



<b>Titre:</b> Title:	Caractérisation du biotraitement anaérobie, dans un réacteur à plateaux avec alimentation étagée, d'un effluent de fromagerie		
Auteur: Author:	André Bernard		
Date:	1989		
Туре:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis		
Référence: Citation: Bernard, A. (1989). Caractérisation du biotraitement anaérobie, dans un réact à plateaux avec alimentation étagée, d'un effluent de fromagerie [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/57928/			

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

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/57928/
Directeurs de recherche: Advisors:	
Programme: Program:	Non spécifié

### UNIVERSITE DE MONTREAL

### CARACTERISATION DU BIOTRAITEMENT ANAEROBIE, DANS UN REACTEUR A PLATEAUX AVEC ALIMENTATION ETAGEE, D'UN EFFLUENT DE FROMAGERIE

par

André BERNARD DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

ECOLE POLYTECHNIQUE

MEMOIRE PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU GRADE DE MAITRE ES SCIENCE APPLIQUEES (M.Sc.A.)

mai 1989

c André Bernard

ational Library Canada Bibliothèque nationale du Canada

Service des thèses canadiennes

anadian Theses Service

ttawa, Canada I A 0N4

The author has granted an irrevocable nonexclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of his/her thesis by any means and in any form or format, making this thesis available to interested persons.

The author retains ownership of the copyright in his/her thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her permission. L'auteur a accordé une licence irrévocable et non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de sa thèse de quelque manière et sous quelque forme que ce soit pour mettre des exemplaires de cette thèse à la disposition des personnes intéressées.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège sa thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

ISBN 0-315-52699-8

# Canadä

#### UNIVERSITE DE MONTREAL

#### ECOLE POLYTECHNIQUE

#### Ce mémoire intitulé:

#### CARACTERISATION DU BIOTRAITEMENT ANAEROBIE, DANS UN REACTEUR A PLATEAUX AVEC ALIMENTATION ETAGEE, D'UN EFFLUENT DE FROMAGERIE

présenté par: André BERNARD

en vue de l'obtention du grade de: M.Sc.A.

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

M. C. Chavarie, Ph.D., président

M. R.C. Mayer, M.Sc.A.

M. J. Laperrière, Ing.

#### SOMMAIRE.

Ce travail vise à étudier le comportement d'un nouveau type de bioréacteur sous l'effet de l'augmentation graduelle de la charge organique. L'effet de la concentration initiale de biomasse dans le réacteur sur les performances et sur les conditions de mélange de ce dernier a de plus été caractérisé.

Ce nouveau type de bioréacteur à plateaux et calottes de qaz (RAPC), fut développé au département de génie chimique de l'Ecole Polytechnique de Montréal. Le réacteur comporte trois sections, chacune étant séparée de l'autre par un plateau. Les deux premiers plateaux comportent des calottes et le dernier plateau possède un déflecteur et un tube afin d'effectuer une séparation gaz-liquide-solide. L'alimentation est réalisée de façon étagée dans les deux premières sections du réacteur. La première reçoit les 2/3 de l'alimentation fraîche et la deuxième reçoit le dernier 1/3. La dernière section agit comme réacteur de polissage.

Afin de réaliser cette étude, trois RAPC ont été opérés en paralèlle à des concentrations de biomasse différentes (10.8, 21.5 et 32.3 g SVS/L). L'augmentation de la charge organique fut réalisée par l'élévation de la concentration en substrat, le temps de séjour hydraulique étant gardé constant à environ 15 heures. La charge fut augmentée par palliers jusqu'à l'obtention d'une baisse de rendement significative dans l'enlèvement de la DCO. La charge correspondant à cette baisse de rendement fut identifiée comme étant la charge de rupture du réacteur. L'augmentation à une charge supérieure était réalisée seulement lors de l'observation des conditions de régime considéré comme établi.

Le bioréacteur ayant 18.8 g SVS/L a donné des pourcentages d'enlèvement global de la DCO supérieurs à 80% jusqu'à une charge de 11 Kg DCO/m³\*d. A la charge de 17.5 Kg DCO/m³\*d le rendement a chuté sous les 50% d'enlèvement de la DCO.

Le bioréacteur ayant 21.5 g SVS/L a donné des pourcentages d'enlèvement global de la DCO supérieurs à 90% jusqu'à une charge de 21 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d. A la Charge de 29 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d le rendement a chuté aux environs de 40% d'enlèvement de la DCO.

Le réacteur ayant 32.3 g SVS/L a donné des pourcentages d'enlèvement global de la DCO supérieurs à

80% jusqu'à une charge de 24 Kg DCO/m³\*d. Bien qu'à la charge de 28 Kg DCO/m³\*d un enlèvement global de 70% était réalisé, les deux premières sections n'offraient que 40% d'enlèvement de la DCO.

La concentration initiale de biomasse a donc une influence sur les performances du réacteur. Plus il y a de biomasse, plus la charge organique spécifique (Kg DCO/Kg SVS\*d) est faible. Par contre, une trop grande quantité de biomasse offre plus de pertes de cette dernière à l'effluent et il y a formation d'un gâteau de biomasse sur le dernier plateau. Il y a alors augmentation de la DCO soluble en raison des phénomènes de lyse bactérienne avec production de métabolites secondaires.

La perte de performance des réacteurs semble être causée par un mauvais fonctionnement de l'étape d'hydrogénogénèse. Ceci fut observé par l'accumulation d'acide propionique dans la deuxième section des réacteurs.

Les conditions de mélange semblent être affectées légèrement par la concentration initiale de biomasse et la charge organique.

#### Abstract.

A new kind of anaerobic reactor for the treatment of industrial wastewater was developed in the chemical engineering department of "Ecole Polytechnique de Montréal". This new reactor is a multi plate three sections reactor with a distribution of the feed in only the two first sections. The last section is used to finalise the treatment.

The purpose of this work was to characterize the performance and mixing of the reactor under organic overloading using three prototype reactors. The effect of the initial biomass concentration was also investigated. Each sections of the reactor were found to behave like a perfectly mixed reactor and the biomass concentration major influence the mixing in seemed to have no conditions. However the initial biomass concentration does influence the performance of the reactor and were different in each of the three reactors. The critical organic loading values of the three reactors inoculated respectively with 25, 50 and 75% biomass/volume were found to be 17.5, 29 and 28 Kg COD/m³\*d. Decrease in performance were attributed to the inhibition of the hydrogenogenesis and the methanogenesis steps.

#### REMERCIEMENTS.

Je voudrais exprimer mes remerciements à mon directeur de recherche, M. Raymond Mayer et à mon co-directeur de recherche, M. Denis Rouleau pour leurs précieux conseils tout au long de ce travail de maîtrise.

Je tiens aussi à remercier le personnel du département de génie chimique pour sa disponibilité et ses services rendus, l'Institut de Recherche en Biotechnologie du Canada pour leur aide technique ainsi que la coopérative agricole AGROPUR pour la biomasse fournie dans le cadre de ce projet.

Je ne voudrais pas oublier les membres de ma famille ainsi que mes amis pour leurs encouragements tout au long de ce travail.

# TABLE DES MATIERES.

-	Sommaire	i∨
	Abstract	vii
-	Liste des tableaux	xii
-	Liste des figures	>≺iii
-	Liste des symboles	×vii
-	Introduction	1
	<u>1 Relevé bibliographique</u>	3
	1.1 Microbiologie et biochimie du traitement	
	anaérobie	3
	1.1.1 Hydrolyse	3
	1.1.2 Acidogénèse	5
	1.1.3 Méthanogénèse	7
	1.1.4 Hydrogène et hydrogénogénèse	13
	1.2 Toxicité	16
	1.2.1 Acides volatils	16
	1.2.2 Ammoniaque	18
	1.2.3 Cations métaliques	19
	1.2.4 Sulfure	20
	1.2.5 Métaux lourds	21
	1.3 Conditions d'opération	22
	1.3.1 Température	22
	1.3.2 рН	23

1.3.3 Alcalinité	25
1.3.4 Besoins nutritifs	26
1.3.5 Micro éléments	26
1.4 Type de réacteur	30
1.4.1 Lit fluidisé	30
1.4.2 Film fixe	32
1.4.3 Lit expansé	34
1.5 Hydrodynamique des réacteurs	37
2 Expérimentation sur le réacteur à plateaux	
et calottes de gaz	41
2.1 Montage expérimental	47
2.2 Méthode expérimental	50
<u>3 Méthodes d'analyses</u>	54
3.1 Demande chimique en oxygène (DCO)	54
3.2 Concentrations des acides volatils	54
3.3 Taux de production de biogaz	55
3.4 Pourcentage de méthane	55
3.5 Alcalinité	55
3.6 рН	55
3.7 Test hydraulique	56
<u>4 Résultats et discussion</u>	57
4.1 Hydrodynamique	57
4.2 Enlèvement de la DCO	65
4.3 Acides volatils	70
4.4 Profil de l'acide acétique, propionique	

et butyrique	73
4.5 pH	81
4.6 Alcalinité	85
4.7 Froduction de biogaz	88
4.8 Performances des bioréacteurs en fonction	
de la charge organique	90
5 Observations	97
 Conclusion et recommandations	100
 Bibliographie	104
 Annexe #1 (résultats du réacteur #1)	112
 Annexe #2 (résultats du réacteur #2)	114
 Annexe #3 (résultats du réacteur #3)	116

## LISTE DES TABLEAUX.

Tableau	1.1:	Type de bactéries méthanogènes et leurs	
		substrats respectifs	
Tableau	1.2:	Effets des cations métaliques 20	
Tableau	1.3:	Concentration toxique des métaux lourds 21	
Tableau	1.4:	Micro éléments qui permettent d'augmenter	
		les rendements	
Tableau	2.1:	Caractéristiques physiques du réacteur 50	
Tableau	2.2:	Concentration initiale de biomasse dans	
		les réacteurs 51	
Tableau	2.3:	Conditions d'opération et	
		composition (g/L) de la solution de	
		lactose	
Tableau	4.1:	Rapport acides volatils/alcalinité de	
		l'effluent traité	
Tableau	4.2:	Estimé de la production de méthane	

# LISTE DES FIGURES.

Figure	1.1:	Etapes du traitement anaérobie	4
Figure	1.2:	Produits de réaction des bactéries	
		acidogènes	6
Figure	1.3:	Réaction réalisée par les bactéries	
		méthanogènes	8
Figure	1.4:	Cinétique de croissance des Méthanotrix	
		et des Méthanosarcina	12
Figure	1.5:	Régulation catabolique de l'hydrogène sur	
		la conversion anaérobie du glucose	14
Figure	1.6:	Tendance générale des effets de	
		stimulation et de toxicité	17
Figure	1.7:	Effet du pH sur la fraction non ionique de	
		l <sup>°</sup> ammoniaque et des acides volatils	24
Figure	1.8:	Rapport DCO/N en fonction de la charge	
		organique spécifique	27
Figure	1.9:	Réacteur à lit fluidisé	31
Figure	1.10:	Réacteur à film fixe	33
Figure	1.11:	: Réacteur UASB	36
Figure	2.1:	Réacteur à plateaux et calottes	
		de gaz (RAPC)	42
Figure	2.2:	Arrangement des deux premiers plateaux	43
Figure	2.3:	Vue en coupe d'une calotte	44
Figure	2.4:	Arrangement du dernier plateau×	46

.

Figure	2.5:	Montage experimental	48
Figure	4.1:	Distribution des temps de résidence du	
		réacteur #1	62
Figure	4.2:	Distribution des temps de résidence du	
		réacteur #2	62
Figure	4.3:	Distribution des temps de résidence du	
		réacteur #3	63
Figure	4.4:	Distribution des temps de résidence du	
		réacteur #2	64
Figure	4.5:	Distribution des temps de résidence du	
		réacteur #3	64
Figure	4.6:	Enlèvement de la DCO de chaque sections	
		réacteur #1	66
Figure	4.7:	Enlèvement de la DCO de chaque sections	
		réacteur #2	66
Figure	4.8:	Enlèvement de la DCO de chaque sections	
		réacteur #3	67
Figure	4.9:	Profils des acides volatils	
		du réacteur #1	71
Figure	4,10:	Profils des acides volatils	
		du réacteur #2	71
Figure	4.11:	Profils des acides volatils	
		du réacteur #3	72
Figure	4.12:	Profils de l'acide acétique	
		du réacteur #1	75

Figure	4.13:	Profils de l'acide propionique du
		réacteur #1
Figure	4.14:	Profils de l'acide butyrique
		du réacteur #1
Figure	4.15:	Profils de l'acide acétique
		du réacteur #2
Figure	4.16:	Profils de l'acide propionique du
		réacteur #2
Figure	4.17:	Profils de l <sup>°</sup> acide butyrique
		du réacteur #2 77
Figure	4.18:	Profils de l'acide acétique
		du réacteur #378
Figure	4.19:	Profils de l'acide propionique du
		réacteur #3 78
Figure	4.20:	Profils de l'acide butyrique
		du réacteur #379
Figure	4.21:	Profils du pH, réacteur #1
Figure	4.22:	Profils du pH, réacteur #2
Figure	4.23:	Profils du pH, réacteur #3
Figure	4.24:	Enlèvement de la DCO vs charges
		réacteur #1 91
Figure	4.25:	Enlèvement de la DCO vs charges
		réacteur #2
Figure	4.26:	Enlèvement de la DCO vs charges
		réacteur #3

xv

#### LISTE DES SYMBOLES.

DCO: Demande chimique en oxygène.

E(t): Fonction de distribution des temps de résidence.

Q1: Débit.

SS: Solides en suspension.

STP: Conditions standard de pression et température.

SVS: Solides volatils en suspensions.

θ: Temps de séjour hydraulique.

#### INTRODUCTION.

Le peu de popularité qu'a connu, par le passé, le traitement anaérobie fut causé principalement par le manque de stabilité qu'offraient les réacteurs. Les travaux de recherche réalisés aux cours des dix dernières années auront permis de mieux connaître la microbiologie et la biochimie du processus. En plus, le développement de nouveaux types de réacteurs offrant une bonne stabilité de traitement aura contribué au gain de popularité que connaît présentement ce type de traitement.

Le réacteur à plateaux et calottes de gaz (RAPC) développé au département de génie chimique de l'Ecole Polytechnique de Montréal, est configuré de façon à offrir une bonne stabilité d'opération. Les travaux de Perron (Caractérisation du biotraitement anaérobie dans un réacteur à lit expansé, 1986) et de Toto (Caractérisation du biotraitement anaérobie dans un réacteur à écoulement permis de rassembler 1987) aurront tangentiel, l'information nécessaire à la conception du réacteur RAPC. Le but du présent travail est donc de confirmer le potentiel du réacteur RAPC en observant son comportement face à l'augmentation de la charge organique.

Bien que dans le présent travail, un effluent de fromagerie est utilisé comme substrat, le réacteur RAPC fut développé dans le but de traiter plusieurs types d'effluents industriels (pâtes et papiers, industries chimiques, brasseries etc.)

#### RELEVE BIBLIOGRAPHIQUE.

#### 1.1 MICROBIOLOGIE ET BIOCHIMIE DU TRAITEMENT ANAEROBIE.

Contrairement au traitement aérobie qui est réalisé par des microorganismes multiples complexes, le traitement anaérobie n'est réalisé que par des bactéries. Par contre le traitement anaérobie est un processus qui s'effectue en plusieurs étapes. La figure 1.1 illustre les principales étapes: l'hydrolyse, l'acidogénèse et la méthanogénèse. Chacune de ces étapes est réalisée par des groupes spécifiques de microorganismes.

#### 1.1.1 HYDROLYSE.

Il s'agit de l'étape où les composés organiques complexes sont hydrolysés en composés organiques plus simples par les enzymes extra-cellulaires de bactéries anaérobies strictes. Les composés facultatives et organiques simples serviront de source de carbone AUX bactéries acidogènes lors de l'acidogénèse. Dépendant du type de substrat, l'hydrolyse peut souvent devenir l'étape limitante du traitement, par exemple lorsqu'il s'agit de lipides, composés difficilement l'hydrolyse des hydrolysables (Henze et Harremoes 1982).



Figure l.l: Etapes du traitement anaérobie (Grady et Lim).

4

#### 1.1.2 ACIDOGENESE.

L'acidogénèse est la phase où les composés organiques simples sont transformés principalement en acide acétique. Lorsque le système est instable il y aura production d'acides à plus longues chaines, tels l'acide propionique, butyrique et valérique. En raison de la diversité des microorganismes impliqués, il est possible d'obtenir d'autres produits; la figure 1.2 illustre la séquence de production de ces produits. La prédominance d'un produit par rapport à un autre est étroitement reliée à l'efficacité des bactéries productrices d'hydrogène et sera vue un peu plus plus loin.

L'acidogénèse étant une étape beaucoup plus rapide que la méthanogénèse; les bactéries acidogènes ayant des taux spécifiques de croissance plus élevés que les bactéries méthanogènes, il ne sera pas surprenant d'observer l'augmentation de la population acidogène au dépend des méthanogènes ainsi que l'accumulation des acides dans le système. Des problèmes d'instabilité dans le réacteur et même la "perte" de ce dernier sont alors à craindre.





#### 1.1.3 METHANOGENESE.

La méthanogénèse est l'étape la plus importante du traitement anaérobie, puisque c'est l'étape où la DCO soluble est transformée en biogaz. Le traitement anaérobie est voué à l'échec sans cette étape. C'est une étape lente et souvent limitante du traitement anaérobie (lorsque l'hydrolyse s'effectue facilement). Les microorganismes impliqués dans cette étape sont beaucoup plus fragiles que les bactéries acidogènes. Leur taux spécifique de croissance est beaucoup plus faibles que ceux des acidogènes.

Le méthane est généralement formé à partir de l'acide acétique ainsi que du gaz carbonique et de l'hydrogène. Environ 70% du méthane produit provient de l'acétate. Il peut y avoir une faible quantité de méthane produite à partir du méthanol et de l'acide formique (Henze et Harremoes 1982).La formation du méthane à partir des différents produits intermédiaires est illustré à la figure 1.3

Les différents types de bactéries méthanogènes ainsi que leurs substrats spécifiques sont inscrits au tableau 1.1. Le tableau 1.1 montre que la majorité des bactéries



Figure 1.3: Réactions réalisé par les bactéries méthanogènes (Henze et Harremoes 1982).

méthanogènes utilisent l'hydrogène et les composés comportant un seul carbone comme le monoxyde de carbone, le gaz carbonique et le formate lors de la production du méthane. On observe seulement deux espèces capables d'utitliser l'acide acétique qui, rappelons-le, contribue à 70% du méthane produit. Il s'agit des Méthanotrix et des Méthanosarcina. Les Méthanotrix n'utilisent que l'acétate comme substrat alors que les Méthanosarcina peuvent utiliser l'hydrogène et le gaz carbonique, le méthanol ainsi que les méthylamines, en plus de l'acétate. Quant aux bactéries oxydant l'hydrogène, elles ne peuvent pas utiliser l'acétate.

9

# Tableau 1.1 \*

Type de bactéries méthanogènes et leurs

# substrats respectifs

(Harper et Pohland 1986).

Туре	Espèces	Substrats
Acétotrophe	Méthanotrix soehngenii	Acétate seulement
(n'oxydant pas	Méthanosarcina mazeii	Tous ceux énumérés
l 'hydrogène)		ci-dessous, H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub>
		mais avec difficulté
	Méthanosarcina Stráin	Tous ceux énumérés
	TM-1	sauf $H_2/CO_2$
Acétotrophe	Méthanosarcina barkeri	Acétate, méthanol,
(oxydant		méthylamines,
l 'hydrogène)		monoxyde de carbone
		H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub>
Méthanogènes	Méthanobactérium	H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub>
(oxydant	Méthanobrevibacter	H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> , formate
l´hydrogène)	Méthanococcus	$H_2/CO_2$ , formate
	Méthanomicrobium	$H_2/CO_2$ , formate
	Méthanogenium	$H_2/CO_2$ , formate
	Méthanospirillum	H <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> , formate

Les Méthanosarcina qui font partie du groupe des acétotrophes oxydant l'hydrogène, constituent un groupe intéressant puisque en plus d'être capable d'utiliser plusieurs substrats, leur taux spécifique de croissance plus élevé que les Méthnotrix, ce qui leur confère un est plus haut potentiel de survie. La figure 1.4 donne une comparaison des cinétiques de croissance des Méthanosarcina et des Methanotrix avec l'acide acétique comme substrat. De cette figure on observe que bien que les Méthanotrix ont un faible taux de croissance ils ont beaucoup plus d'affinité pour le substrat (K\_ plus petit) que les Méthanosarcina. Par conséquent lorsque l a concentration d'acétate est inférieure à 50 mg/L, il y a beaucoup plus de Méthanotrix que de Methanosarcina: lorsque la concentration d'acétate est supérieure à 250 mg/L, les Méthanosarcina sont en compétition avec les Méthnotrix jusqu'à disparition de ces dernières. Donc, il est normal que les Méthanotrix soient en prédominance dans réacteur opérant avec un long temps de séjour et que um les Méthanosarcina soient en prédominance dans un réacteur opérant à un faible temps de séjour.

Il est plus avantageux de développer un milieu riche en Méthanosarcina dû à leur taux spécifique de croissance plus élevé et aussi en raison de la variété de substrats

11



π

Figure 1.4: Cinétique de croissance des Méthanotrix et des Méthanosarcina (Harper et Pohland 1986).

qu'ils peuvent utiliser. De cette façon on peut minimiser les problèmes de compétition pour le substrat avec d'autres microorganismes qui ne sont peut-être pas des méthanogènes.

#### 1.1.4 HYDROGENE ET HYDROGENOGENESE.

Dans les traitements aérobies l'ultime accepteur d'électrons est l'oxygène. Ainsi, dû à l'absence de ce dernier dans le traitement anaérobie, l'hydrogène est souvent appelé à jouer ce rôle important.

L'hydrogène en faible concentration est souvent utilisé comme régulateur lors de l'acidogénèse. La figure 1.5 illustre bien ce phénomène lors de la dégradation du pour que le catabolisme procède de façon glucose: continue, il faut qu'il y ait de la nicotinamide adénine dinucléotide (NAD) de façon permanente. Afin d'y arriver, il faut que la NADH produite lors de la phosphorylation du glycéraldéhyde-3-phosphate et de la décarboxylation de l'acide pyruvique en acétyl-CoA soit regénérée. Ceci peut être réalisé par les bactéries productrices d'hydrogène, qui réduisent un proton pour former de l'hydrogène gazeux. Cet hydrogène est alors consommé par les bactéries qui consomment l'hydrogène, phénomène observé lors de



Figure 1.5: Régulation catabolique de l'hydrogène sur la conversion anaérobie du glucose (Collins et Paskins 1987).

۱

÷

l'hydrogénogénèse. Si les bactéries productrices d'hydrogène ne produisent pas d'hydrogène, l'accepteur d'électrons est alors un composé organique, ce qui conduira à la formation de produits comme l'acide butyrique, l'acide propionique, l'éthanol et l'acide lactique. Il y aura quand même production d'acide acétique mais l'ajout de ces composés contribue à augmenter la DCO soluble. En plus, ces composés ne peuvent être directement transformé en méthane.

Par contre si les bactéries productrices d'hydrogène produisent de l'hydrogène, la production d'acétate sera maximisée, puisque la transformation des acides propionique et butyrique en acide acétique est réalisée par les bactéries productrices d'hydrogène selon la réaction suivante:

 $CH_{3}CH_{2}COOH + 2H_{2}O \longrightarrow CH_{3}COOH + 3H_{2} + CO_{2}$  $CH_{3}CH_{2}CH_{2}COOH + 2H_{2}O \longrightarrow 2CH_{3}COOH + 2H_{2}$ 

Il faut qu'il y ait un équilibre entre l'hydrogène produit par les bactéries productrices et l'hydrogène consommé par les bactéries consommatrices d'hydrogène. S'il y a accumulation d'hydrogène, il y aura inhibition des bactéries productrices d'hydrogène, puisque des concentrations trop élevées en hydrogène les inhibent (Grady et Lim). L'inhibition se manifeste lorsque la pression partielle en hydrogène est supérieur à 10<sup>-4</sup> atm pour des opérations stables (Harper & Pohland 1986): on observe alors une accumulation de composés organiques tels l'acide propionique et l'acide butyrique.

#### 1.2 TOXICITE.

De façon générale, la plupart des produits présents dans le milieu auront différents effets, tout dépendant de leur concentration. La figure 1.6 illustre bien ce phénomène. A faible concentration, il y a peu de changement jusqu'à ce que la concentration du produit devienne suffisante pour assurer la croissance, jusqu'à un taux spécifique de croissance maximum. Ce domaine de concentration peut facilement être décrit par le modèle de Monod et on appellera cette région "zone de stimulation". Si l'on augmente encore la concentration, on atteindra une zone de déclin de croissance et cette zone sera appelé "zone de toxicité".

#### 1.2.1 ACIDES VOLATILS.

Il existe encore de la confusion à savoir si les



Figure 1.6: Tendance générale des effets de stimulation et de toxicité. (Grady et Lim).

17

bactéries méthanogènes sont inhibées par la concentration acides volatils ou par la baisse de pH engendrée par en ces derniers. La seule façon d'observer l'effet de la concentration des acides sur les bactéries méthanogènes est de maintanir le milieu à un pH neutre. Il semble qu'à un pH neutre, l'acide acétique et butyrique n'ont pas d'effet toxique à des concentrations inférieures à 10000 mg/L. L'acide propionique, quant à elle, est partiellement toxique à une concentration supérieure à 1000 mg/L (Hobson et Shaw 1976). Aux autres valeurs de pH, il apparaît que la forme non ionique des acides cause un effet toxique. Plus le pH est bas, plus la forme non ionique des acides est favorisée.

Règle générale, on essaie de maintenir la concentration des acides le plus bas possible, de façon à éviter la baisse de pH engendrée par ces derniers. Ceci évite de favoriser la forme non ionique des acides et les effets d'inhibition causés par un faible pH.

#### 1.2.2 AMMONIAQUE.

Lors de la dégradation des protéines, il y a souvent libération d'ammoniaque dans le milieu. On peut retrouver l'ammoniaque sous deux formes: soit sous forme d'ions

18
ammonium ou encore sous forme de NH<sub>3</sub> dissous. La prédominance d'une forme par rapport à l'autre dépend du Lorsque le pH est inférieur à 7.2, la majorité de pH. l'ammoniaque présent est sous forme d'ions NH4+. Tout comme les acides, la forme non-ionique est beaucoup plus toxique. On observe la toxicité de NH3 à des concentrations supérieures à 150 mg/L, alors que pour observer le même effet toxique avec l'ion ammonium il faut atteindre une concentration supérieure à 3000 mg/L (Koster 1986). La toxicité de l'ammoniaque semble s'exercer d'avantage sur les bactéries méthanogènes provoquant ainsi l'accumulation des acides volatiles dans le milieu.

# 1.2.3 CATIONS METALIQUES.

Les cations se retrouvant souvent dans les produits servant à contrôler le pH sont principalement le sodium, le potassium, le calcium et le magnésium. Le tableau 1.2 indique les domaines de concentrations correspondant à des effets stimulants et inhibiteurs.

#### Tableau 1.2

#### Effets des cations métaliques

(Grady et Lim).

	Concentration mg/L				
Cation	Stimulation	Modèrément	Fortement		
		inhibiteur	inhibiteur		
Sodium	100-200	3500-5500	8000		
Potassium	200-400	2500-4500	12000		
Calcium	100-200	2500-4500	8000		
Magnésium	75-150	1000-1500	3000		

# 1.2.4 SULFURE.

Les sulfures sont libérés dans le milieu lors de la réduction des sulfates et de la dégradation des protéines. Seule la forme soluble des sulfures est toxique. Lorsqu'il y a présence de fer, les sulfures précipitent sous forme de sulfure de fer. Dépendamment du pH et de la composition de la phase gazeuse, il peut arriver que les sulfures soit évacués avec le gaz.

A un pH compris entre 6.4 et 7.2, l'activité des méthanogènes peut-être inhibée; la perte du procédé, à des concentrations supérieures à 200 mg/L en sulfure libre

d'hydrogène, est à craindre. A un pH compris entre 7.8 et 8.0, l'effet d'inhibition apparaît à une concentration de 90 mg/L en sulfure libre d'hydrogène (Koster et al.1986A).

# 1.2.5 METAUX LOURDS.

Comme le démontre le tableau 1.3, les métaux lourds sont toxiques en faibles concentrations. Par contre la toxicité des métaux se manifeste seulement lorsque ces derniers sont solubles. La présence de sulfures contribue à faire précipiter ces derniers. Il faut approximativement 0.5 mg de sulfure pour faire précipité 1 mg de métal. Le pH revêt aussi une importance sur la solubilité des métaux lourds; par exemple, un pH supérieur à 6.4 favorisera la précipitation du fer sous forme de carbonate de fer.

# Tableau 1.3

#### Concentration toxique des métaux lourds

(Grady et Lim).

Mé	tal	Concentration mg/L
F	e**	1-10
Z	n++	10-4
C	d++	10-7
C	u*	10-12
C	L(***	10-16

#### 1.3 CONDITIONS D'OPERATION.

#### 1.3.1 TEMPERATURE.

Selon le type de bactéries (mésophiles ou thermophiles), le domaine de températures peut varier. La majorité des systèmes opèrent avec des microorganismes de type mésophile. Ces microorganismes croissent à des température variant entre 20 et 45 °C. Les microorganismes thermophiles quant à eux croissent dans un domaine de température se situant entre 45 et 65 °C.

Certains travaux ont permis d'opérer des systèmes anaérobies entre 10 et 45 °C, sans pour autant noter des changements significatifs sur les populations microbiennes. Aux températures comprises entre 40 et 45 °C l'activité microbienne fut observée mais le taux de mortalité élevé a donné un coefficient de rendement des bactéries méthanogènes près de 0 (Henze et Harremoes 1982).

Les changements de température dans un réacteur doivent être réalisés très lentement, de façon à permettre aux microorganismes de s'adapter aux nouvelles conditions. Des changements rapides de quelques degrés peuvent causer un déséquilibre entre les méthanogènes et les acidogènes provoquant ainsi la perte du système. La stabilité de la température est plus importante que l'obtention de la température optimale, spécialement si l'on ne peut maintenir cette dernière constante.

La température influence beaucoup l'activité des microorganismes. Généralement l'activité augmente avec la température jusqu'à un optimum se situant près de 35 °C. La plupart des systèmes opèrent donc à des températures situées entre 30 et 35 °C.

#### 1.3.2 pH.

Les bactéries méthanogènes croissent dans un domaine de pH variant entre 6.5 et 7.7. Un pH de 6.2 peut créer une forte inhibition des bactéries méthanogènes. En plus, comme il fut mentionner précédemment, la forme non-ionique de certains composés est plus toxique et cette forme dépend étroitement du pH. La figure 1.7 illustre la dépendance des acides volatiles et de l'ammoniaque face au pH. On remarque sur cette figure que le pH permettant d'obtenir la majorité des composés sous forme ionique se situe près de la neutralité. C'est pourquoi, la majorité des réacteurs opèrent à des pH voisins de la neutralité.





#### 1.3.3 ALCALINITE.

Comme il fut mentionné précédemment la baisse de pH causé par les acides volatils à un effet beaucoup plus inhibiteur que les acides. Pour contrer cet effet, il faut tamponner le milieu en maintenant une alcalinité suffisante permettant ainsi d'éviter ces baisse de pH.

Il est recommandé de maintenir un rapport acides volatils/alcalinité variant entre 0.1 et 0.35 lors de d'alcalinité l'opération d'un réacteur. Les mesures peuvent aussi servir au contrôle d'un réacteur. Des travaux ont été réalisé en ce sens, dans le but de méthode de développer une suivi simple pour des utilisateurs ayant peu d'expérience et peu d'équipement (Ripley et al. 1986). Ces travaux ont permi de définir une alcalinité partielle (titrage acide jusqu'à un pH de 5.75) correspondant aux bicarbonates et une alcalinité intermédiaire (titration entre un pH de 5.75 et 4.3) étant concentration d'acides volatils. Par relié à. 1a conséquent, il sera plus facile d'utiliser le rapport alcalinité intermédiaire/alcalinité partielle, que d'utiliser le rapport acides volatils/alcalinité comme paramètre de suivi.

### 1.3.4 BESOINS NUTRITIFS.

Bien que la composition chimique des bactéries anaérobies et aérobies soit similaire, le rapport DCO/N/P est différent puisque l'énergie disponible de la DCO enlevée est majoritairement évacuée sous forme de méthane lors d'un procédé anaérobie. Le rapport biomasse produite/DCO enlevée est donc beaucoup plus faible que dans le cas d'un processus aérobie. Par conséquent, les besoins en azote et en phosphore sont moindres.

La figure 1.8 donne la variation du rapport DCO/azote requis en fonction de la charge organique spécifique, ceci étant basé sur les coéfficients de rendement.

Le rapport azote/phosphore est considéré par plusieurs comme étant égal à 5.

#### 1.3.5 MICRO-ELEMENTS.

Certains éléments d'importance mineure permettent souvent d'augmenter l'activité des bactéries, les principaux étant énumérés au tableau 1.4. Bien que ces éléments ne soient pas essentiels à la croissance, ils permettent d'augmenter les rendements. Par exemple



Figure 1.8: Rapport DCO/N en fonction de la charge organique spécifique. (Henze et Harremoes 1982)

F

Williams, Shih et Spears (1986) ont démontré que des concentrations aussi faibles que 10 uM de nickel augmentaient de façon significative la production de biogaz.

Afin de fournir les micro-éléments en quantité suffisante, il est souvent recommandé d'ajouter des extraits de levures dans le substrat.

.

# Tableau 1.4

Micro-éléments qui permettent d'augmenter les rendements

(Henze et Harremoes 1982).

élément	Concentration	Effet
	bénéfique (mg/L)	
Fe++	0.2	Précipitation
		des sulfure.
		Floculation et
		structure du
		biofilm.
Ni++	0.01	Construction
		du cofacteur
		F430.
	0.006	augmentation
		de l'activité
		bactérienne.
Mg++	0.01-0.02	Floculation.
Ca++	0.01-0.04	Floculation.
Ba++	0.01-0.1	Floculation.
Co++	0.01	Vitamine B <sub>12</sub> .
	0.003	Augmentation
		de l'activité.
S0	0.02	Augmentation
		de l'activité.

#### 1.4 TYPE DE REACTEUR.

0n peut diviser les réacteurs en deux grandes classes soit: les réacteurs à immobilisation de cellules et les réacteurs à cellules libres. Les réacteurs immobilisation sont constitués de deux groupes à de les réacteurs à film fixe et réacteurs. les réacteurs à lit fluidisé. Les réacteurs à cellules libres quant à eux sont caractérisés par une biomasse dense formant un lit de boues granulaires, ce lit étant expansé de façon naturelle.

# 1.4.1 LIT FLUIDISE.

Règle générale, les réacteurs à lit fluidisé offrent un excellent contact. Il s'agit du type de réacteur offrant les meilleurs coéfficients de transfert. La fluidisation est généralement réalisée par la vitesse ascensionnelle du liquide qui devient supérieure à la yitesse minimum de fluidisation. La figure 1.9 illustre un réacteur à lit fluidisé.

Dans le cas d'un traitement anaérobie réalisé dans un réacteur à lit fluidisé, les microorganismes sont fixés sur des particules inertes (sable, charbon activité etc.)



Figure 1.9: Réacteur à lit fluidisé. (Perron 1986).

formant ainsi la phase solide du lit. La fluidisation du lit est réalisée à l'aide d'un haut taux de recirculation permettant d'atteindre des vitesses ascensionnelles de liquide suffisante à la fluidisation de la phase solide. La hauteur du lit peut être contrôlée par le taux de recirculation. Il y a peu de réacteurs anaérobies qui opèrent à l'échelle industrielle. Ceci est principalement causé par la difficulté d'obtenir des conditions stables et de contrôler l'épaisseur du biofilm. La complexité du système le rend souvent moins intéressant que les autres qui semblent être plus simples.

## 1.4.2 FILM FIXE.

Le réacteur à film fixe est illustré à la figure 1.10. Contrairement aux réacteurs à lit fluidisé le support est immobile. Il est disposé de façon à former de longs canaux verticaux. La fixation de la biomasse sur le support permet une bonne rétention de cette dernière dans le réacteur évitant ainsi les problèmes de lavage des cellules. L'écoulement du liquide peut se réaliser de deux façons: ascensionnellement ou encore par gravité. La recirculation peut être utilisée afin de contrôler l'épaisseur du biofilm.



Figure 1.10: Réacteur à film fixe. (Perron 1986).

Le mode d'écoulement observé dans ce type de réacteur est de type piston. Samson et Van den Berg (1985) ont observé que l'utilisation de la recirculation permettait d'obtenir des conditions se rapprochant du mélange parfait.

Ce type de réacteur s'avère instable à long terme. Des problèmes de nature hydrodynamique sont la cause majeure de cette instabilité. Des expériences avec des réacteurs à film fixe ont démontré que de mauvaises conditions de mélange causent la présence de volumes morts provoquant le blocage des canaux par la croissance de biomasse. Ceci résulte donc en une diminution du volume utile ainsi que l'établissement de courants préférentiels dans le réacteur. Ainsi, une réduction de 55% du volume utile d'un réacteur causée par une croissance rapide\_\_\_de microorganismes fut observé par Samson & Van den Berg (1985) après seulement 90 jours d'opération.

#### 1.4.3 LIT EXPANSE.

Les réacteurs à lit expansé sont caractérisés par un lit de boues granulaires. Les granules de biomasse ont la particularité de sédimenter rapidement. Les conditions de

mélange sont assurées par le biogaz produit et le comportement hydrodynamique est semblable à un réacteur de type parfaitement mélangé.

L'un des réacteurs les plus utilisé industriellement, le "UASB" (upflow anaerobic sludge blanket) est un réacteur à lit expansé. Ce dernier est illustré à la réacteur popularité de ce est figure 1.11. La due à sa simplicité de construction et principalement d'opération. Des travaux sur une unité pilote ont permis d'atteindre une efficacité de 50 % d'enlèvement de la DCO soluble à une charge organique de 10 Kg DCO/m³\*d sur un effluent industriel d'une usine de pâtes et papiers (M.A. Dumontier).

Par contre, ce type de réacteur comporte un certain désavantage lors de surcharge organique, puisque l'augmentation de la charge provoque une plus grande production de biogaz qui peut faire lever complètement le lit de boue; le risque d'évacuer ce dernier du réacteur est considérable.



Figure 1.11: Réacteur UASB. (BIOPAQ).

# 1.5 HYDRODYNAMIQUE DES REACTEURS.

On entend par hydrodynamique, les conditions de mélange de la phase liquide permettant d'assurer un bon contact entre le substrat et la biomasse. Il existe deux types d'écoulement idéaux, l'écoulement piston et l'écoulement de type parfaitement mélangé. Dans les cas réels, on observe souvent des problèmes tels des écoulements préférentiels, des volumes morts, des effets de rétro-mélange ainsi que du court-circuitage qui font que l'on s'éloigne du comportement idéal.

Les études hydrodynamiques ont comme objectif de dépister les problèmes d'écoulement ou encore de déterminer les conditions réelles de mélange de façon à ajuster les paramètres des modèles mathématiques caractérisant le comportement des réacteurs.

Il est important qu'un réacteur offre de bonnes conditions de mélange. Samson (1987) soulève l'importance de l'hydrodynamique sur l'activité physiologique des microorganismes. Il semble, selon ce dernier, que des mauvaises conditions de mélange occasionnent un état de surcharge organique artificielle causant ainsi une prolifération des bactéries acidogènes. La présence de

volumes morts, par exemple, cause une augmentation de la charge volumique. Les écoulements préférentiels causent une mauvaise distribution du substrat autour de la biomasse pouvant ainsi provoquer des changements physiologiques dans les populations bactériennes.

Selon Samson (1987), le mode d'écoulement de type mélangé devrait permettre d'obtenir de parfaitement meilleures performances. Parce qu'il permet de maintenir la concentration des acides volatiles à un faible niveau évitant ainsi la baisse de pH engendrée par ces derniers minimisant du même coup les effets de toxicité. Harper et et Pohland (1986) semblent croire au mode d'écoulement de type piston, de façon à favoriser les bactéries méthanogènes de type Méthanosarcina aux dépends des Méthanotrix due à la forte concentration en acétate dans les premières sections d'un réacteur piston. Comme il fut précédemment, l'avantage de favoriser mentionné 105 Méthanosarcina réside dans leur capacité d'utiliser aussi d'exploiter leur plusieurs substrats et taux spécifique de croissance plus élevé que celui des Méthanotrix. Mais il fut observé par Toto (1987) que le mode d'écoulement piston provoque une surcharge des biomasse causant la production premières couches de probable de polysaccharides. Ces derniers sont détectés

par l'apparition d'une matière blanchâtre visqueuse qui détériore les conditions de mélange et cause l'instabilité du système.

Il faut noter que dans la majorité des réacteurs existants, l'agitation est assurée par le biogaz de la réaction ainsi que par les vitesses d'écoulement du liquide. Aucune source extérieure, telles l'agitation mécanique ou l'injection de gaz via un compresseur, n'est utilisée.

Le comportement hydrodynamique du réacteur UASB, qui est l'un des réacteurs les plus utilisés, peut être décrit par trois sections de mélange: le lit de boues et la couverture de boues ont un comportement de type parfaitement mélangé avec, dans de mauvaises conditions, du court-circuitage. L'intensité du court circuitage est souvent reliée à la hauteur du lit de boues (van Breugel et al. 1986). La section de séparation ou de clarification présente un écoulement de type piston.

Le réacteur à film fixe, lorsqu'il est opéré sans recirculation, montre un comportement de type piston. Par contre il est possible d'obtenir un comportement de type parfaitement mélangé en procédant à la recirculation de

l'effluent. Des travaux ont permis à l'aide d'un taux de recirculation de 4:1 d'obtenir un comportement de type parfaitement mélangé. Ce type de réacteur est instable à long terme, puisque certains canaux se bloquent facilement causant des problèmes d'écoulements préférentiels et de volumes morts (Samson et van den Berg 1985).

nouveau type de réacteur développé par Samson et Un Guiot (1985), combinant les principes d'un réacteur à lit expansé et à film fixe (communément appelé réacteur UBF "upflow blanket filter reactor"), a donné de bons résultats hydrodynamiques permettant d'obtenir un comportement de type parfaitement mélangé avec ou sans l'opération d'une recirculation. Les travaux réalisés sur ce type de réacteur ont permis d'observer une diminution nette volumes morts des et des problèmes de court-circuitage.

### 2 EXPERIMENTATION SUR LE REACTEUR A PLATEAUX

## ET CALOTTES DE GAZ.

Le réacteur à plateaux et calottes de gaz (RAPC). illustré à la figure 2.1, est constitué de trois sections séparées par des plateaux. Les deux premiers plateaux comprennent des tubes recouverts de calottes tel qu'illustré à la figure 2.2. Cet arrangement permet au liquide et au gaz de la section inférieure de passer à la section supérieure. La figure 2.3 montre une vue en coupe d'une calotte. L'accumulation du biogaz à l'intérieur de la calotte permet d'éviter les problèmes de retour de liquide ou de biomasse dans la section inférieure. Une matrice sous le plateaux, qui forme une clôture autour de d'éviter les trous. permet écoulements chagues préférentiels d'un trou par rapport à un autre. Le positionnement des calottes sur les plateaux permet de bien distribuer le substrat ainsi que le biogaz, ce dernier assurant les conditions de mélange dans chacune des section. Il est à noter qu'aucune source extérieure n'est utilisée pour assurer les conditions de mélange; seule la production de biogaz assure ces conditions. Les bonnes propriétés de décantation de la biomasse granulaire et l'obstacle créé par les plateaux minimisent le passage de la biomasse dans les sections supérieures ainsi que les



Figure 2.1: Réacteur à plateaux et calottes de gaz (RAPC). (Safi, Mayer et Rouleau).



Vue de dessus.



Vue de dessous

Figure 2.2: Arrangement des deux premiers plateaux. (Safi, Mayer et Rouleau).



Figure 2.3: Vue en coupe d'une calotte. (Safi, Mayer et Rouleau).

----

pertes à l'effluent. Le dernier plateau possède une configuration différente des deux premiers. Il est illustré à la figure 2.4. Un tube permettant l'évacuation du biogaz et un déflecteur permettant le passage du liquide, mais créant une obstruction à la biomasse et aux gaz, constitue les éléments essentiels de ce plateau.

L'alimentation du réacteur est réalisée de façon étagée afin de mieux distribuer le substrat dans 10 réacteur. Les travaux de Toto (1987) ont permis de démontrer que le mode d'alimentation réalisé au bas d'un réacteur de type piston provoque une trop grande surcharge des premières couches de biomasse. Ce phénomène est souvent identifié par l'apparition de matière blanchâtre dans le réacteur. C'est donc pour cette raison que le mode d'alimentation de type étagé fut choisi. La première section recoit donc les 2/3 de l'alimentation totale, la deuxième section reçoit en plus du 1/3 de l'alimentation totale, l'effluent traité par la première section. La dernière section agit comme section de polissage, elle ne reçoit pas d'alimentation fraîche. Il est à noter que chaque section est considérée comme un réacteur de type parfaitement mélangé et que, peu importe où le point d'alimentation est réalisé dans la section, l'élément de fluide qui entre sera attribué à la section considérée.



Par conséquent le point d'alimentation situé sous le premier plateau appartient à la première section, de même que le point d'alimentation situé sous le deuxième plateau appartient à la deuxième section. La répartition de l'alimentations fraiche devait au départ être de 1/3 dans chaques sections, mais le positionnement des alimentations sous les plateaux et les conditions de mélanges de chaques sections à donner le mode d'opération décrit plus haut.

#### 2.1 MONTAGE EXPERIMENTAL.

Le montage expérimental utilisé dans cette étude est illustré à la figure 2.5; il est constitué des éléments énumérés ci-dessous:

- Un réacteur cylindrique construit en acrylique et possédant un volume de 60 litres. Les caractéristiques physiques du réacteur sont présentés dans le tableau 2.1. Les deux premiers plateaux contiennent chacun neuf calottes de gaz de 3.8 cm (1 1/2"). Une ouverture de 2 cm de diamètre, surmontée d'un petit tuyau de 5 cm de longueur, est pratiquée sous chaque calotte. Les calottes sont placées à 0.5 cm de la surface du plateau et à un cm de l'extrémité supérieure des tuyaux. Une matrice de 2 cm



1

ļ

Figure 2.5: Montage expérimentale.

chaque calotte. Le plateau supérieur est muni d'un déflecteur en forme de toit et d'un tuyau de 2 cm de diamètre et de 10 cm de longueur. Tous les plateaux ainsi que leurs constituants (calottes, tuyau, déflecteur, matrice) sont fabriqués en PVC.

Un réservoir réfrigéré d'alimentation d'une capacité de
1200 litres et thermostaté à 4°C.

 Une pompe péristaltique à trois canaux d'une capacité maximum de 380 ml/min.

- Un séparateur gaz-liquide-solide où il est possible de récupérer les solides entraînés à l'extérieur du réacteur.

 La sortie de gaz est reliée à une hotte servant à évacuer le biogaz de la pièce.

- Le montage est gardé dans une chambre à température constante de 30 °C.

## Tableau 2.1

Caractéristiques physiques du réacteur.

Hauteur totale	1 m
Diamètre intérieur	29.3 cm
Volume liquide total	60 L
Nombre de plateaux	3
Niveau des plateaux	30, 60 et 90 cm
	à partir du bas.
Points d'alimentation	0, 29 et 57 cm à
	à partir du bas.

# 2.2 METHODE EXPERIMENTALE.

Pour effectuer la caractérisation du réacteur, trois réacteurs identiques (1, 2 et 3) mais ayant différentes concentrations de biomasse ont été opérés en parallèle.

Tous les réacteurs ont été ensemencés avec une même suspension de boues anaérobies provenant de l'unité de traitement d'eaux usées de la fromagerie d'Agropur de Notre-Dame du bon Conseil. La concentration de la biomasse innoculée pouvait atteindre 42 g SVS/1. Le rapport SVS/SS de la biomasse était d'environ 0.60. La hauteur initiale du lit de biomasse dans chacune des sections de chaque réacteur était différente, ce qui correspondait à des concentrations en SVS différentes dans chaque réacteur tel que présenté dans le tableau 2.2.

# Tableau 2.2

Concentration initiale de biomasse dans les réacteurs.

Réacteur	1	2	3
% du volume de chaque			
section occupé par la	25	50	75
biomasse			
Concentration de			
biomasse dans chaque	10.8	21.5	32.3
section (g SVS/L)			

Les trois réacteurs ont été alimentés avec une même solution de lactose visant à reproduire un effluent de fromagerie.

L'étude de l'effet de la charge organique fut effectuée en augmentant graduellement la concentration en DCO de l'alimentation, le temps de séjour hydraulique fut maintenu aux environs de 15 heures durant toute l'expérimentation, de sorte que les charges organiques volumiques dans les trois réacteurs soient identiques et croissantes. L'augmentation à une charge organique plus élevée n'était réalisée qu'après avoir observé des conditions de régime considéré permanent dans les réacteurs.

Les conditions d'opération étudiées, ainsi que la composition de l'alimentation correspondante sont inscrites dans le tableau 2.3.

Les quantités de nutriments ajoutés dans l'alimentation ont été calculées de façon à respecter un rapport DCO/N/P de 100/5/1. Ce rapport,bien que plus adapté aux traitements aérobies, fut choisi pour fin de comparaison puisqu'il est très souvent utilisé par d'autres chercheurs dans le domaine des traitements anaérobies.

Les performances des réacteurs furent évaluées pour chaque condition de régime permanent à chacune des charges étudiées.

# Tableau 2.3

Conditions d'opération et compositions (g/L)

de la	sol	ution	de 3	lactose
-------	-----	-------	------	---------

111							
Charge							
organique							
volumique	4.8	8.0	12.0	16.0	20.0	24.0	28.0
Kg DCO∕m³*d							
Composé		С	oncentr	ation (	g/L)		
lactose	2.8	4.6	6.9	9.3	11.6	13.9	16.2
DCO	3.0	5.0	7.5	10.0	12.5	15.0	17.5
	0.6	0.9	1.4	1.8	2.3	2.8	3.2
NaHCO <del>s</del>	2.4	2.2	3.3	3.1	2.8	2.5	2.3
кнсоз	2.4	2.2	3.3	3.1	2.8	2.5	2.3
(NH4)2504	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2	1.4
K₂HP0₄	0.09	0.15	0.23	0.31	0.40	0.47	0.54
KH₂P0₄	0.07	0.12	0.17	0.24	0.30	0.36	0.41
extrait de	0.03	0.05	0.06	0.09	0.11	0.14	0.16
levure							
alcalinité	3.0	3.0	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
(g CaCO <sub>3</sub> /L)							
	L.						

#### 3 METHODES D'ANALYSES.

# 3.1 DEMANDE CHIMIQUE EN OXYGENE (DCO).

La DCO est mesurée à l'entrée, à la sortie, ainsi qu'à chaque section du réacteur. La méthode de digestion décrite dans la procédure analytique de DCO de la compagnie Hach pour le spectrophotomètre Baush and Lomb Spectronic 20 (1983) a été utilisée.

# 3.2 CONCENTRATION DES ACIDES VOLATILS.

La concentration des acides volatiles (acides acétique, propionique et butyrique) dans les deux premières section et à l'effluent du réacteur a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse. Une colonne en verre Fluorad traitée avec du H3FOA de Chromatographic Specialities et un chromatographe de Hewlett Packard (5730A) muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) ont été utilisés à une température de 130 °C. Les échantillons prélevés ont été tout d'abord extraits dans un solvant organique  $(CH_2Cl_2)$ avant injection dans la colonne chromatographique.
#### 3.3 TAUX DE PRODUCTION DE BIOGAZ.

Le taux de production du biogaz est mesuré par déplacement de liquide dans un accumulateur de gaz préalablement rempli d'eau.

#### 3.4 POURCENTAGE DE METHANE.

Le pourcentage de méthane du biogaz est déterminé par chromatographie en phase gazeuse. Une colonne "Molecular Sieve 5A" et un chromatographe de Hewlett Packard (5730A) muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) ont été utilisés à 130 °C.

#### 3.5 ALCALINITE.

L'alcalinité de l'effluent est mesurée selon la procédure normalisée 403 de l'APHA (1976). La méthode consiste à déterminer l'alcalinité par titrage potentiométrique à l'aide d'un pH-mètre.

#### 3.6 pH.

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre digital et d'une électrode combinée.

#### 3.7 TEST HYDRAULIQUE.

5 ml de tritium à 21.7 X 10<sup>e</sup> DPM/ml sont injectés dans l'alimentation du bas du réacteur. La séquence de collecte des échantillons à la sortie du réacteur est la suivante: aux 5 minutes pendant la 1<sup>iere</sup> demi-heure, aux 10 minutes pendant l'heure suivante, aux demi-heures pendant les 2 heures et demie qui ont suivi et à chaque heure jusqu'à la 45<sup>ieme</sup> heure. Les échantillons sont par la suite analysés dans un compteur à scintillation.

#### 4 RESULTATS ET DISCUSSION.

#### 4.1 HYDRODYNAMIQUE.

Afin de vérifier les conditions de mélange dans le réacteur, un test hydraulique à l'aide d'un traceur radioactif a été réalisé. La procédure expérimentale est décrite à la section traitant des méthodes d'analyse. Le but de ce test consiste à injecter, sous forme d'impulsion, un traceur et d'observer la distribution de ce dernier en fonction du temps. Dans le cas présent l'impulsion fut réalisée dans l'alimentation du bas de la colonne. En faisant l'hypothèse que chaque section est parfaitement mélangée on peut prévoir de façon analytique la distribution du traceur en fonction du temps.

Considérons le schéma ci-dessous.



Au temps t=0, une impulsion est réalisée dans l'alimentation  $Q_1$  provoquant ainsi la concentration

initiale de traceur  $C_{0}$  (correspondant à la masse de traceur injectée/volume de la section) dans la première section. On peut trouver, par bilan de masse, la concentration de traceur  $C_{1}(t)$  dans la première section tel que décrit ci-dessous.

$$0 - C_1 Q_1 = V \frac{dC_1}{dt}$$

$$- Q_1 dt = dC_1$$

$$V C1$$

Les conditions initiale étant:  $C_1 = C_0$  au temps t = 0 donc:

$$C_{1}(t) = C_{0} \exp(-t/\theta_{1})$$
(1)

 $\Theta \dot{u} = \nabla / \Theta_1$ 

V = Volume de chaques sections

On peut trouver de la même façon l'expression de la concentration du traceur dans la deuxième section  $C_2(t)$  à l'aide du bilan massique suivant:

$$C_1Q_1 - C_2Q_3 = V \frac{dC_2}{dt}$$

$$\frac{dC_2}{dt} + \frac{C_2}{\theta_2} = \frac{C_0}{\theta_1} \exp(-t/\theta_1)$$

 $0\dot{u} \theta_2 = V/Q_3$ 

Les conditions initiales étant:  $C_2 = 0$  à t = 0. On obtient ainsi l'expression suivante:

$$C_{2}(t) = C_{0} \qquad (\exp(-t/\theta_{1}) - \exp(-t/\theta_{2})) \qquad (2)$$

$$(\theta_{1}/\theta_{2} - 1)$$

On peut trouver de la même façon l'expression pour  $C_{\infty}(t)$ :

$$C_{3}(t) = C_{0} \theta_{2}/\theta_{1} (\exp(-t/\theta_{1}) - \exp(-t/\theta_{2})(1+t/\theta_{2} (1-\theta_{2}/\theta_{1})))$$

$$(1-\theta_{2}/\theta_{1})^{2} (3)$$

La fonction de distribution des temps de résidence est définie comme:

$$E(t) = \frac{C_{3}(t)}{\Sigma C_{3}(t) \bigtriangleup t}$$
(4)

La distribution théorique est donc obtenue à partir des équations (3) et (4). La distribution expérimentale quant à elle est obtenue à partir des résultats de concentration de traceur mesurée à la sortie à des temps bien déterminés et de l'équation (4).

Les figure 4.1 à 4.3 illustrent les résultats hydrodynamiques obtenus sur les réacteurs 1, 2 et 3. La charge organique dans les trois réacteurs était respectivement de 7.5, 7.8 et 7.7 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d. Bien que l'on observe que le maximum de la courbe expérimental est un peu plus élevé que la courbe théorique, démontrant ainsi un peu de court circuitage, l'hypothèse du mélange parfait dans chaque section demeure relativement bonne.

Un autre test hydrodynamique fut réalisé sur les réacteur 2 et 3 pour une charge organique de 18 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d et les résultats sont illustrés aux figures 4.4 et 4.5. Bien que le temps de séjour hydraulique aux charges de 7.7 et de 18 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d soit identique, l'opération du réacteur à une charge plus élevé est caractérisé par une plus grande production de biogaz.

Cette plus grandes productions de biogaz peut affecter l'hydraulique de réacteur en augmentant l'intensité du court circuitage. C'est pourquoi le maximum de la courbe expérimental sur les figures 4.4 et 4.5 est plus élevé par rapport à la courbe théorique que sur les figures 4.2 et 4.3.

A partir de ces résultats, on peut aussi observer que la quantité initiale de biomasse influence l'intensité du court circuitage. Il semble que le réacteur #2 possédant 50% du volume de chacune de ses sections en biomasse, soit le moins affecté par les problèmes de court circuitage. van Breugel (van Breugel et al. 1986) à relier l'intensité du court circuitage à la hauteur du lit de boues et à la vitesse superficielle du biogaz.



Figure 4.1: Distribution des temps de résidence du réacteur #1.

Figure 4.2: Distribution des temps de résidence du réacteur #2.



62

: 태

ы



.

....

-.-

 $\sim$ 



1

63

-



<del>.</del> .

1

Figure 4.5: Distribution des temps de résidence du réacteur #3.



#### 4.2 ENLEVEMENT DE LA DCO.

Les figures 4.6 à 4.8 représente les % d'enlèvement de la DCO de chacune des sections des trois réacteurs. Ces pourcentages ont été déterminé à l'aide de bilans massiques sur chaque section.



Le % d'enlèvement de la DCO de la première section est donné par:

$$20(C_{o}-C_{1})/(20C_{o})*100$$

Celui de la deuxième section par:

 $(20C_1+0C_0-30C_2)/(20C_1+0C_0)*100$ 

Et celui de la troisième section par:



% ENLEVEMENT DE LA DOO

Figure 4.6: Enlèvement de la DCO de chaque sections réacteur #1.

Figure 4.7: Enlèvement de la DCO de chaque sections réacteur #2.





Figure 4.8: Enlèvement de la DCO de chaque sections réacteur #3.

#### $30(C_2-C_3)/(30C_2)*100$

 $O\dot{u} = 1/3$  du débit total

 $C_1 = 1a$  DCO de la première section  $C_2 = 1a$  DCO de la deuxième section  $C_3 = 1a$  DCO de la troisième section

Ces figures permettent d'observer des pertes de rendement significatives aux charges de 17.5 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d pour le réacteur #1, de 29 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d pour le réacteur #2 et de 28 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d pour le réacteur #3. Bien que la dernière section du réacteur #3 montre un % d'enlèvement de la DCO supérieur à 70% (à la charge de 28 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d) les deux premières sections ne montrent qu'environ 40% et 20% d'enlèvement respectivement.

On observe sur ces figures que la tendance générale pour les deux premières section des trois réacteurs est caractérisé par une baisse de rendement en fonction de la charge organique. Alors que la troisième section est plutôt caractérisé par une augmentation de rendement; la baisse de rendement n'intervient qu'aux charge organique élevées.

Rappelons qu'au cours de cette étude la troisième

section de chaque réacteur n'est pas alimentée de frais: ces sections agissent donc comme polluant bioréacteur de polissage. Des figures 4.6 à 4.8 on remarque qu'à faible charge , la troisième section n'est pas utilisée à son plein potentiel. Il faut quand même ou'elle offre des rendements raisonnables mentionner compte tenu de la qualité du substrat alimenté. L'allure des rendements de la troisième section amène à suggérer un mode d'opération qui aurrait comme principe d'alimenter la troisième section à faible charge et de couper ou réduire cette alimentation lorsqu'il y a élévation de la charge. Bien que ce mode d'opération semble intéressant, il peut causer des problèmes d'instabilité dans cette section. Ces problèmes seraient surtout caractérisés par la difficulté des microorganismes à s'adapter à deux types de substrat. substrat composé d'une alimentation fraiche additionné Le au résiduel des deux premières sections est probablement différent de celui résultant seulement du résiduel des deux premières sections.

L'hypothèse de problèmes potentiels d'instabilité demeure quand même à démontrer. Si ces problèmes ne se confirment pas ou sont minimes, le mode d'opération décrit plus haut deviendrait alors très efficace et offrirait un bon mode de contrôle face aux augmentations de charge.

#### 4.3 ACIDES VOLATILS.

Les figures 4.9, 4.10 et 4.11 illustrent le profil des acides volatils des réacteurs #1, #2 et #3 respectivement. La concentration des acides est exprimée en mg/L d'équivalents en acide acétique(Hac). Les trois positions illustrées représentent la première et la deuxième section ainsi que la sortie du réacteur. Chaque courbe représente une charge organique différente.

A la charge de 11 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, on note un gradient de concentration d'acides dans le premier réacteur. De même, à la charge de 17.5 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, i.e. la charge à laquelle ce réacteur a cédé; on observe une forte concentration d'acides aux environs de 3800 mg/l Hac.

Les réacteurs #2 et #3 ont un comportement semblable. En effet, on observe un profil plat aux faibles charges et à mesure que la charge augmente, on note un gradient de concentration entre la sortie et la deuxième section. Ceci s'explique par le rôle de polissage conféré à la troisième section.

On observe dans le réacteur #2 une augmentation significative des acides dans les deux premières sections pour une charge de 23 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, la concentration des



Figure 4.10: Profils des acides volatils du réacteur #2.



## Figure 4.9: Profils des acides volatils du réacteur #1.

<u>.</u>



٢

# Figure 4.11: Profils des acides volatils du réacteur #3.

.

acides étant supérieure à 2000 mg/l Hac; la dernière section permet quand même d'abaisser les acides sous les 500 mg/L Hac. Pour une charge de 29 Kg DCD/m<sup>3</sup>\*d, la charge à laquelle il y a eu perte du réacteur, il y a une très grande concentration d'acides soit 7000 mg/L Hac à la première section et environ 5000 mg/L Hac à la sortie.

Le réacteur #3 a un comportement semblable ลน deuxième sauf que l'on note une augmentation de 1a concentration d'acides dans les deux premières sections à mesure que l'on augmente la charge organique. On observe que pour une charge de 20 Kg DCO/m³\*d, la concentration en acides est supérieure à 1500 mg/L Hac dans les deux premières sections bien que la dernière section permette d'abaisser la concentration sous 1000 mg/L Hac. Pour une charge de 28 Kg DCO/m³\*d, i.e. où l'on observe une perte significative de rendement, la concentration en acides est supérieure à 5500 mg/L Hac dans les deux premières sections; la dernière section permet quand même d'abaisser cette concentration aux environs de 2000 mg/L Hac, ce qui demeure relativement élevé.

4.4 PROFIL DE L'ACIDE ACETIQUE, PROFIONIQUE ET BUTYRIQUE.

L'observation des profils individuels des acides

permet de mieux observer le fonctionnement du réacteur.

Les figures 4.12, 4.13 et 4.14 représentent les profils de l'acide acétique, propionique et butyrique du réacteur #1. Les figures 4.15, 4.16 et 4.17 ceux du réacteur #2, et les figures 4.18, 4.19 et 4.20 ceux du réacteur #3.

De façon générale, l'allure des courbes des acides acétique et propionique sont semblables aux courbes des acides volatiles exprimés sous forme d'équivalents en acétique. On observe que pour des opérations acide stables, le rapport acide acétique/acides totaux est plus petit que le rapport acide propionique/acides totaux. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'acide acétique est consommé par les bactéries méthanogènes et qu'en raison des conditions de mélange, la concentration observée est la concentration résiduelle. Quant à l'acide propionique il n'est pas métabolisé par les bactéries méthanogènes mais est plutôt transformé en acide acétique lors de les bactéries productrices l 'hydrogénogénèse par d'hydrogène selon la réaction:

 $CH_{3}CH_{2}COOH$  +  $2H_{2}O$  ----->  $CH_{3}COOH$  +  $3H_{2}$  +  $CO_{2}$ 



Figure 4.12: Profils de l'acide acétique du réacteur #1.

Figure 4.13: Profils de l'acide propionique du réacteur #1.







### Figure 4.16: Profils de l'acide propionique du réacteur #2.

Figure 4.17: Profils de l'acide butyrique du réacteur #2.





Figure 4.19: Profils de l'acide propionique du réacteur #3.



78

<del>...</del> .



L'accumulation de l'acide propionique peut etre causée par un mauvais fonctionnement de l'hydrogénogénèse. Selon Lin & Sato (1986), une trop grande concentration en acide acétique ou une pression partielle trop élevée de CO<sub>2</sub> peut causée l'inhibition de la dégradation de l'acide propionique. bien que dans le cas présent, la concentration d'acide acétique semble être relativement faible. L'accumulation de l'acide propionique peut donc être attribuée à une pression partielle de CO $_{2}$  trop élevée. Mais étant donné qu'aucune mesure sur la pression partielle du CO<sub>2</sub> n'a été réalisée, on ne peut affirmer avec exactitude la cause de cette accumulation.

Notons que la quantité de biomasse a une influence sur la composition des acides. On note, pour des conditions stables d'opération, que dans la sortie du réacteur #1, 20-30% des acides sont constitués d'acide acétique le reste étant constitué d'acide propionique. Dans le réacteur #2, le pourcentage d'acide acétique est d'environ 10-20% et dans le réacteur #3 de 0-10%. Il est à noter que lors d'opération stable il y eu absence d'acide butyrique. La quantité de biomasse semble influencer la réaction : lorsqu'il y a plus de biomasse, il y a plus de bactéries pour produire les acides volatiles et plus de méthanogènes pour consommer l'acide acétique. Cependant,

on note aussi une accumulation d'acide propionique probablement causée par un mauvais fonctionnement de l'hydrogénogénèse.

A la charge de rupture, on observe que le rapport acide acétique/acides totaux devient plus grand que le rapport acide propionique/acides totaux. Il y a, en plus, apparition d'acide butyrique. La cause probable est une baisse de pH causée par l'augmentation de la concentration d'acide propionique avec l'augmentation de la charge organique. La baisse de pH, en plus d'être néfaste pour les bactéries méthanogènes, favorise également la forme toxique des acides (forme non-ionique). La baisse de pH et la toxicité des acides engendre un effet d'inhibition sur bactéries méthanogènes causant l'accumulation de les l'acide acétique, de l'hydrogène et du CO<sub>2</sub>. L'accumulation derniers provoquera l'inhibition de ces de l'hydrogénogénèse causant ainsi l'accumulation de l'acide propionique et de l'acide butyrique dans le réacteur.

#### 4.5 pH.

Les figures 4.21, 4.22 et 4.23 illustrent les profils de pH des réacteurs #1, #2 et #3. Chaque courbe représentant une charge organique différente.





Figure 4.23: Profils du pH, réacteur #3.

.

réacteur #1 donne un faible gradient de pH aux 10 charges de 4 et 7.5 Kg DCO/m³\*d (entre 6.6 et 6.8). Pour une charge de 11 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, on observe un gradient un peu plus fort, (entre un pH de 6.5 et 7.0) entre 1a première section et la sortie. Bien que l'activité des méthanogènes soit observée entre un pH de 6.5 et 7.7, un pH de 6.5 risque de donner plus d'acide acétique sous forme non-ionique qui, rappellons-le, est plus toxique pour les bactéries méthanogènes. Bien que l'on observe à cette charge un % d'enlèvement de la DCO supérieur à 80%, le réacteur devient cependant plus fragile. C'est pourquoi à la charge de 17.5 Kg DCO/m³\*d, en plus d'une baisse de pH, une baisse de rendement significative fut observée.

Le réacteur #2 offre des profils de pH beaucoup plus près de la neutralité que le réacteur #1 aux charges comprises entre 7.8 et 23 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d. A ces charges, le pH varie entre 6.7 et 7.2 dans le réacteur, diminuant ainsi de beaucoup la présence de la forme toxique de certains composés (principalement les acides et NH<sub>3</sub>) Par contre, on observe une forte baisse de pH à la charge de 29 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, charge à laquelle le réacteur a cédé. Le pH à cette charge se situait entre 4.4 et 6.6 dans le réacteur, provoquant en plus d'une inhibition causée par le pH, la présence des acides sous leur forme toxique,

i.e. la forme non-ionique. Comme il fut mentionné précédamment, tout ceci a interrompue la méthanogénèse et, par conséquent, a provoqué l'accumulation des acides dans le réacteur.

Le réacteur #3 offre pour des opérations stables, un pH variant entre 6.6 et 7.3 aux charges comprises entre 12 et 20 Kg DCO/m³\*d. A la charge de 24 Kg DCO/m³\*d, on observe une baisse de pH, ce dernier variant entre 6.4 et 6.7 rend le réacteur plus fragile. Et finalement lorsque la charge fut augmentée de 24 à 28 Kg DCO/m³\*d, une forte baisse dans les deux premières sections (entre 5.3 et 5.5) fut observée. Bien que la dernière section permette de ramener le pH à la neutralité, l'opération à long terme sous ces conditions aurait permis d'observer une baisse de pH dans cette section. Tout comme pour le réacteur #2, la baisse de pH brise le bon fonctionnement de 1a méthanogénèse.

#### 4.6 ALCALINITE.

L'alimentation fut tamponée avec une forte alcalinité (environ 4500 mg/L comme  $CaCO_3$ ) dans le but d'éviter la baisse de pH engendrée par la production des acides volatils. Le tableau 4.1 donne le rapport acides volatils/alcalinité de l'effluent traité des trois réacteurs. Il est à noter qu'un rapport compris entre 0.1 et 0.35 est souvent suggéré pour l'opération d'un réacteur anaérobie.

Règle générale, on observe que le rapport acides volatils/alcalinité est relativement faible et, dans la majorité des cas, il est inférieur à 0.1. On remarque que l'on est bien en-dessous du rapport suggéré de 0.1 à 0.35; notons que, plus le rapport est faible plus le taux de tolérance des acides est élevé. Dans le cas présent l'alcalinité est donc suffisamment forte pour tamponner le milieu.

A la charge de rupture des réacteurs, un rapport acides volatils/alcalinité élevé fut observé. Dans le cas du réacteur #2 ce rapport fut de 9.6, ce qui est largement supérieur à 0.35. Le réacteur #3 par contre a donné un rapport de 0.44 au point de rupture. Il faut quand même souligner qu'au point de rupture, ce réacteur permettait encore un % d'enlèvement supérieur à 70% comparativement à un % d'enlèvement de DCO inférieur à 40% pour le réacteur #2.

### Tableau 4.1

Rapport acides volatils/alcalinité de l'effluent traité.

	Réacteur #1
Charges	Acides volatils/Alcalinité.
Kg DCO∕m <sup>∞</sup> d	mg CaCO <sub>3</sub> /mg Hac
4	_
7.5	0.01
11	0.13
	Réacteur #2
4	-
7.8	0.03
12	0.03
18	_
21	0.03
23	0.05
29	9.6
	Réacteur #3
4	·
7.7	0.06
12	0.03
16	-
20	0.23
24	-
28	0.44

#### 4.7 PRODUCTION DE BIOGAZ.

En supposant que tout le substrat enlevé sous forme gazeuse est utilisé pour la production de méthane, le rapport L CH<sub>4</sub>/g DCO enlevé doit être égal à 0.35. Il s'agit par conséquent du rapport maximal qu'il est possible d'obtenir. Dans le cas présent on observe un rapport supérieur à 0.35 pour les trois réacteurs, soit 0.45 pour le premier, 0.39 pour le deuxième et de 0.46 pour le troisième. Ce qui indique que la mesure de la production de méthane est inexacte. Rappelons que la production de biogaz fut mesurée par déplacement de liquide. Ce système est souvent utilisé pour de petits réacteurs (1 à 5L). Mais pour des réacteurs de 60L, le temps d'échantillonnage devenait trop court en raison de la forte production de biogaz. Ce qui donne une marge d'erreur relativement élévée sur la mesure du débit. Une autre source d'erreur provient du type liquide (eau) déplacé par le gaz. On soupçonne que la solubilisation du CO<sub>2</sub> dans l'eau fausse la mesure du % de méthane contenu dans le biogaz. Afin d'éviter ce problème de solubilisation certains chercheurs utilisent une solution saturée en NaCl et acidifié à pH = 3.(Williams et al. 1986).

En raison de ces erreurs, la production de biogaz sera donc estimée à partir d'un rapport de 0.3 L CH<sub>4</sub>/g DCO enlevé. Ce rapport est beaucoup plus réaliste que le rapport de 0.35 et il fut observé par plusieurs chercheurs (Dumontier et Auger 1987, Kennedy et al. 1985, Peters et Hade 1987). Les estimées de la productions de méthane sont inscrits dans le tableaux 4.2.

Estimé de la production de méthane.

Charge	Production de	méthane (m³ CH₄	(STP)/m³*d)
(Kg DCO∕m <sup>3</sup> *d)	Réacteur		
	#1	#2	#3
4.8	1.2	1.4	1.3
8	2.1	2.3	2.1
12	3.2	3.6	3.4
16	2.3	4.8	4.4
20		6.2	5.5
24 .		6.8	
28		3.9	6.7

Tableau 4.2

4.8 PERFORMANCES DES BIOREACTEURS EN FONCTION DE LA CHARGE ORGANIQUE.

Les figures 4.24, 4.25 et 4.26 illustrent la variation du % d'enlèvement de la DCO de chaque sections en fonction de la charge organique spécifique à chaque sections pour les réacteurs #1, #2 et #3. Les figures 4.27, 4.28 et 4.29 illustrent la concentrations des acides volatils en fonction de la charge organique de chaque sections pour les mêmes réacteurs.

Des figures 4.24, 4.25 et4.26 on note un points d'inflexion (indiqué par une flèche sur les figures) pour les courbes des deux premières sections et une courbe maximum (indiqué par une flèche sur offrant un les figures) pour la troisième section. Perron (1986) a aussi observé la présence de points d'inflexion qu'il relia à la charge critique, i.e. la charge à ne pas dépasser afin de conserver des performances acceptables du réacteur et, surtout, éviter sa perte (point de rupture). En observant les courbes de la concentrations d'acides volatils en fonction de la charge organique, illustrées aux figures 4.27 à 4.29, on remarque que les concentrations d'acides volatils s'élèvent rapidement au-délà des charges correspondant approximativement aux points d'inflexion des




X ENLEVENENT DE LA DOO

91



Figure 4.26: Enlèvement de la DCO vs charges réacteur #3.





ACIDES (1000 mg/1 Hoc)

courbes d'enlèvement de la DCO figures 4.24 à 4.26. Ceci correspond assez bien avec les résultats obtenus par Perron (1986).

La figure 4.30 illustre le % d'enlèvement global de la DCO des réacteurs #1, #2 et #3 en fonction de la charge organique global. De cette figure il est possible d'évaluer les charges organiques de rupture des réacteurs. Ces charges sont de l'ordre de 17.5, 29 et 28 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d pour les réacteurs #1, #2 et #3 respectivement.



5 OBSERVATIONS.

#### GRANULATION DE LA BIOMASSE.

Une biomasse granulaire fut observée dans les trois réacteurs. Initialement les granules étaient très petits avec des diamètres inférieurs à 1 mm. La grosseur des granules a augmenté en fonction de la charge de telle sorte qu'à une charge supérieure à 20 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, le diamètre des granules étaient compris entre 2 et 5 mm.

La grosseur des granules semble varier d'une section à l'autre de façon telle que les plus grosses granules furent observées dans la première section du réacteur. Notons que le phénomène de granulation est relié à la charge organique (Hushoff et Zeeuw 1983) et que dans le réacteur à plateaux et calottes de gaz la charge est plus forte dans la 1<sup>10</sup><sup>---</sup> section et va en diminuant dans les autres sections.

#### PERTES DE BIOMASSE.

Les pertes de biomasse étaient négligeables aux charges inférieures à 16 Kg DCO/m³\*d. Mais aux charges supérieures à 16 Kg DCO/m³\*d, des pertes significatives furent observées (entre 10 et 20 g/d). Aux charges organiques supérieures à 16 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d, on peut attribuer les pertes de biomasse à la plus grande production de biogaz; l'écoulement brusque de ce dernier provoque l'entraînement de la biomasse hors du réacteur.

Il semble que la deuxième section est la plus affectée par les pertes de biomasse. Elles furent généralement caractérisées par la diminution du lit de boue dans la deuxième section. Il est difficile d'expliquer pourquoi les pertes dans la dernière section sont moindres.

### ODEUR ET COULEUR.

A la charge de rupture, il y a eu présence d'odeur caractéristique de l'acide butyrique dans le réacteur #2. La couleur de la phase liquide de ce dernier était blanchâtre.

Le réacteur #3 n'a pas donné d'odeur caractéristique de l'acide butyrique à sa charge de rupture. Mais par contre, la couleur de la phase liquide était beaucoup plus foncée. Le réacteur #1, quant à lui, n'a pas donné d'odeur ou de couleur anormales lorsque les performances ont baissé.

### APPARITION DE MATIERE BLANCHATRE.

L'apparition de matière blanchâtre fut observée aux charges de rupture des trois réacteurs. Ces matières apparaissent tout d'abord dans la première section et, après quelque temps, on les observe dans les sections supérieures.

#### CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.

Les résultats de cette étude ont tout d'abord permis d'estimer la "charge de rupture" des réacteurs. Cette charge est de l'ordre de:

- 17.5 Kg DCO/m³\*d pour le réacteur #1.
- 29 Kg DCO/m³\*d pour le réacteur #2.
- 28 Kg DCO/m³\*d pour le réacteur #3.

Rappelons que la concentration de biomasse de chacun des réacteurs était différente, 10.8, 21.5 et 32.3 g SVS/L pour les réacteurs #1, #2 et #3 respectivement. Les résultats de cette étude ont permis de démontrer que plus la concentration en biomasse est élevée, plus la charge organique de rupture sera élevée. Bien que la "charge de rupture" des réacteurs #2 et #3 soit à peu près équivalente, la dernière section du réacteur #3 avait un rendement de près de 70% sur l'enlèvement de la DCO par rapport à 20% pour la dernière section du réacteur #2.

Une trop grande concentration de biomasse dans le réacteur provoque, par contre, une perte plus élevée de cette dernière à l'effluent. On observe aussi l'apparition d'un gâteau de biomasse sur le dernier plateau. Ce gâteau de biomasse contribue à augmenter la DCO soluble de l'effluent. Ce phénomène fut observé dans le réacteur #3.

La baisse de rendement des réacteurs pourrait s'expliquer par le mauvais fonctionnement de l'étape d'hydrogénogénèse, principalement la difficulté rencontrée dans la transformation de l'acide propionique en acide acétique. L'accumulation graduelle de l'acide propionique fonction de la charge organique contribue à la baisse en causant ainsi l'inhibition des étapes du DH. d'hydrogénogénèse et de méthanogénèse. Les chutes de rendements dans les réacteurs sont alors accompagnées par:

- la diminution du pH,

- l'augmentation de la concentration des acides volatils,
- l'apparition de matière blanchâtre,
- une diminution de l'alcalinité de l'effluent traité,
- une baisse de rendement dans l'enlèvement de la DCO.

L'identification de points d'inflexion sur les courbes de % d'enlèvement de la DCO en fonction de la charge organique permet de déterminer la limite d'opération des deux premières sections. La limite d'opération de la troisième section peut être évaluer à partir du maximum sur la même courbe.

Les résultats des tests hydrauliques ont permis de démontrer que chacune des sections des réacteurs ce comportent comme un réacteur de type parfaitement mélangé avec un peu de court circuitage. La concentration initiale de biomasse dans le réacteur et la charge organique semble influencer l'intensité du court circuitage.

Aux fortes charges organiques (supérieures à 16 Kg DCO/m<sup>3</sup>\*d), la production élevée de biogaz contribue beaucoup aux pertes de biomasse à l'effluent.

Afin d'éviter ces pertes de biomasse, engendrées par la trop grande production de biogaz, il est recommandé d'enlever latéralement une partie du biogaz produit dans les deux premières sections. L'enlèvement du biogaz pourra, en plus, réduire la pression partielle d'hydrogène dans le réacteur et permettra d'obtenir un meilleur fonctionnement de l'étape d'hydrogénogénèse.

Il serait bon d'expérimenter deux modes d'alimentation de la troisième section, i.e. alimentation fraiche et résiduel des deux premières sections à faible charge et alimentation avec seulement le résiduel des deux premières sections à haute charge et d'observer si ce mode d'opération provoque des problèmes d'instabilité quant à l'acclimatation des bactéries.

Il serait très intèressant de développer une méthode simple d'estimation de la concentration de la biomasse dans chacune des sections. Ces méthodes pourrait relier la concentration de biomasse à la perte de charge de chacune des section ou, encore, à la hauteur du lit de boue et à la densité de ce dernier. Ces méthodes seraient, de plus, d'une grande utilité pour les utilisateurs de systèmes de biotraitement anaérobie.

#### BIBLIOGRAPHIE.

American Public Health Association (1976), "Standard methods for exmination of water and wastewater", 13\*\*\*\*\*

Auger, R.A., Dumontier, M.A., (1987), "Conception d'un système de traitement anaérobie des effluents d'une usine de pâtes et papier a partir des résultats d'un essai pilote", Compte rendue du 10<sup>1</sup> me symposium de l'AQTE, pp. 189-201.

Barford, J.P., Cail, R.G., Calbander, I.J., Floyd, E.J., (1986), "Anaérobic digestion of high-strength cheese whey utilizing semicontinuous digesters and chemical flocculant addition", Biotech. Bioeng., 28, pp. 1601-1607.

Benefield, L.D., Randall, C.W., "Biological process design for wastewater treatment". (Prentice-Hall Inc. 1980).

Bolle, W.L., van Breugel, J., van Eybergen, G.C., Kossen, N.W.F., van Gils, W.,(1986),"Kinetics of anaerobic purification of industrial wastewater", Biotech. Bioeng., 28, pp. 542-548. Bolle, W.L., van Breugel, J., van Eybergen, G.C., Kossen, N.W.F., Zoetemeyer, R.J., (1986), "Modeling the liquid flow in up-flow anaerobic sludge blanket reactors", Biotech. Bioeng., 28, pp. 1615-1620.

Bolle, W.L., van Breugel, J., van Eybergen, G.C., Kossen, N.W.F., van Gils, W., (1986), "An integral dynamic model for the UASB reactor", Biotech. Bioeng., 28, pp. 1621-1636.

Brosseau, J.D., Yan, J.Y., Lo, K.V., (1986), "The relationship between hydrogen gas and butanol production by clostridium saccharoperbutylacetonicum", Biotec. Bioeng., 28, pp. 305-310.

Collins, L.J., Paskins, A.R., (1987),"Measurement of trace concentrations of hydrogen in biogas from anaerobic digesters using an exhaled hydrogen monitor", Wat. Res., 12, pp. 1567-1572.

Eng, S.C., Fernandes, X.A., Paskins, A.R., (1986), "Biochemical shock loads of sucrose to a laboratory-scale anaerobic (UASB) efflent treatment plant", Wat.Res., 6, pp. 789-794. Graef, S.P., Andrews, J.F., (1974), "Stability and control of anaerobic digestion", Journal Water Poll. Control Fed., 46, pp. 666-683.

Grady; C.P.L., Lim, H.C., "Biological wastewater treatment: theory and applications". (Dekker 1980).

Guiot, S.R., van den Berg, L., (1984), "Dynamic performance of an anaerobic reactor combining an upflow sludge blanket and a filter for the treatment of sugar waste", 39th annual Purdue Industrial Waste Conference, NRCC 23409.

Harper, S.R., Pohland, F.G., (1986), "Recent developments in hydrogen management during anaerobic biological wastewater treatment", Biotech. Bioeng., 28, pp. 585-602.

Harper, S.R., Pohland, F.G., (1987), "Enhancement of anaerobic treatment efficiency through process modification", Journal Water Poll. Control Fed., 59, pp. 152-161.

Henze, M., Harremoes, P., (1982), "Anaerobic treatment of wastewater in fixed film reactor - a literature review", Wat. Sci. Tech., 15, pp. 1-101. Hobson, P.N., Shaw, B.G., (1976),"Preliminary communication – Inhibition of methane production by methanobacterium", Wat. Res., 10, pp. 849-852.

Hulshoff Fol, L.W., de Zeeuw, W.J., Velzeboer, C.T.M., Lettinga, G., (1983),"Granulation in UASB reactors", Wat. Sci. Tech., 15, pp.

Kennedy, K.J., Muzar, M., Copp, G.H., (1985),"Stability and performance of mesophilic anaerobic fixed-film reactors during organic overloading", Biotech. Bioeng., 27, pp. 86-93.

Kisaalita, W.S., Pinder, K.L., (1987), "Acidogenic fermentation of lactose", Biotech. Bioeng., 30, pp. 88-95.

Koster, I.W., Rinzema, A., De Vegt, A.L., Lettinga, G., (1986),"Sulfide inhibition of the methanogenic activity of granular sludge at various pH-levels", Wat. Res., 20, pp. 1561-1567.

Koster, I.W., (1986), "Characteristics of the pH-influenced adaptation of methanogenic sludge to ammonium toxicity", J. Chem. Tech. Biotechnol., 36, pp. 445-455. Levenspiel, O., "Chemical reaction engineering". (2\*\*\*\*\* edition, J. Wiley and sons, 1972).

Lin, C.Y., Sato, K., Noike, T., Matsumoto, J., (1986), "Methanogenic digestion using mixed substrate of acetic, propionic and butyric acids", Wat. Res., 20, pp. 385-394.

Moletta, R., Verrier, D., Albagnac, G., (1986), "Dynamic modelling of anaerobic digestion", Wat. Res., 20, pp. 427-434.

Perron, G., (1986),"Biotraitement anaérobie en réacteur UASB d'un efflunet de fromagerie", Mémoire de maîtrise, département de génie chimique, Ecole Polytechnique de Montréal.

Poels, J., Van Assche, P., Verstraete, W., (1985),"Influence of H<sub>2</sub> stripping on methane production in conventional digesters", Biotech. Bioeng., 27, pp. 1692-1698. Pohland, F.G., Bloodgood, D.E., (1963),"Laboratory studies on mesophilic and thermophilic anaerobic sludge digestion", Journal Water Poll. Control Fed., 35, pp. 11-42.

Ripley, L.E., Boyle, W.C., Converse, J.C., (1986), Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-stength wastes", Journal Water Poll. Control Fed., 58, pp. 406-411.

Peters, R.H., Hade, C., (1987),"Traitement industriels anaérobie des substances complexes incluant des glucides, des protéines et des lipides", Compte rendue du 10<sup>1</sup> eme symposium de l'AQTE, pp. 165-170.

Samson, R., van den Berg, L., Kennedy, K.J., (1985), "Mixing characteristics and startup of anaerobic downflow stationary fixed film (DSFF) reactors", Biotech. Bioeng., 27, pp. 10-19.

Samson, R., Guiot, S., (1985), "Mixing characteristics and performance of the anaerobic upflow blanket filter (UBF) reactor", J. Chem. Tech. Biotechnol., 35B, pp. 65-74. Samson, R., (1987), "Importance de l'hydrodynamique dans la configuration des digesteurs anaérobies", Compte rendue du 10<sup>1</sup> mme symposium de l'AQTE, pp. 171-187.

Saraswat, N., Khanna, P., (1986), "Methane recovery from water hyacinth through anaerobic activated sludge process", Biotech. Bioeng., 28, pp. 240-246.

Toto, S., (1987),"Biotraitement anaérobie, en réacteur a plateaux d'un effluent de fromagerie", Mémoire de maîtrise, département de génie chimique, Ecole Polytechnique de Montréal.

Vaidyanathan, S., Kavadia, K.M., Borkar, L.P., Mahajan, S.P., (1985),"Optimal size, hydraulic retention time and volatile solids loading rate of biogas unit using water hyacinth", J. Chem. Tech. Biotechnol., 35B, pp. 121-128.

Wu, W., Hu, J., Gu, X., Zhao, Y., Zhang, H., Gu, G., (1987),"Cultivation of anaerobic granular sludge in UASB reactors with aerobic activated sludge as seed", Wat. Res., 21, pp. 789-799. Wiegant, W.M., de Man, A.W.A., (1986),"Granulation of biomass in thermophilic upflow anaerobic sludge blanket reactors treating acidified wastewaters", Biotech. Bioeng., 28, pp. 718-727.

Williams, C.M., Shih, J.C.H., Spears, J.W., (1986), "Effect of nickel on biological methane generation from laboratory poultry waste digester", Biotech. Bioeng., 28, pp. 1608-1610.

### RESULTATS REACTEUR #1.

		CHARGES GLOBAL							
			(Kg DCO∕m <sup>3</sup> *d)						
			4.4	7.5	11	17.5			
% Enl. DCO			86	95	89	47			
CH4 (m³∕m³*d,			1.8	3.7	4.8	2.1			
STP, mesuré)									
						×			
рН			6.8	6.9	7	6.3			
se	ction								
	1		8.7	14.9	22.6	34.8			
Charges	2		6.4	11.4	19.9	38.0			
(Kg DCO∕m <sup>3</sup> *d)	3		3.1	4.2	9.1	29.1			
	1		77	74	62	41			
% Enl. DCO	2		52	63	54	23			
	3		51	72	55	5			

	1	190	226	1581	3907
Acides vol.	2	355	366	1021	3792
(mg Hac/L)	3	154	130	388	3992
	1	6.6	6.6	6.5	6.1
pН	2	6.6	6.7	6.7	6.3
	3	6.7	6.8	7	6.3

## RESULTATS REACTEUR #2.

		CHARGES GLOBAL						
· ·		(Kg DCO∕m³★d)						
		7.8	12	18	21	23	29	
% Enl. DCO		96	95	94	96	92	39	
			~					
CH4 (m³/m³∗d,		4.0	5.0	6.5	7.7	10.1	2.9	
STP, mesuré)								
рH		6.8	7.1	7.1	7.0	7.2	6.0	
se	ction						4	
	1	16.7	24.4	37.8	42.8	45.6	62.1	
Charges	2	9.3	13.5	22.6	26.7	35.9	70.1	
(Kg DCO/m³*d)	3	0.9	4.5	10.7	12.8	19.0	62.6	
	1	94	94	90	88	71	37	
% Enl. DCO	2	91	67	53	52	47	11	
	3	0	69	72	89	86	16	

	1	41	196	150	431	2160	6942
Acides vol.	2	31	349	434	1073	2131	4736
(mg Hac/L)	3	73	113	163	159	241	5060
	1	6.8	7.0	7.0	6.9	7.0	4.4
рН	2	6.8	6.9	6.8	6.7	6.9	4.7
	3	6.7	7.0	7.0	6.9	7.1	6.8

# RESULTATS REACTEUR #3.

		CHARGES GLOBAL					
		(Kg DCO/m³★d)					
		7.7	12	16	20	24	28
% Enl. DCO		95	95	90	90	80	76
CH4 (m³/m³*d,		3.8	5.3	6.4	8.5	_	8.0
STP, mesuré)							
рН	ction	6.7	7.0	7.1	7.0	7.1	7.0
				<b>TO</b> 4	<b>70</b> /	47 4	50 0
	1	15.4	24.9	32.4	٥٧.6	4/.1	28.8
Charges	2	10.9	18.1	24.2	32.7	43.6	65.0
(Kg DCO∕m <sup>3</sup> *d)	3	3.0	6.0	10.9	18.9	28.1	52.5
	1	79	77	75	68	59	39
% Enl. DCO	2	72	67	55	42	36	19
	3	63	77	78	81	83	68

	1	275	644	956	1694		5638
Acides vol.	2	189	432	864	1513		5553
(mg Hac/L)	3 1	79	132	216	723		1723
			2				
	1	6.7	6.8	6.7	6.8	6.4	5.3
рН	2	6.6	6.9	6.8	6.7	6.6	5.6
	3	6.7	7.0	7.1	7.1	7.3	7.0

.

