use of a practical applications database. *Water Science and Technology* 63 (10), 2164-2182.
- Henze, M., Grady Jr, C.P.L., Gujer, W., Marais, G.V.R., Matsuo, T. (1987) A general model for single-sludge wastewater treatment systems. *Water Research* 21 (5), 505-515.
- Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C., Marais, G.v.R., van Loosdrecht, M.C.M. (2000) Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3. Scientific and Technical Report no.9. IWA Publishing, London, UK.
- Henze, M., van Loosdrecht, M.C.M., Ekama, G.A., Brdjanovic, D. (2008) *Biological Wastewater Treatment - Principles, Modelling and Design*. IWA Publishing, London UK.
- Hirani, Z.M., DeCarolis, J.F., Adham, S.S., Jacangelo, J.G. (2010) Peak flux performance and microbial removal by selected membrane bioreactor systems. *Water Research* 44 (8), 2431-2440.
- Hulsbeek, J.J.W., Kruit, J., Roeleveld, P.J., van orhonrecht, M.C.M. (2002) A practical protocol for dynamic modelling of activated sludge systems. *Water Science and Technology* 45 (6), 127-136.

- Huysmans, A., Weemaes, M., Fonseca, P.A., Verstraete, W. (2001) Ozonation of activated sludge in the recycle stream. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology* 76 (3), 321-324.
- Ismail, A., Wentzel, M.C., Bux, F. (2007) Using respirometric techniques and fluorescent in situ hybridization to evaluate the heterotrophic active biomass in activated sludge. *Biotechnology and Bioengineering* 98 (3), 561-568.
- Itokawa, H., Hanaki, K., Matsuo, T. (2001) Nitrous oxide production in high-loading biological nitrogen removal process under low COD/N ratio condition. *Water Research* 35 (3), 657-664.
- Johnson, B.R., Daigger, G.T., Roehl, M. (2007) Achieving 0.3 mg/l total phosphorus with the Cannibal[®] solids reduction process. *Proceedings of WEFTEC, 80th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, San Diego, CA.* 990-996.
- Johnson, B.R., Daigger, G.T., Novak, J.T. (2008) The use of ASM based models for the simulation of biological sludge reduction processes. *Water Practice and Technology* 3, 3-11.
- Jones, R., Parker, W., Khan, Z., Murthy, S., Rupke, M. (2007) A study of the biodegradable fraction of sludges in aerobic and anaerobic systems. *Proceedings of WEFTEC, 80th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, San Diego, CA.* 20-35.
- Kappeler, J., Gujer, W. (1992) Estimation of kinetic-parameters of heterotrophic biomass under aerobic conditions and characterization of waste-water for activated-sludge modeling. *Water Science and Technology* 25 (6), 125-139.
- Langergraber, G., Rieger, L., Winkler, S., Alex, J., Wiese, J., Owerdieck, C., Ahnert, M., Simon, J. Maurer, M. (2004) A guideline for simulation studies of wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* 50 (7), 131-138.
- LeBlanc, R. J., Matthews, P., Richard, R.P. (Édit.). (2008). *Global atlas of excreta, wastewater sludge, and biosolids management: moving forward the sustainable and welcome uses of a global resource.* Nairobi, Kenya: United Nations Human Settlements Programme (UN-HABITAT). 608 pp.

- Lee, J.W., Cha, H.Y., Park, K.Y., Song, K.G., Ahn, K.H. (2005) Operational strategies for an activated sludge process in conjunction with ozone oxidation for zero excess sludge production during winter season. *Water Research* 39 (7), 1199-1204.
- Lee, B.J., Wentzel, M.C., Ekama, G.A. (2006) Measurement and modeling of ordinary heterotrophic organism active biomass concentrations in anoxic/aerobic activated sludge mixed liquor. *Water Science and Technology* 54 (1), 1-10.
- Liu, J.C., Lee, C.H., Lai, J.Y., Wang, K.C., Hsu, Y.C., Chang, B.V. (2001) Extracellular polymers of ozonized waste activated sludge. *Water Science and Technology* 44 (10), 137-142.
- Liu, Y., Tay, J.H. (2001) Strategy for minimization of excess sludge production from the activated sludge process. *Biotechnology Advances* 19 (2), 97-107.
- Liu, Y. (2003) Chemically reduced excess sludge production in the activated sludge process. *Chemosphere* 50 (1), 1-7.
- Liu, R., Huang, X., Xi, J., Qian, Y. (2005) Microbial behaviour in a membrane bioreactor with complete sludge retention. *Process Biochemistry* 40 (10), 3165-3170.
- Low, E.W., Chase, H.A. (1999a) Reducing production of excess biomass during wastewater treatment. *Water Research* 33 (5), 1119-1132.
- Low, E.W., Chase, H.A. (1999b) The effect of maintenance energy requirements on biomass production during wastewater treatment. *Water Research* 33 (3), 847-853.
- Lowry, O. H., Rosebrough, N. J., Farr, A. L., Randall, R. J. (1951) Protein measurement with the Folin phenol reagent. *The Journal of Biological Chemistry* 193 (1), 265-275.
- Lu, P., Zhang, X., Zhang, D. (2010) An integrated system for wastewater COD characterization and a case study. *Water Science and Technology* 62 (4), 866-874.

- Lubello, C., Caffaz, S., Gori, R., Munz, G. (2009) A modified Activated Sludge Model to estimate solids production at low and high solids retention time. *Water Research* 43 (18), 4539-4548.
- Majumdar, S.B., Sproul, O.J. (1974) Technical and economic aspects of water and wastewater ozonation: A critical review. *Water Research* 8 (5), 253-260.
- Mamais, D., Jenkins, D., Pitt, P. (1993) A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. *Water Research* 27 (1), 195-197.
- Mansour-Geoffrion, M. (2013). Trash and grit removal from activated sludge: evaluating potential for sludge reduction. Thèse de doctorat. Polytechnique Montréal. 157 pp.
- Manterola, G., Uriarte, I., Sancho, L. (2008) The effect of operational parameters of the process of sludge ozonation on the solubilisation of organic and nitrogenous compounds. *Water Research* 42 (12), 3191-3197.
- Mata-Alvarez, J., Macé, S., Llabrés, P. (2000). Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives. *Bioresource Technology* 74, 3-16.
- Mayhew, M., Stephenson, T. (1997) Low biomass yield activated sludge: A review. *Environmental Technology* 18 (9), 883-892.
- McCarthy, M.D., Hedges, J.I., Benner, R. (1998) Major bacterial contribution to marine dissolved organic nitrogen. *Science* 281 (5374), 231-234.
- MDDEFP (2013) Bannissement des matières organiques de l'élimination au Québec : état des lieux et prospectives. Direction des matières résiduelles et des lieux contaminés, <http://www.mddefp.gouv.qc.ca/matieres/organique/bannissement-mat-organ-etatdeslieux.pdf>, 76 pages. Page consultée le 12 septembre 2013.

- Meijer, S.C.F., van der Spoel, H., Susanti, S., Heijnen, J.J., van Loosdrecht, M.C.M. (2002) Error diagnostics and data reconciliation for activated sludge modelling using mass balances. *Water Science and Technology* 45 (6), 145-156.
- Melcer, H. (1999) Full scale experience with biological process models - Calibration issues. *Water Science and Technology* 39 (1), 245-252.
- Melcer, H., Dold, P.L., Jones, R., Bye, C.M., Takács, I., Stensel, H.D., Wilson, A.W., Sun, P., Bury, S. (2003) *Methods for Wastewater Characterization in Activated Sludge Modeling*, Water Environment Research Foundation, IWA Publishing, London, U.K., 575 pp.
- Metcalf et Eddy, Tchobanoglous, G., Burton, F.L., Stensel, H.D. (2003) *Wastewater Engineering - Treatment and Reuse* (4th ed.) McGraw-Hill, New York. 1848 pp.
- Nagare, H., Tsuno, H., Saktaywin, W., Soyama, T. (2008) Sludge ozonation and its application to a new advanced wastewater treatment process with sludge disintegration. *Ozone: Science & Engineering* 30 (2), 136-144.
- Nielsen, P.H., Andreasen, K., Lee, N. Wagner, M. (1999) Use of microautoradiography and fluorescent in situ hybridization for characterization of microbial activity in activated sludge. *Water Science and Technology* 39 (1), 1-9.
- Novak, J.T., Chon, D.H., Curtis, B.A., Doyle, M. (2007) Biological solids reduction using the Cannibal process. *Water Environment Research* 79 (12), 2380-2386.
- Nowak, O., Svardal, K., Franz, A., Kuhn, V. (1999) Degradation of particulate organic matter. A comparison of different model concepts. *Water Science and Technology* 39 (1), 119-127.
- Odegaard, H. (2004) Sludge minimization technologies - An overview. *Water Science and Technology* 49 (10), 31-40.
- Orhon, D., Insel, G., Karahan, O. (2007) Respirometric assessment of biodegradation characteristics of the scientific pitfalls of wastewaters. *Water Science and Technology* 55 (10), 1-9.

- Park, J.T., Uehara, T. (2008) How bacteria consume their own exoskeletons (Turnover and recycling of cell wall peptidoglycan). *Microbiology and Molecular Biology Reviews* 72 (2), 211-227.
- Paul, E., Debellefontaine, H. (2007) Reduction of excess sludge produced by biological treatment processes: Effect of ozonation on biomass and on sludge. *Ozone: Science & Engineering* 29 (6), 415-427.
- Pérez-Elvira, S.I., Nieto Diez, P., Fdz-Polanco, F. (2006) Sludge minimisation technologies. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology* 5, 375–398.
- Petersen, B. (2000) Calibration, identifiability and optimal experimental design of activated sludge models. Ph.D. thesis, Faculty of Agricultural and Applied Biological Sciences. Ghent University, Belgique, 337 pp.
- Pollice, A., Giordano, C., Laera, G., Saturno, D., Mininni, G. (2007) Physical characteristics of the sludge in a complete retention membrane bioreactor. *Water Research* 41 (8), 1832-1840.
- Puig, S., van Loosdrecht, M.C.M., Colprim, J., Meijer, S.C.F. (2008) Data evaluation of full-scale wastewater treatment plants by mass balance. *Water Research* 42 (18), 4645-4655.
- Qasim, S.R. (1999) *Wastewater Treatment Plants: Planning, Design, and Operation*. Technomic Publishing, Lancaster, PA.
- Ramdani, A., Dold, P.L, Déléris, S., Lamarre, D., Gadbois, A., Comeau, Y. (2010) Biodegradation of the endogenous residue of activated sludge. *Water Research* 44 (7), 2179-2188.
- Ramdani, A. (2011) *Biodégradation du résidu endogène des boues activées*. Thèse de doctorat, Polytechnique Montréal. 329 pp.
- Ramdani, A., Dold, P., Gadbois, A., Déléris, S., Houweling, D., Comeau, Y. (2012a) Biodegradation of the endogenous residue of activated sludge in a membrane bioreactor with continuous or on-off aeration. *Water Research* 46 (9), 2837-2850.

- Ramdani, A., Dold, P.L., Gadbois, A., Déléris, S., Houweling, D., Comeau, Y. (2012b) Characterization of the heterotrophic biomass and the endogenous residue of activated sludge. *Water Research* 46 (3), 653-668.
- Ried, A., Mielcke, J., Wieland, A. (2009) The potential use of ozone in municipal wastewater. *Ozone-Science & Engineering* 31 (6), 415-421.
- Rieger, L., Takács, I., Villez, K., Siegrist, H., Lessard, P., Vanrolleghem, P.A., Comeau, Y. (2010) Data reconciliation for wastewater treatment plant simulation studies-planning for high-quality data and typical sources of errors. *Water Environment Research* 82 (5), 426-433.
- Rieger, L., Gillot, S., Langergraber, G., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takács, I., Winkler, S. (2012) Guidelines for Using Activated Sludge Models. Scientific and Technical report No.22. IWA Publishing, London, U.K.
- Rittmann, B.E., McCarty, P.L. (2001) *Environmental Biotechnology: Principles and Applications* (2^e éd.). New-York: McGraw-Hill.
- Roeleveld, P.J., van Loosdrecht, M.C.M. (2002) Experience with guidelines for wastewater characterisation in The Netherlands. *Water Science and Technology* 45 (6), 77-87.
- Roxburgh, R., Sieger, R., Johnson, B., Rabinowitz, B., Goodwin, S., Crawford, G., Daigger, G. (2006) Sludge minimization technologies - Doing more to get less. Proceedings of WEFTEC, 79th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, Dallas, TX, 506-525.
- Saby, S., Djafer, M. and Chen, G.-H. (2003) Effect of low ORP in anoxic sludge zone on excess sludge production in oxic-settling-anoxic activated sludge process. *Water Research* 37 (1), 11-20.
- Sakai, Y., Fukase, T., Yasui, H., Shibata, M. (1997) An activated sludge process without excess sludge production. *Water Science and Technology* 36 (11), 163-170.

- Saktaywin, W., Tsuno, H., Nagare, H., Soyama, T. and Weerapakkaroorn, J. (2005) Advanced sewage treatment process with excess sludge reduction and phosphorus recovery. *Water Research* 39 (5), 902-910.
- Sandino, J., Whitlock, D. (2010) Evaluation of processes to reduce activated sludge solids generation and disposal. Report 05-CTS-3, Water Environment Research Foundation, Alexandria, VA.
- Sievers, M., Ried, A., Koll, R. (2004) Sludge treatment by ozonation - evaluation of full-scale results. *Water Science and Technology* 49 (4), 247-253.
- Sin, G., Van Hulle, S.W.H., De Pauw, D.J.W., van Griensven, A. Vanrolleghem, P.A. (2005) A critical comparison of systematic calibration protocols for activated sludge models: A SWOT analysis. *Water Research* 39 (12), 2459-2474.
- Sötemann, S.W., van Rensburg, P., Ristow, N.E., Wentzel, M.C., Loewenthal, R.E., Ekama, G.A. (2005) Integrated chemical/physical and biological processes modelling Part 2 - Anaerobic digestion of sewage sludges. *Water SA* 31 (4), 545-568.
- Spanjers, H., Vanrolleghem, P.A. (1995) Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Science and Technology* 31 (2), 105-114.
- Spanjers, H., Vanrolleghem, P.A., Olsson, G., Dold, P.L. (1998) Respirometry in control of the activated sludge process: Principles. Scientific and Technical report No.7. IAWQ, London, UK.
- Spérandio, M. (1998) Développement d'une procédure de compartimentation d'une eau résiduaire urbaine et application à la modélisation dynamique de procédés à boues activées, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, France, 231 pp.
- Spérandio, M., Urbain, V., Ginestet, P., Audic, J.M. and Paul, E. (2001) Application of COD fractionation by a new combined technique: comparison of various wastewaters and sources of variability. *Water Science and Technology* 43 (1), 181-190.

- Spérandio, M., Labelle, M.-A., Comeau, Y., Dold, P.L. (2013) Modelling the degradation of endogenous residue and "unbiodegradable" influent organic suspended solids to predict sludge production. *Water Science and Technology* 67 (4), 789-796.
- Stricker, A.-E., Héduit, A., Takács, I., Comeau, Y. (2010) Quantifying nutrient assimilation in activated sludge, *Proceedings of WEFTEC, 83th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, New Orleans, LA, 7135-7164.*
- Strotmann, U.J., Geldern, A., Kuhn, A., Gendig, C., Klein, S. (1999) Evaluation of a respirometric test method to determine the heterotrophic yield coefficient of activated sludge bacteria. *Chemosphere* 38 (15), 3555-3570.
- Torregrossa, M., Di Bella, G., Di Trapani, D. (2012) Comparison between ozonation and the OSA process: Analysis of excess sludge reduction and biomass activity in two different pilot plants. *Water Science and Technology* 66 (1), 185-192.
- Ubisi, M.F., Jood, T.W., Wentzel, M.C., Ekama, G.A. (1997) Activated sludge mixed liquor heterotrophic active biomass. *Water SA* 23 (3), 239-248.
- van Haandel, A.C., Catunda, P.F.C., Araujo, L.D. (1998) Biological sludge stabilisation Part 1: Kinetics of aerobic sludge digestion. *Water SA* 24 (3), 223-230.
- van Loosdrecht, M.C.M., Henze, M. (1999) Maintenance, endogenous respiration, lysis, decay and predation. *Water Science and Technology* 39 (1), 107-117.
- Vanrolleghem, P.A., Insel, G., Petersen, B., Sin, G., De Pauw, D., Nopens, I., Dovermann, H., Weijers, S. Gernaey, K. (2003) A comprehensive model calibration procedure for activated sludge models, *Proceedings of WEFTEC, 76th Annual Conference and Exposition of the Water Environment Federation, Los Angeles, CA, 210-237.*
- Washington, D.R., Symons, J.M. (1962) Volatile sludge accumulation in activated sludge systems. *J. Water Pollution Control Federation* 34 (8), 767-790.

- Washington, D.R., Hetling, L.J. (1965) Volatile sludge accumulation in activated sludge plants. *J. Water Pollution Control Federation* 37 (4), 499-507.
- WE&T editors (2013) Setting new terms. *WE&T Magazine* 25 (1), http://www.wef.org/publications/page_wet.aspx?id=12884902599&page=ca§ion=From%20the%20Editors. Page consultée le 2013/11/09.
- WEF (2009) Energy Conservation in Water and Wastewater Treatment Facilities. Manual of Practice no. 32, Water Environment Federation, Alexandria, VA.
- Wei, Y. S., Van Houten, R. T., Borger, A. R., Eikelboom, D. H., Fan, Y. B. (2003) Minimization of excess sludge production for biological wastewater treatment. *Water Research* 37 (18), 4453-4467.
- Wentzel, M.C., Mbewe, A., Ekama, G.A. (1995) Batch test for measurement of readily biodegradable COD and active organism concentrations in municipal wastewaters. *Water SA* 21 (2), 117-124.
- Wentzel, M.C., Ubisi, M.F., Ekama, G.A. (1998) Heterotrophic active biomass component of activated sludge mixed liquor. *Water Science and Technology* 37 (4-5), 79-87.
- Wentzel, M.C., Mbewe, A., Lakay, M.T., Ekama, G.A. (1999) Batch test for characterisation of the carbonaceous materials in municipal wastewaters. *Water SA* 25, 327-335.
- Wentzel, M.C., Ubisi, M.F., Lakay, M.T., Ekama, G.A. (2002) Incorporation of inorganic material in anoxic/aerobic-activated sludge system mixed liquor. *Water Research* 36 (20), 5074-5082.
- Wentzel, M.C., Ekama, G.A., Sötemann, S.W. (2006) Mass balance-based plant-wide wastewater treatment plant models - Part 1: Biodegradability of wastewater organics under anaerobic conditions. *Water SA* 32 (3), 269-276.
- Wezernak, C.T., Gannon, J.J. (1967) Oxygen-nitrogen relationship in autotrophic nitrification. *Applied Microbiology* 15, 1211-1215.

- Yan, S.-T., Chu, L.-B., Xing, X.-H., Yu, A.-F., Sun, X.-L., Jurcik, B. (2009) Analysis of the mechanism of sludge ozonation by a combination of biological and chemical approaches. *Water Research* 43 (1), 195-203.
- Yasui, H., Nakamura, K., Sakuma, S., Iwasaki, M., Sakai, Y. (1996) A full-scale operation of a novel activated sludge process without excess sludge production. *Water Science and Technology* 34 (3-4), 395-404.
- Zaviska, F., Drogui, P., Mercier, G. and Blais, J.-F. (2009) Procédés d'oxydation avancée dans le traitement des eaux et des effluents industriels: application à la dégradation des polluants réfractaires. *Revue des Sciences de l'Eau* 22 (4), 535-564.
- Zhang, G., Yang, J., Liu, H., Zhang, J. (2009) Sludge ozonation: Disintegration, supernatant changes and mechanisms. *Bioresource Technology* 100 (3), 1505-1509.
- Zhao, Y. X., Yin, J., Yu, H. L., Han, N. Tian, F. J. (2007) Observations on ozone treatment of excess sludge. *Water Science and Technology* 56 (9), 167-175.

ANNEXES

ANNEXE 1 – Protocoles de modélisation

	Strengths	Weaknesses	Opportunities	Threats
BIOMATH	<p>Detailed settling, hydraulic & biological characterization</p> <p>Detailed influent characterization</p> <p>Biomass characterization</p> <p>Sensitivity analysis/parameter selection</p> <p>OED for measurement campaign design</p> <p>Structured overview of protocol</p> <p>Feedback loops</p>	<p>Respirometric influent characterisation requires model-based interpretation</p> <p>OED has not been applied yet in practice but research is ongoing</p> <p>OED software and specialist required</p> <p>No detailed methodology for data quality check</p> <p>No practical procedure for parameter calibration</p>	<p>Generally applicable</p> <p>Works efficiently once implemented in a simulator</p> <p>Dynamic measurement campaigns can be designed and compared based on OED</p>	<p>Not all modelling and simulation software have OED/Sensitivity analysis (SA)</p> <p>High degree of specialisation is required for the application</p>
STOWA	<p>Detailed settling and biological characterization</p> <p>Process control</p> <p>Time estimate for different calibration steps</p> <p>Detailed data quality check</p> <p>Step-wise calibration of biological process parameters</p> <p>Structured overview of protocol</p> <p>Feedback loops</p>	<p>No detailed hydraulic characterization</p> <p>BOD test gives problems (fp)</p> <p>No biomass characterization</p> <p>No guidance for measurement campaign design</p> <p>No detailed info on sensitivity analysis</p> <p>Fixed parameter subsets for calibration of biological processes</p>	<p>Easy to use</p> <p>Practical experimental methods</p> <p>No specialist required</p> <p>Good for consultants and new modelers</p>	<p>No mathematical/statistical approach for parameter selection for calibration</p> <p>May not be applicable for different systems since parameter subset for calibration may change for different WWTPs</p>
HSG	<p>CFD for hydraulic characterization</p> <p>Biological characterization</p> <p>Design of measurement campaign</p> <p>A standard format for documentation</p> <p>Data quality check</p> <p>Structured overview of protocol</p>	<p>No feedback loops in overview diagram</p> <p>Provides only general guidelines</p> <p>No detailed settling characterisation</p> <p>No particular methods for influent characterisation or parameter estimation</p> <p>No detailed sensitivity analysis/parameter selection</p>	<p>Generally applicable</p> <p>A standard format for thorough documentation/reporting of calibration studies</p>	<p>Not detailed/practical enough for new practitioners</p> <p>The free choice of experimental methodologies for influent/kinetic characterisation may jeopardise standardization of calibration studies</p>
WERF	<p>Detailed influent characterization</p> <p>Detailed μ_A and b_A determination</p> <p>Biomass characterization</p> <p>Sensitivity analysis/parameter selection</p> <p>Detailed data quality check</p> <p>A <i>tiered approach</i> for calibration</p> <p>Several examples of case studies</p>	<p>No feedback loops</p> <p>Settling process less emphasized</p> <p>Almost no emphasise on other kinetic parameters than nitrification</p> <p>No structured overview of protocol</p>	<p>Based on practical experience</p> <p>A tiered approach for calibration provides different calibration levels for different goals and accuracy of calibration</p> <p>Good for consultants and new modelers</p>	<p>Focus on μ_A determination and influent characterization</p> <p>Ignoring the significance of the other compartments of the full-scale model</p> <p>Laborious methods</p>

Figure A1 – Avantages et inconvénients des principaux protocoles de calibration (tiré de Sin et al., 2005).

ANNEXE 2 – Étapes d'une étude de modélisation

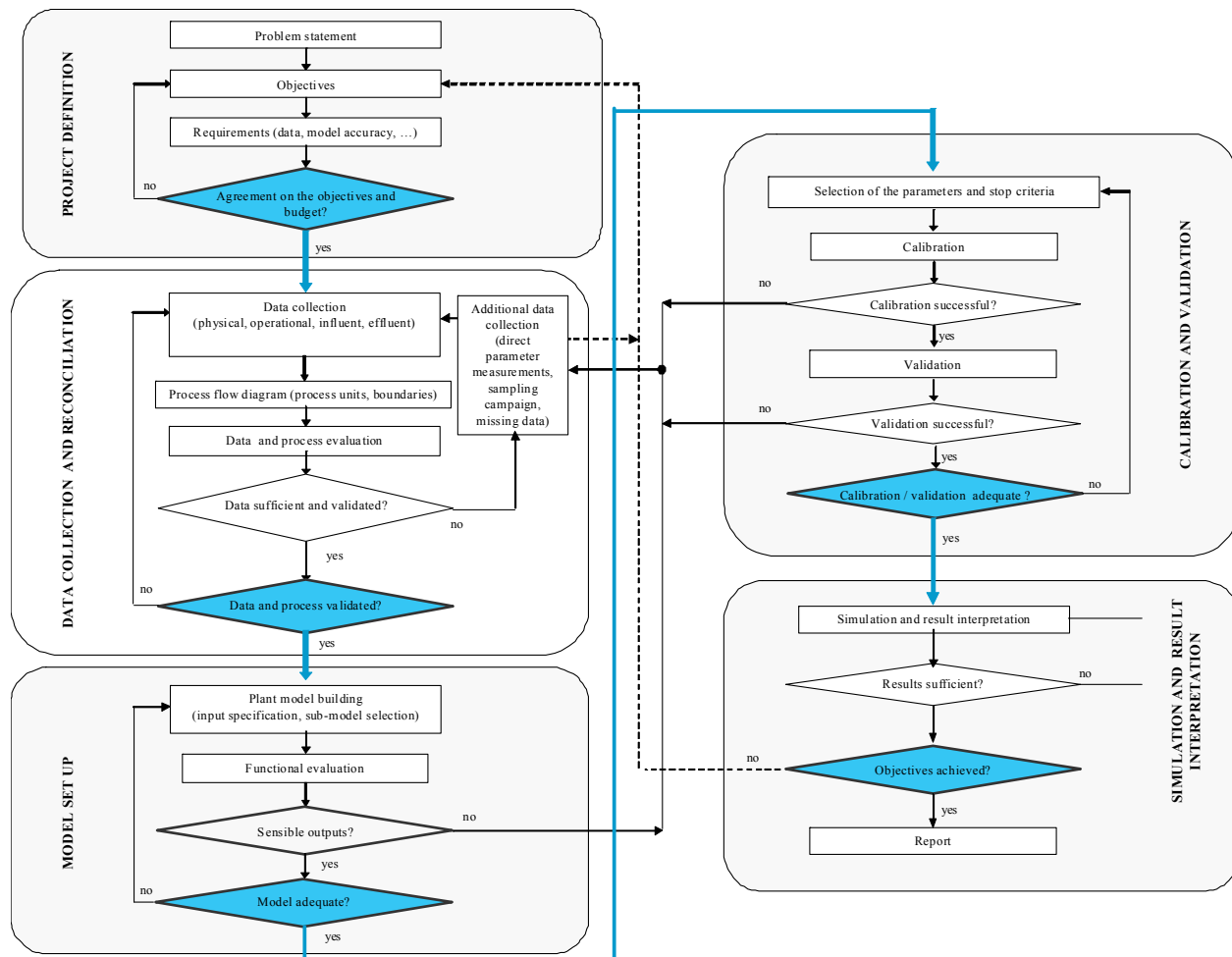


Figure A2 – Étapes d'une étude de modélisation (tiré de Rieger et al., 2012).

ANNEXE 3 – Protocole de respirométrie à S_0/X_0 élevé

Les essais de respirométrie à S_0/X_0 élevé pour la détermination de la biomasse active dans les eaux usées ($X_{H,Inf}$) par croissance exponentielle ont été réalisés en duplicata ou en triplicata à l'aide de deux respiromètres.

Le premier respiromètre AES (Challenge Environmental System inc, USA) était de type *flowing gas, static liquid* (Petersen, 2000), avec 16 bouteilles de 650 ml (bouteilles Wheathon de 500 ml) munies de septum (Figure A3). Ce respiromètre comptabilise l'oxygène alimenté (Air liquide inc, UHP) à chaque bouteille et une macro VBA transformant le cumulatif d'oxygène consommé en taux d'utilisation d'oxygène. La vitesse d'agitation des bouteilles à l'aide de barreaux magnétiques était ajusté à 900 rpm, créant un vortex jusqu'au fond des bouteilles afin de maximiser les échanges gas-liquide et de saturer l'échantillon en oxygène dissous (Moon et Young, 2005). La température était maintenue à 20°C en submergeant les bouteilles dans un bain alimenté par un circulateur réfrigéré (Polyscience, IL, model 5005).

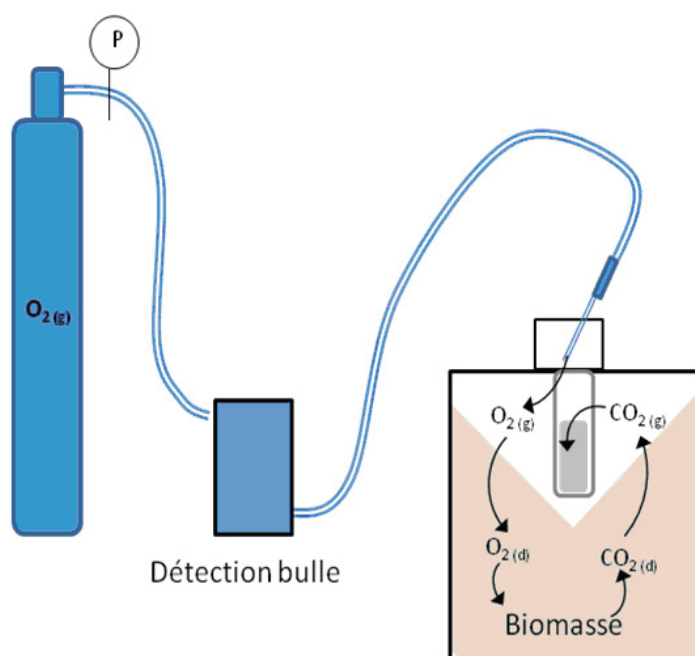


Figure A3 – Schéma du principe de fonctionnement du respiromètre CES.

Le deuxième respiromètre, de conception maison, utilisait 4 béciers de 2 L dans lesquelles le niveau d'oxygène dissous respectif était maintenu entre 3 et 5 mg O_2/L à l'aide de sondes à

oxygène dissous (Hamilton, Visiferm) et d'un transmetteur (Thetys, EL400) actionnant des valves sur les lignes d'aération (Figure A3.2). Les profils d'oxygène dissous en dents-de-scie étaient ensuite traités par une macro VBA afin de calculer le taux d'utilisation de l'oxygène (TUO) correspondant à chacune des chutes d'oxygène dissous entre les périodes d'aération. Des balles flottantes de 40 mm de diamètre étaient déposées sur la surface liquide afin de réduire le transfert d'oxygène par la surface.

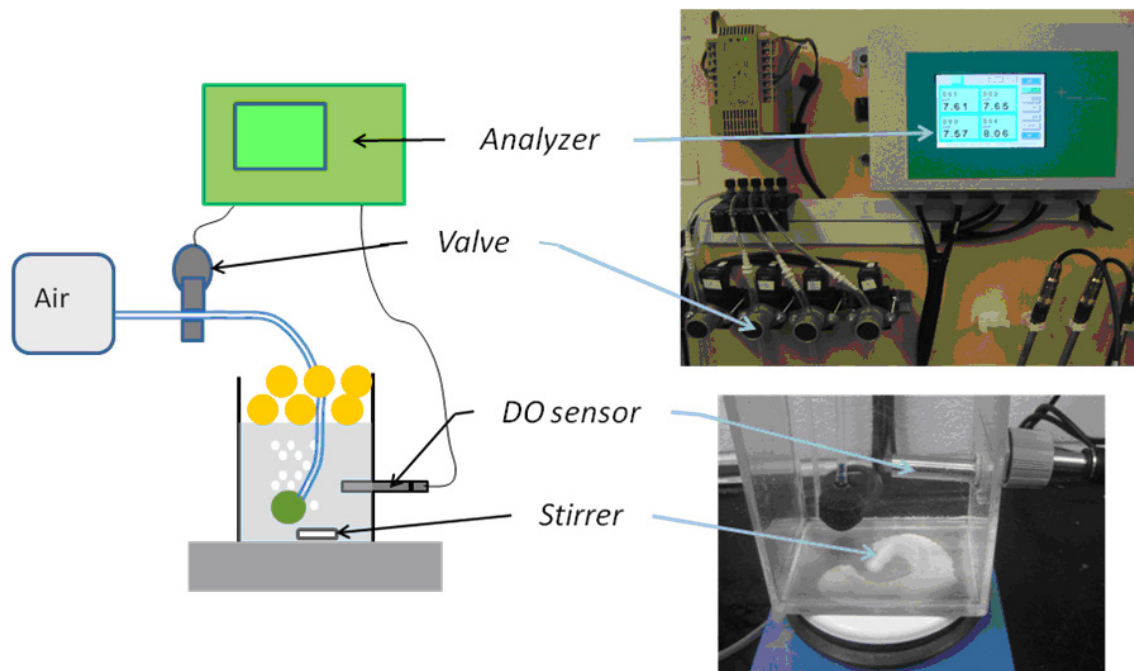


Figure A4 – Schéma du montage de respirométrie par aération intermittente.

ANNEXE 4 – Flocculation et filtration de boues et d'eaux usées

FLOCCULATION ET FILTRATION DE BOUES ET D'EAUX USÉES

Par Marc-André Labelle

Mise à jour : 13/08/30

OBJECTIFS

Cette méthode de flocculation et filtration permet d'éliminer les fractions de DCO colloïdale et particulaire d'un échantillon d'eaux usées ou de liqueur mixte afin de n'y conserver que la fraction soluble (S_B et S_U). Elle est réalisée typiquement afin de déterminer la DCO rapidement biodégradable (S_B ou rbCOD; Mamais et al., 1993) et S_U lors d'essais respirométriques à forte charge (Méthode au sulfate de zinc; Wentzel et al., 1995; 1999) ou afin de préparer l'eau de dilution pour la mesure de la biomasse active dans un échantillon de liqueur mixte (Méthode au sulfate d'aluminium; Cronje et al., 2002).

MÉTHODE AU SULFATE DE ZINC

Matériel :

Solution de sulfate de zinc à 100 g/L ;
Bécher de 150 ml (Échantillon de 100 ml) ;
pH-mètre calibré à pH=7 et pH=10 ;
NaOH 6 M ;
Filtres à seringue 0,45 μm ;
Seringue ;
Plaque agitatrice et barreau magnétique ;
Fiole jaugée de 1 L.

Préparation de la solution de ZnSO_4 :

Le ZnSO_4 est vendu commercialement sous forme heptahydrate.

Masse molaire $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$: 287,3 g/mol

Masse molaire ZnSO_4 : 161,47 g/mol

Pour 1000 ml :

- Dissoudre 178 g de sulfate de zinc heptahydraté dans une fiole jaugée de 1000 ml remplie à demi d'eau de dilution (eau déminéralisée).
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau de dilution.

Procédure (Fig. 1):

- Ajouter 1 ml de la solution à 100 g/L de ZnSO_4 pour 100 ml d'échantillon
- Agiter vigoureusement sur la plaque agitatrice pendant environ 1 minute
- Ajuster le pH à 10,5-11 avec le NaOH 6 M
- Laisser décanter pendant 5 minutes
- Prélever le surnageant à l'aide d'une seringue
- Filtrer le surnageant avec le filtre à seringue de 0,45 μm , en rejetant les 5 premiers millilitres.

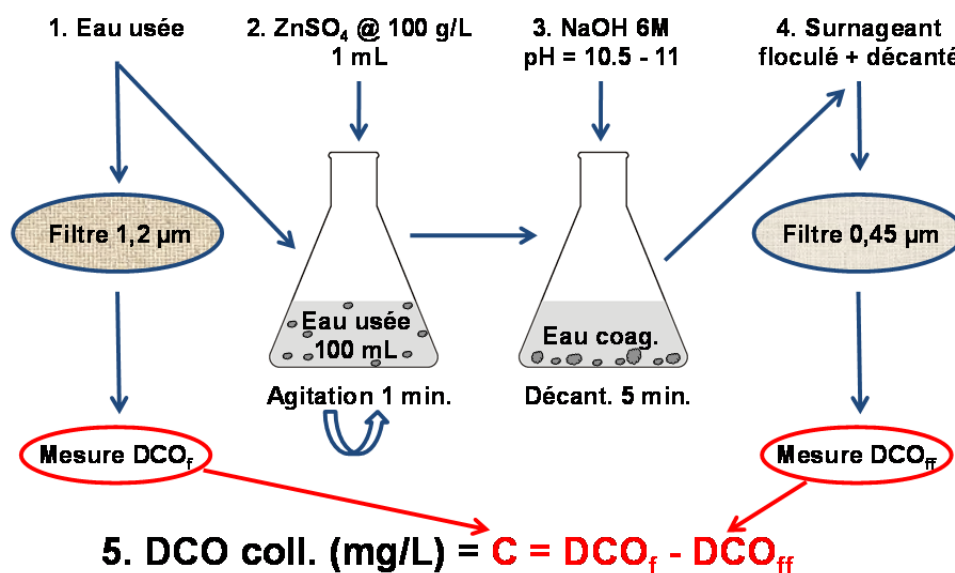


Figure A5 – Étapes pour la détermination de la DCO colloïdale.

MÉTHODE AU SULFATE D'ALUMINIUM

Matériel :

Solution de sulfate d'aluminium, $\text{Al}(\text{SO}_4)_3 \cdot 15\text{H}_2\text{O}$ à 50 g/L ;

Bécher de 2L ;

Rampe de filtration ;

Filtres de 0,45 μm , GF/C ou 934-AH;

Plaque agitatrice et barreau magnétique.

Procédure :

- Ajouter 10 ml de la solution à 50 g/L pour 1000 ml d'échantillon
- Agiter vigoureusement (200 rpm) sur la plaque pendant 2 minutes
- Agiter lentement (floculation) sur la plaque pendant 30 minutes
- Laisser décanter
- Filtrer le surnageant sur le filtre.

ANNEXE 5 – Correction aux bilans de masse de Barker et Dold (1995)

Quelques erreurs se sont glissées dans l'annexe de Barker & Dold (1995) qui présente les équations de bilan de masse pour la DCO et l'azote. Ces erreurs et leur implication sur la validité des bilans de masse sont présentées dans cette annexe. D'abord, les unités indiquées dans la liste des symboles pour le taux d'utilisation de l'oxygène (TUO) et la fraction d'azote dans les boues en excès f_N doivent être corrigées en mg O₂/L/h et en g N/g MVES, respectivement. Bien que les unités indiquées pour ces symboles soient erronées dans la liste, ceci n'affecte pas les calculs qui sont réalisés dans la suite de l'annexe.

Certaines erreurs se sont aussi glissées dans le bilan sur l'azote. L'équation A13 (de l'annexe de Barker & Dold, 1995) pour la masse totale de nitrates à l'effluent $M_{N,Ne}$ doit être corrigée pour soustraire le débit de purge du débit d'effluent et devient :

$$M_{N,Ne} = (Q-q) \cdot N_{Ne} \quad (\text{A13rev})$$

De la même façon, la masse du NTK à l'effluent (Équation A14) doit être corrigée pour le débit de purge de boues en excès :

$$M_{N,Te} = (Q-q) \cdot N_{Te} \quad (\text{A14rev})$$

Ces corrections sont d'autant plus importantes à effectuer que l'âge de boue est faible (TRB) puisque les débits de purge sont alors plus importants, surtout dans le cas du contrôle hydraulique du TRB.

Le calcul de la masse d'azote purgée dans les boues en excès par l'équation A15 ne tient compte que de l'azote particulaire alors qu'une certaine quantité d'azote dissous est aussi enlevée du système lors des purges. L'azote total en solution dans les purges ($M_{N-S,WAS}$; mg N/d) est la somme des nitrates ($M_{NOx,WAS}$) et du NTK en solution ($M_{NTK-S,WAS}$) :

$$M_{N-S,WAS} = M_{NOx,WAS} + M_{NTK-S,WAS} \quad (\text{A15.1rev})$$

$$M_{N-S,WAS} = q \cdot N_{N,AER} + q N_{Te} \quad (A15.2rev)$$

L'équation A15 doit être modifiée de la façon suivante pour considérer aussi l'azote en solution :

$$M_{N,WAS} = q \cdot X_V \cdot f_N + M_{N-S,WAS} \quad (A15rev)$$

Cette correction aura davantage d'impact sur les systèmes aérobies avec des concentrations importantes de nitrates ou sur les systèmes à très faible (TRB) pour lesquelles les volumes de purge et la concentration en azote ammoniacal sont importants.

Les erreurs présentées ci-dessus sur le bilan sur l'azote ont des effets assez mineurs sur la valeur d'un bilan donné. Certaines des équations révisées sont utilisées dans le calcul du bilan DCO et l'affecteront aussi, mais de façon mineure.

La DCO oxydée sous des conditions aérobies et anoxies est estimée à partir du TUO et de la masse totale dénitrifiée ($M_{DENIT,T}$). À l'équation A8 l'oxygène consommé pour la nitrification TUO_N est soustraite du TUO afin de n'associer que le TUO_C à la consommation de la DCO, la source de carbone pour la biomasse nitrifiante autotrophe provenant du CO_2 . Cependant la consommation de DCO pour fournir l'énergie à la biomasse hétérotrophe ne représente qu'une fraction de la DCO consommée lors du métabolisme microbien. Une portion de DCO est aussi utilisée pour la synthèse cellulaire (fig. 2.7) au moment où TUO_C sert à produire de l'énergie. La figure suivante illustre ce concept sur une base unitaire de DCO consommée.

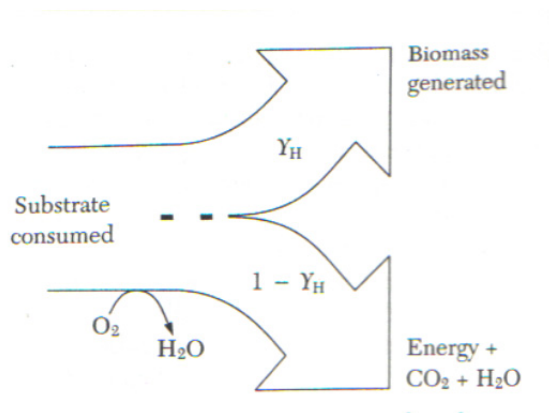


Figure A6 – Schéma représentant la respiration aérobie des hétérotrophes (tiré de Spanjers et al., 1998)

De la même façon, lors de la dénitrification, la DCO est utilisée à la fois comme source de carbone externe et comme donneur d'électron. Une portion de la DCO sert donc à la croissance cellulaire (Y_H) et l'autre portion ($1 - Y_H$) est oxydée en CO_2 et en H_2O . La masse totale de nitrate dénitrifiée par jour représente donc le taux d'utilisation des nitrates (NUR).

Le TUO_C et le taux d'utilisation de l'azote (TUN) doivent donc être divisés par $(1 - Y)$ afin de refléter la quantité totale de DCO oxydée par respiration. Les équations A8, A9 doivent être modifiées de la façon suivante :

$$M_{DCO,AER} = ((TUO \cdot V_{AER} \cdot 24) - MO_N) / (1 - Y) \quad (A8mod)$$

$$M_{DCO,DENIT} = 2,86 \cdot M_{DENIT,T} / (1 - Y) \quad (A9mod)$$

En reprenant l'exemple de calcul de l'annexe de Barker et Dold (1995) à partir du calcul de $M_{DCO,OXID}$ on obtient :

$$M_{DCO,OXID} = 2,86 \cdot M_{DENIT,T} / (1 - Y) + (TUO \cdot V_{AER} \cdot 24) / (1 - Y) - 4,57 \cdot (M_{DENIT,T} + Q \cdot N_{Ne}) \quad (A10mod)$$

Comme la DCO des boues en excès, incluant la biomasse générée en conditions aérobies et anoxies, est considérée ailleurs dans le bilan de masse, il n'est pas nécessaire d'inclure cette modification aux équations de bilan proposées par Barker & Dold (1995).

ANNEXE 6 – Protocole d’essai d’ozonation de boues activées

Protocole d’essai d’ozonation de boues activées

Objectifs

Préparation et injection ponctuelle d’une eau ozonée à un échantillon de boues activées.

Matériel

Remplir les seringues qui seront employées avec de l’eau ozonée et laisser reposer pendant la nuit de façon à réduire la demande en ozone des seringues.

Préparation d’eau ozonée :

S’assurer que le détecteur d’ozone dans l’air ambiant est fonctionnel et travailler sous hotte.

Utiliser un chiffon imbibé de KI pour la détection de fuites sur le montage.

Laisser barboter l’ozone gazeux dans une colonne refroidit par de la glace ou un circulateur réfrigéré contenant de l’eau déminéralisée jusqu’à ce que la concentration d’ozone dissous soit stable.

Les mesures d’ozone se font avec la méthode à l’indigo (Gordon et Bubnis, 2002; APHA, 2005).

Préparer une solution fille de Carmin indigo 3% (se conserve jusqu’à 14 jours).

Allumer les spectrophotomètres 30 minutes à l’avance.

1. Démarrer analyseur :
 - a. Ajuster le débit d’oxygène gazeux à = 15 L/h
 - b. Ozoneur à puissance maximale
 - c. Cryostat = 2C
2. Prélever les boues à analyser et diluer avec l’effluent du BRM. Analyser au besoin :
 - a. Filtré sur 0,45 um : DCO, COT, UV254, UV285, EEM, pH, conductivité, carbos, protéines, acides humiques, I.C., N et P
 - b. Non filtré : COT (Ultraturax), DCO, MES, MVES

3. Préparer les aliquotes de boues aux concentrations voulues. Compléter au besoin avec de l'eau pour obtenir des volumes finals égaux (pour toutes les doses d'ozone inférieures à la dose maximale).
4. Déterminer en triplicata la concentration de la solution mère d'ozone. Répéter aux heures au besoin.

Absorbance à 600 nm (Indigo 3% et sol.-mère)

Commentaire		1	2	3	Moy. Abs	Indigo 3% (ml)	Vé (ml)	Vt (ml)	Conc. O3 (mg O3/L)
	Abs. Blanc	0.637	0.637	0.637	0.637	20.0	0.3	20.3	
e.g.:13h00: Doses 1 à 8	Abs. Sol O3	0.492	0.497	0.491	0.493	20.0	0.3	20.3	23.1

5. Injecter les doses d'ozone souhaitées dans les aliquotes de boues à l'aide des seringues en prenant soin de ne pas mettre la solution d'ozone en contact avec l'air ambiant.
6. Filtrer rapidement les aliquotes ou une portion de celles-ci sur des filtres de cellulose de nitrate (0,45 um) pré-rincés. Un préfiltre de filtre en fibre de verre (p.ex.. Whatmann GF-C) peut être nécessaire pour obtenir un volume de filtrat suffisant. Une floculation au sulfate de zinc (floculation-filtration) peut aussi être utilisée.
7. Analyser les boues ozonées et le filtrat pour les paramètres souhaités (p. ex. : Backlight, OURmax).