

NOTE TO USERS

This reproduction is the best copy available.

UMI[®]

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

PERFORMANCES ET LIMITES DU PROCÉDÉ DE DÉPHOSPHATATION
BIOLOGIQUE PAR BIOFILM SUR LIT MOBILE EN MODE CONCENTRAT

CHARLES-VINCENT LUSSIER
DÉPARTEMENT DES GÉNIES CIVIL, GÉOLOGIQUE ET DES MINES
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE CIVIL)

NOVEMBRE 2008



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-47690-1

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-47690-1

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

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

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

PERFORMANCES ET LIMITES DU PROCÉDÉ DE DÉPHOSPHATATION
BIOLOGIQUE PAR BIOFILM SUR LIT MOBILE EN MODE CONCENTRAT

Présenté par: LUSSIER Charles-Vincent

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise en sciences appliquées

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

M. STUART Paul, Ph.D., président

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

Mme KY Caroline, M.Sc.A., membre

DÉDICACE

À ma famille, mes amis et mon amour

REMERCIEMENTS

Je remercie Yves Comeau pour m'avoir permis de réaliser cette étude dans un environnement passionnant à Bertrand Vallet pour m'avoir introduit à ce projet et à Marc-André Labelle pour ses conseils. Je tiens aussi à remercier toute l'équipe de recherche de l'École Polytechnique et de l'Institut Armand Frappier pour leur contribution et au personnel du Biodôme de Montréal pour leur précieux support. Un merci tout spécial à Serge Parent pour ses encouragements. Serge a su développer chez moi un intérêt pour la culture...des organismes accumulateur de phosphates. Enfin je remercie mes proches et amis qui m'ont soutenu alors qu'ils n'ont pour la plupart toujours pas compris la déphosphatation biologique.

RÉSUMÉ

Un procédé original a été développé pour réduire la concentration en phosphates de piscicultures en circuit partiellement fermé (CPF). L'utilisation d'un bac de concentrat permet d'alterner la condition aérobie/anoxie de l'affluent avec la condition anaérobie de l'eau contenue dans un bac de concentrat. En phase aérobie/anoxie, les phosphates sont accumulés dans la biomasse tandis que les nitrates sont consommés. En phase anaérobie, le substrat carboné est consommé et les phosphates sont relargués par la biomasse dans l'eau du concentrat. En soumettant une même eau de concentrat à plusieurs cycles de relargage on peut donc enlever le phosphore de l'affluent et l'accumuler dans l'eau du concentrat. Les objectifs de cette étude étaient donc de faire croître une biomasse déphosphatante en biofilm, de tester les limites et d'améliorer les performances du procédé.

Deux réacteurs séquentiels à lit mobile (RSLM) ont été opérés durant 257 jours. L'utilisation de l'acétate et du propionate comme source de carbone, de même que l'aération et l'ajout d'éléments traces ont permis d'enlever de 4,4 mg o-PO₄-P/L d'un affluent contenant 14.5 mg o-PO₄-P/L. Toutefois, suite à l'introduction dans un des réacteurs 1 de supports cultivés au Laboratoire régional des sciences aquatiques de l'Université Laval, le procédé a permis un enlèvement de 10.8 mg o-PO₄-P/L d'un affluent contenant 14.9 mg o-PO₄-P/L. L'inoculation d'un second réacteur par cette même biomasse s'est soldée par un enlèvement de 7.2 mg o-PO₄-P/L d'un affluent contenant 14.6 mg o-PO₄-P/L.

Les performances du procédé ont variées en fonction de la concentration en DCO, de la durée de la phase anaérobie, de l'épaisseur du biofilm et du nombre de cycles auxquels l'eau du concentrat était soumise. Il semble que les phénomènes de diffusion, l'alternance des conditions aérobies et anaérobies et le contrôle de l'enlèvement de la

biomasse et du précipité sont les principaux facteurs à optimiser pour améliorer les performances des procédés de déphosphatation biologique en biofilm.

ABSTRACT

An original bioprocess has been developed to reduce phosphate concentration of fish farms in partially closed circuit (PCC). The process is using a stock tank to alternate anaerobic and aerobic conditions and to avoid the presence of nitrate during the anaerobic phase. During the aerobic phase, phosphate of the affluent is stocked as polyphosphate by Polyphosphate Accumulating Organisms (PAO) and nitrate is consumed. During the anaerobic phase, carbon substrate contained in the water of the stock tank is consumed while phosphate is released. Through multiple cycles, phosphate is repeatedly released in the water of the stock tank where it accumulates. The objective of this study is to grow PAO on a biofilm to test the limits of this process and enhance its overall performance.

Two submerged moving bed biofilm reactors were operated at pilot scale during 257 days. The presence of acetate and propionate as carbon substrate as well as aeration and trace elements allowed the removal of 4,4 mg o-PO₄-P/L of an affluent containing 14.5 mg o-PO₄-P/L. However, after introducing colonized carriers from the Laboratoire régional des sciences aquatiques de l'Université Laval, 10.8 mg o-PO₄-P/L of an affluent containing 14.9 mg o-PO₄-P/L was removed. After inoculating a second reactor with the same biomass, 7.2 mg o-PO₄-P/L of an affluent containing 14.6 mg o-PO₄-P/L was removed.

Overall system performance varied according to carbon substrate concentrations, to anaerobic phase length, to biofilm thickness and to the number of cycles the stock tank water was submitted. Therefore, it is believed that diffusion processes, phase length, biomass removal and phosphorus precipitation must be optimised in order to enhance biological phosphorus removal of biofilms.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iv
REMERCIEMENTS	v
RÉSUMÉ	vi
ABSTRACT	viii
TABLE DES MATIÈRES	ix
LISTE DES FIGURES	xii
LISTE DES TABLEAUX	xiv
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xv
LISTE DES ANNEXES	xvii
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION	1
1.1 La problématique de l'industrie piscicole au Québec	1
1.2 La déphosphatation biologique	2
1.3 Historique du procédé	3
1.4 Objectifs de la recherche	4
1.5 Hypothèses et objectifs de la recherche	5
1.6 Structure du mémoire	5
CHAPITRE 2 : REVUE DE LITTÉRATURE	7
2.1 Déphosphatation biologique	7
2.2 Biofilms et déphosphatation biologique	9
2.3 La problématique du biodôme	11
CHAPITRE 3 : MATÉRIEL ET MÉTHODES	13
3.1 Plan expérimental	13
3.2 Description du montage	14
3.3 Instrumentation	17
3.4 Déroulement typique d'un cycle	18
3.5 Suivi du concentrat	20
3.6 Suivis de cycle	20

3.7	Suivi des matières totales et des matières volatiles totales	20
3.8	Tests en flacons.....	21
3.9	Tests de relargage	22
3.10	Méthodes analytiques	23
3.11	Bilans de masse.....	23
CHAPITRE 4 : RÉSULTATS.....		24
4.1	Suivi du concentrat	24
4.2	Suivi des MT et des MVT.....	30
4.3	Suivis de cycle	31
4.4	Composition des matières totales	37
4.5	Tests en flacons.....	37
4.6	Tests de relargage	39
4.6.1	Premier test de relargage.....	39
4.6.2	Second test de relargage	41
4.7	Bilans de masse.....	43
CHAPITRE 5 : DISCUSSION DES PERFORMANCES		48
5.1	Performances épuratoires avec oxygène, propionate/acétate, cobalt et extrait de levure.....	48
5.2	Performances épuratoires après inoculation de la biomasse du LARSA.....	49
5.3	Diffusion en biofilm et déphosphatation biologique	51
5.4	Suivi du procédé suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie...	60
CHAPITRE 6 : DISCUSSION GÉNÉRALE DES LIMITES DU PROCÉDÉ ..		61
6.1	Fluidisation	61
6.2	Âge du concentrat	63
6.3	Précipitation en biofilm	64
6.4	Biomasse active et la matrice de polysaccharides extracellulaires.....	67
6.5	Diffusion	69
CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.....		71
RÉFÉRENCES.....		74

ANNEXES.....	79
---------------------	-----------

LISTE DES FIGURES

Figure 3-1 : Schéma du montage.	15
Figure 3-2: Photo du réacteur 1 et d'un support Cascade 1A	17
Figure 4-1: Récupération des o-PO ₄ de l'affluent dans le concentrat du réacteur 1 au cours de l'expérimentation. Chaque trait vertical marque le début d'un concentrat. La lettre A désigne un nettoyage excessif des conduites et la lettre B un test de relargage.	25
Figure 4-2 : Récupération des o-PO ₄ de l'affluent dans le concentrat du réacteur 2. Chaque trait vertical marque le début d'un concentrat. La lettre A désigne un nettoyage excessif des conduites et la lettre B un test de relargage.	27
Figure 4-3 : Suivi des ions accumulés dans le concentrat en fonction du nombre de cycles dans le réacteur 1 du 216 ^e au 241 ^e jour d'opération.	28
Figure 4-4: Corrélation entre l'accumulation de magnésium de potassium et l'accumulation de phosphore dans le concentrat.....	29
Figure 4-5 : Suivi des matières totales (MT), des matières volatiles totales (MVT) et de l'indice volatil total (ivt) dans le réacteur 2 au cours de l'expérimentation.....	30
Figure 4-6: Accumulation des matières sur les supports dans le temps et épaisseur du biofilm.....	31
Figure 4-7: Suivi de cycle du réacteur 1 au cours de la partie B de l'expérimentation avec contrôle de l'aération entre 3 et 5 mg O ₂ /L (145 ^e jour).....	32
Figure 4-8 : Suivi de cycle du réacteur 2 au cours de la partie B de l'expérimentation (145 ^e jour).	33
Figure 4-9 : Suivi de la phase aérobie sur le réacteur 2 au cours de la Partie C de l'expérimentation (237 ^e jour).....	34
Figure 4-10 : Suivi de cycle aérobie du R1 sans injection d'air durant la partie C de l'expérimentation (256 ^e jour).....	35
Figure 4-11: Corrélation entre la consommation d'oxygène (coefficient de corrélation: 0.99), des nitrates (Coefficient de corrélation: 0.94) et du phosphore (256 ^e jour)	36

Figure 4-12 : Suivi de la concentration de l'oxygène en fonction du temps en phase aérobie sans aération durant un cycle de la partie C de l'expérimentation (206 ^e j).....	36
Figure 4-13 : Phosphore relargué en fonction de la concentration initiale en DCO.....	38
Figure 4-14 : DCO et PO ₄ -P en fonction du temps dans les réacteurs 1 et 2 au cours de la partie B de l'expérimentation (166 ^e jour).	39
Figure 4-15 : Test de relargage sur le réacteur 1 au cours de la partie C de l'expérimentation (257 ^e jour).....	41
Figure 4-16 : Test de relargage sur le réacteur 2 au cours de la Partie C de l'expérimentation (257 ^e jour).....	42
Figure 4-17 : Bilan de masse du phosphore et de la DCO sur le réacteur 1 au cours de la partie A de l'expérimentation.	44
Figure 4-18 : Bilan de masse du phosphore et de la DCO suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie sur le réacteur 2.....	45
Figure 5-1 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur ($De/D_{aq} = 1$).	56
Figure 5-2 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur.	56
Figure 5-3 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur.	57

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3-1: Durée des phases d'opération du RSLM avec bac de concentrat	18
Tableau 3-2 : Caractéristiques de l'affluent synthétique	19
Tableau 3-3: Conditions du test en flacon anaérobie pour observer l'effet de la DCO..	21
Tableau 3-4: Conditions du test en flacon anaérobie pour observer l'effet du pH.....	22
Tableau 4-1 : Composition des matières totales récoltées sur les supports des réacteurs le 153 ^e jour de l'expérimentation.	37
Tableau 4-2 : Test en flacons anaérobies du relargage de P pour à des pH de départ de 6.0 et 9.0 (moyenne $\pm$ SD, n=3)	38
Tableau 4-3 : Comparaison des résultats du premier test de relargage dans les réacteurs 1 et 2	40
Tableau 5-1 : Coefficients de diffusion moléculaire de différents composés dans l'eau (Tiré de Stewart, 2003)	55
Tableau 6-1: Résumé des limites du RSLM en mode concentrat	61

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Bio-P :	déphosphatation biologique
CEDM:	coefficient effectif de diffusion moléculaire
CPF :	circuit partiellement fermé
DCO :	demande chimique en oxygène
Daq :	coefficient de diffusion moléculaire dans l'eau
De :	coefficient de diffusion effectif
ivt :	fraction volatile des matières totales
LARSA :	Laboratoire régional des sciences aquatiques (Université Laval)
MAG :	métabolisme accumulateur de glycogène
MAP :	métabolisme accumulateur de phosphate
MAPAQ :	Ministère de l'agriculture, des pêcheries et de l'alimentation du Québec
MDDEP :	Ministère du Développement Durable, de l'Environnement et des Parcs
MFTi :	matières fixes totales inorganiques
MT :	matières totales
MVT :	matières volatiles totales
N :	azote
OAG :	organismes accumulateurs de glycogène (glycogen accumulating organism, GAO)
OAP :	organismes accumulateurs de phosphate (phosphate accumulating organism, PAO)
OD :	oxygène dissous
o-PO ₄ :	ortho-phosphates
P :	phosphore
PEC :	polysaccharides extracellulaires
PHA :	polyhydroxyalcanoates

poly-P :	polyphosphates
RSLM :	réacteur séquentiel à lit mobile
SLM :	Saint-Laurent marin
STRADDAQ :	Stratégie de développement durable de l'aquaculture en eau douce au Québec
NTK :	azote total Kjeldahl

LISTE DES ANNEXES

Annexes A - Suivis du réacteur 1	80
Annexes B – Suivis du réacteur 2	85
Annexes C - Cinétique et stochiométrie des réactions dans le réacteur 1	93
Annexes D - Cinétique et stochiométrie des réactions dans le réacteur 1	94
Annexes E – CD rom	95

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

1.1 La problématique de l'industrie piscicole au Québec

Au Québec, les piscicultures représentent une source importante de pollution pour les cours d'eau. La production en pisciculture génère de nombreux produits métaboliques tels l'azote ammoniacal, la géosmine (Morin, 1996) et le phosphore. Ceux-ci s'accumulent dans les bassins d'élevage où ils détériorent la qualité de l'eau et gênent la production. La géosmine peut même se concentrer dans la chair des poissons et en altérer le goût. Afin de limiter l'accumulation de ces composés, les piscicultures requièrent de grandes quantités d'eau fraîche. Elles optent ainsi généralement pour des systèmes de production en circuit ouvert où l'eau des bassins d'élevage est sans cesse renouvelée, entraînant un rejet de phosphore à l'effluent non traité. Le phosphore est un élément limitant pour la croissance des végétaux et son rejet en quantités excessives entraîne une détérioration de la qualité des cours d'eau suite au phénomène d'eutrophisation.

L'industrie piscicole québécoise doit maintenant faire face au resserrement des restrictions sur les rejets de phosphore imposées par le Ministère du développement durable, de l'environnement et des parcs du Québec (MDDEP). La *Stratégie de développement durable de l'aquaculture en eau douce au Québec* (STRADDAQ) vise ainsi réduire de 40 % la quantité de phosphore rejetée par tonne de poisson produite d'ici 2014 dans les piscicultures produisant plus de 5 tonnes de poissons par année. Ainsi, le rejet moyen, estimé actuellement à 7.2 kg de phosphore/tonne de production, doit passer à 4.2 kg-P/tonne de production. Aucun projet d'expansion d'une pisciculture ne sera approuvé par le MDDEP s'il n'atteint pas cet objectif. Il est donc essentiel pour les pisciculteurs de chercher de nouvelles méthodes de traitement de leurs effluents et de production afin de rencontrer ces objectifs.

Les piscicultures en circuit fermé et semi fermé utilisent un système de traitement et de recirculation des eaux permettant de réduire considérablement la consommation d'eau et les rejets de phosphore. Mais selon Morin (2003), les coûts de construction et d'opération de ce type de pisciculture sont plus élevés. C'est pourquoi la recherche de méthodes de traitement efficaces et rentables, permettant de réduire la quantité de phosphore rejetée par les piscicultures, est essentielle pour permettre le développement de cette industrie au Québec.

1.2 La déphosphatation biologique

La déphosphatation biologique (bio-P) est utilisée dans plusieurs stations d'épuration, généralement par boues activées, et peut être mise en application pour le traitement des effluents de pisciculture. La déphosphatation biologique est réalisée par des bactéries capables d'utiliser les poly-phosphates intracellulaires (poly-P) comme source d'énergie pour la consommation du carbone en condition anaérobie (Comeau et al., 1986). Ces organismes accumulateurs de phosphates (OAP) sont favorisés par une alternance des conditions anaérobie et aérobie avec et sans substrat, respectivement. Pendant la phase anaérobie, les OAP synthétisent des poly- β -hydroxyalcanoates (PHA) à partir d'une source de carbone et en utilisent l'énergie fournie par les poly-P en réserve. Il se produit alors un relargage des phosphates. En phase aérobie, les OAP utilisent leur réserve de PHA comme source d'énergie pour leur croissance et la recharge des poly-P intracellulaires, ce qui fait diminuer la concentration des phosphates dans l'eau (Oehmen et al, 2007).

Dans des conditions optimales, l'accumulation des phosphates durant la phase aérobie/anoxie est supérieure à leur relargage durant la phase anaérobie. Afin de maximiser la quantité de phosphore accumulé, l'enlèvement du phosphore est alors réalisé par soutirage de la biomasse en boues activées au cours de la phase aérobie/anoxie. Cependant, la mise en place et la maintenance d'un système de boues activées demande beaucoup de ressources tandis que la présence de nitrates dans les

effluents piscicoles ne permet pas d'obtenir les conditions anaérobies nécessaire à la bio-P. Il a donc été proposé de mettre en place un système de déphosphatation biologique en biofilm qui tienne compte de la présence de nitrates dans les effluents piscicoles (Villemur et al., 2004).

Pour mettre en œuvre un procédé de déphosphatation biologique en biofilm, les principales difficultés sont d'alterner les conditions aérobie/anoxie et anaérobie (Goncalves et al., 1994) et de contrôler l'enlèvement de la biomasse (Morgenroth et Wilderer, 1999). Par ailleurs, la diffusion est un aspect crucial à prendre en considération pour la déphosphatation biologique en biofilm (Falkentoft et al., 2001), celle-ci pouvant limiter l'activité métabolique en profondeur du biofilm.

Une étude comparative de la déphosphatation biologique sur différents biofilms a montré que la déphosphatation biologique était possible en lit fixe mais non en lit mobile (Brandt et al., 2002). Selon ces auteurs, la présence d'organismes accumulateurs de glycogène serait responsable du faible rendement observé en lit mobile. Une autre étude, plus récente, proposant un enlèvement du phosphate par bio-P en biofilm a permis l'enlèvement du phosphore en eau douce, mais non en eau de mer (Vallet, 2007). L'auteur a attribué l'échec du procédé en eau de mer à la teneur élevée en calcium de cette eau.

1.3 Historique du procédé

Un banc d'essai a été mis en place en 2006 au Biodôme de Montréal, afin de traiter par déphosphatation biologique, les eaux d'un mésocosme marin appelé Saint-Laurent marin (SLM). Un réacteur séquentiel à lit mobile (RSLM) à l'échelle pilote a d'abord été mis en place avec succès pour l'enlèvement des nitrates dans l'eau du SLM (Dupla et al. 2006; Labelle et al, 2005). Il a ensuite été proposé d'adapter le RSLM pour la déphosphatation biologique (Restrepo et al., 2008; Vallet et al. 2007).

La concentration élevée des nitrates dans l'eau du SLM (+60 mg $\text{NO}_3\text{-N/L}$) ne permet pas d'obtenir les conditions anaérobies nécessaires à la déphosphatation biologique. Un réservoir de stockage (concentrat) contenant une eau anaérobie avec substrat a donc été utilisée. Ainsi, la biomasse fixée était soumise en alternance, à des conditions anaérobies avec substrat dans l'eau du réservoir de stockage, et à des conditions aérobie avec nitrates et phosphates dans l'affluent synthétique.

Cette configuration, avec réservoir de stockage, permettait aussi de limiter les contraintes posées par le soutirage de la biomasse pour obtenir un enlèvement net de phosphore. L'enlèvement du phosphore de l'affluent se manifestait alors par une accumulation du phosphore dans le réservoir de stockage, par l'entremise du relargage anaérobie des OAP.

Néanmoins, la déphosphatation biologique en eau de mer n'a pu être réalisée, tandis que les rendements obtenus avec le même procédé en eau douce sont restés faibles. Un banc d'essai a ensuite été monté au Laboratoire régional des sciences aquatiques de l'Université Laval à Québec (LARSA), afin de tester le procédé sur un effluent réel de pisciculture. Restrepo et al. (2008) ont alors obtenu de bons rendements sur l'enlèvement des phosphates et des nitrates. Compte tenu de la variabilité des rendements observés en eau douce et en eau de mer par Vallet (2007) et Restrepo et al. (2008), il a été décidé de réaliser le présent projet de recherche visant à identifier les limites de ce procédé.

1.4 Objectifs de la recherche

Ce projet de recherche a visé à améliorer les performances du système de déphosphatation biologique par RSLM avec bac de concentrat en testant les limites du procédé. Pour ce faire, différentes études ont été réalisées sur un banc d'essai à échelle pilote et dans des tests en flacons.

1.5 Hypothèses et objectifs de la recherche

L'enlèvement de P par déphosphatation biologique en biofilm dans un réacteur séquentiel à lit mobile (RSLM) avec bac de concentrat dépasse 10 mg P/L.

Objectif n°1 : Faire croître une biomasse bactérienne déphosphatante à partir d'un inoculum d'OAP en biofilm sur des supports en plastique de type Cascades 1A.

Objectif n°2 : Concentrer les phosphates dans une eau anaérobie avec substrat (concentrat).

Objectif n°3 : Atteindre les performances épuratoires souhaitées en faisant varier les sources de carbone, la présence d'éléments essentiels, la concentration en oxygène et la durée des phases

Objectif n°4 : Déterminer les facteurs qui limitent les performances du procédé

1.6 Structure du mémoire

Ce mémoire est divisé en 6 chapitres. D'abord, le chapitre 2 est une revue de littérature sur les biofilms en déphosphatation biologique et sur la problématique de l'accumulation de phosphore et des nitrates au Biodôme de Montréal. Le chapitre 3 présente le plan expérimental, le fonctionnement du procédé et la méthodologie employés au cours de cette étude. Le chapitre 4 traite des résultats des différentes expériences, soit le suivi du concentrat et des matières accumulés sur le support, les performances épuratoires au cours des cycles d'accumulation et de relargage du phosphore, les tests de relargage et les tests en flacon. Le chapitre 5 présente une discussion sur les performances épuratoires observées dans la première phase d'expérimentation et suite à l'ajout de biomasse déphosphatante aux réacteurs. Il présente aussi une discussion sur la diffusion en biofilm à la lumière des résultats observés au cours des tests de relargage. Enfin, le

chapitre 6 présente une discussion générale sur les principaux problèmes rencontrés dans la déphosphatation biologique en RSLM avec bac de concentrat.

CHAPITRE 2 : REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 Déphosphatation biologique

La déphosphatation biologique est un phénomène largement étudié mais exclusivement mis en application à pleine échelle dans les boues activées. En boues activées, la croissance des OAP est favorisée en soumettant la biomasse en suspension à des conditions aérobies et anaérobies en alternance par un système de recirculation des boues de la zone anaérobie vers la zone aérobie. Les boues chargées en phosphore sont soutirées de la zone aérobie, ce qui se traduit par un enlèvement de phosphore du système (Oehmen et al, 2007; Smolders et al, 1995).

Aucune culture pure d'OAP n'a été obtenue jusqu'à maintenant. Néanmoins, différentes stratégies permettant de développer une culture enrichie d'OAP ont été proposées. La structure des communautés biologiques présentes dans des boues enrichies où s'opère une déphosphatation biologique a été étudiée. Des betaproteobactéries du groupe *Rhodocyclus* ont été observées en proportion importante dans des communautés bactériennes de boues activées présentant un enlèvement significatif de phosphore (Hesselmann et al. 1999). Ces bactéries ont été baptisées *Candidatus accumulibacter phosphatis*.

La caractéristique principale d'*Accumulibacter* est sa capacité d'utiliser l'acétate en anaérobie pour emmagasiner des réserves de PHA, en utilisant l'énergie stockée sous forme de poly-P. Les poly-P sont stockés en phase aérobie en utilisant les réserves énergétiques de PHA.

Plusieurs modèles biochimiques décrivant les voies métaboliques impliquées dans la déphosphatation biologique ont été développés (Comeau et al., 1986; Smolders et al., 1995; Mino et al., 1998). Ces voies métaboliques ont été proposées en étudiant des

cultures dominantes d'*Accumulibacter*. Elles ont montré l'existence de plusieurs voies métaboliques. Soit que les OAP possèdent plusieurs voies métaboliques, soit qu'il existe différentes souches d'*Accumulibacter* possédant différentes voies métaboliques (Oehmen et al, 2007).

D'autres organismes entrent par ailleurs en compétition avec les OAP pour la source de carbone en phase anaérobie. Les organismes accumulateurs de glycogène (OAG) sont des organismes aussi capables de consommer les acides gras volatils en phase anaérobie mais qui ne peuvent accumuler de polyphosphates en condition aérobie. Les OAG synthétisent plutôt du glycogène. Cependant, Zhou et al. (2008) ont observé dans une culture enrichie d'*Accumulibacter* une consommation d'acétate pour la synthèse de PHA sans relargage de phosphore, et une augmentation significative de la dégradation de glycogène. Ils ont proposé que les OAP puissent utiliser uniquement le glycogène comme source principale d'énergie, suggérant par le fait même que les OAP et les OAG soient les mêmes organismes utilisant différentes voies métaboliques, le métabolisme accumulateur de phosphate (MAP) et le métabolisme accumulateur de glycogène (MAG).

Comeau et al. (1986) ont montré que certains cations métalliques étaient co-transportés avec les molécules de phosphate par les OAP. Des cations K^+ , Mg^{2+} , et Ca^{2+} neutralisent la charge ionique moléculaire du phosphore absorbé ou relargué. Par ailleurs, plusieurs autres éléments peuvent s'avérer essentiels à la croissance bactérienne. Ainsi, plusieurs études reposent sur l'utilisation d'un affluent synthétique contenant, en plus des nutriments, un certain nombre d'éléments en concentration trace et de l'extrait de levure (Smolders et al., 1994a). L'extrait de levure contient des acides aminés, des peptides, des vitamines et des hydrates de carbone. Il est souvent utilisé comme additif pour favoriser la culture bactérienne. La « recette » de Smolders et al. (1994a) contient ainsi 0.3 ml/l d'une solution d'éléments nutritifs contenant plusieurs éléments traces.

L'étude métagénomique d'une communauté bactérienne permet aussi d'identifier des gènes présents dans l'ensemble d'une communauté et par le fait même, d'évaluer les capacités métaboliques d'une population (Martin et al., 2006). L'analyse métagénomique de communautés microbiennes effectuant la déphosphatation biologique a permis d'identifier des gènes nécessaires au transport du cobalt, ce qui porte à croire que les OAP aient besoin de cobalt (Martin et al., 2006). Cependant, la seule présence d'un gène ne permet pas d'affirmer qu'une fonction métabolique est réalisée, mais donne un indice selon lequel la présence de cet élément pourrait s'avérer essentielle.

Certaines conditions favorisent toutefois la croissance des OAP. Oehmen et al. (2005) ont présenté des résultats suggérant que les OAP seraient favorisés par la présence de propionate en conditions anaérobies. À court terme, il serait plus difficile aux OAG de s'adapter à un changement de la source de carbone tandis qu'il serait plus facile aux OAP de s'adapter à l'alternance de l'acétate et du propionate comme source de carbone. Toutefois, Dai et al. (2007) ont montré que l'utilisation d'une source combinée d'acétate et de propionate favorisait la croissance des OAG.

2.2 Biofilms et déphosphatation biologique

Les biofilms se définissent comme une accumulation de cellules immobilisées dans une matrice de polymères d'origine microbienne. Ils se forment lorsqu'une cellule en suspension entre en contact avec une surface et modifie son expression génétique afin d'exprimer un caractère adhérent : la cellule adhère à la surface. Après un certain temps, la cellule pourra sécréter des polymères extracellulaires qui renforceront l'adhérence de la cellule. Ces polymères pourront aussi représenter une source d'énergie et de carbone pour la cellule qui se multipliera de façon à créer un biofilm. Au même moment, des particules inertes et d'autres cellules microbiennes peuvent s'accumuler sur le biofilm de façon à créer une communauté bactérienne (Bryers, 2007). Ainsi, le biofilm est un milieu permettant la coopération de différentes espèces microbiennes (Laspidou et al., 2002).

Ce mode de vie comporte de nombreux avantages. Selon Davey et al. (2000), la vie en biofilm offrirait aux microorganismes une meilleure protection contre l'environnement, une plus grande disponibilité des nutriments, la coopération métabolique et l'acquisition de nouveaux traits génétiques.

En biofilm, la déphosphatation biologique est beaucoup moins étudiée qu'en boues activées. Pourtant, le biofilm offre de nombreux avantages. Il permet d'éviter les problèmes de floculation, il occupe moins d'espace, facilite la séparation liquide/solide et permet d'éviter le relargage du phosphore dans le décanteur secondaire (Morgenroth et al., 1998). Néanmoins, de nombreux défis se posent au développement d'un système performant de déphosphatation biologique par biomasse fixe.

La biomasse étant fixe, l'alternance des conditions aérobie/anaérobie ne peut être réalisée par un seul système de recirculation. L'alternance des conditions doit alors se faire dans le temps. L'utilisation d'un réacteur séquentiel constitue un excellent système permettant d'alterner les conditions pour établir un biofilm d'OAP sans avoir à recirculer la biomasse (Wang et al., 1998). Il est cependant nécessaire de maintenir suffisamment longtemps les conditions anaérobie et aérobie pour que, dans le premier cas, tout le substrat soit consommé et, dans le second, tout l'oxygène soit consommé et la dénitrification complétée (Helness et al., 2001). Néanmoins, il est possible d'éviter ces contraintes par l'utilisation d'un procédé original utilisant un bassin de stockage contenant une eau anaérobie avec substrat mise en contact avec la biomasse en alternance avec un affluent aérobie (Vallet, 2007; Restrepo, 2008).

Contrairement à l'enlèvement du carbone et de l'azote qui se produisent par minéralisation, l'enlèvement du phosphore en boues activées est effectué par une purge des boues qui soutire la biomasse chargée en phosphore. Dans des conditions optimales, l'accumulation des phosphates en phase aérobie/anoxie est supérieure au relargage dans

la phase anaérobie. L'enlèvement du phosphore est alors réalisé par soutirage de la biomasse au cours de la phase aérobie/anoxie afin de maximiser la quantité de phosphore accumulé. Cependant, le taux de croissance des organismes s'avère moins rapide en biofilm qu'en boue activées (Chiou et al., 2001). Les performances attendues d'un système de déphosphatation biologique, découlant de la croissance d'OAP se trouvent donc moins élevées qu'en boues activées.

Par ailleurs, la biomasse fixée chargée en phosphore et qui n'est pas soutirée ne contribue pas à l'enlèvement de phosphore puisque le phosphore ainsi accumulé dans la biomasse fixée est relargué par lyse cellulaire et par respiration endogène. L'enlèvement du phosphore doit donc être réalisé en détachant la biomasse par nettoyage (Morgenroth et al., 1999). Cependant, l'utilisation d'un bac de stockage permet d'éviter les contraintes associées au soutirage de la biomasse en concentrant le phosphore (Vallet, 2007 et Restrepo et al., 2008).

Les performances d'un système avec bac de stockage sont basées sur l'optimisation de l'activité biologique d'OAP, plutôt que sur l'optimisation de leur taux de croissance. Il a d'ailleurs été démontré que l'enlèvement du phosphore en phase aérobie est déterminé par l'accumulation des PHA et le relargage de phosphore en phase anaérobie (Chiou et al., 2001). Il convient donc d'augmenter l'accumulation des PHA pour favoriser l'enlèvement du phosphore.

2.3 La problématique du biodôme

Le Biodôme de Montréal présente différents milieux aquatique qui nécessitent des systèmes de filtration et de traitement des eaux appropriés. Le mécosystème marin, appelé Saint-Laurent marin (SLM), présente la faune qu'on retrouve dans l'estuaire et le golfe du Saint-Laurent. Il contient 3250 m³ d'eau de mer et fonctionne en circuit fermé. Malgré le système de filtration existant, une accumulation de nitrates et de phosphore dans le SLM est observée. L'eau du SLM doit donc être changée à tous les 2 ans.

Différentes études ont été réalisées au Biodôme de Montréal afin d'améliorer le système de filtration pour réaliser un enlèvement des nitrates et des phosphates dans l'eau du SLM. Labbé, Parent et Villemur (2003) ont permis d'améliorer les taux de dénitrification en ajoutant des éléments traces tels le cuivre, le fer et le manganèse. Labelle et al. (2005) ont réalisé un enlèvement complet des nitrates dans un RSLM à l'échelle pilote. Dupla, Comeau, Parent, Villemur et Jolicoeur (2006) ont favorisé un auto-nettoyage performant des biosupports afin d'éviter une accumulation excessive de biomasse sur les supports du RSLM par un mélange complet du réacteur et un type de support (Cascades-1A[®], Koch-Glitsch, Wichita, KS). Puis, Vallet (2007) a démontré que l'utilisation d'une RSLM avec bac de concentrat ne permettait pas un enlèvement du phosphore en eau salée mais permettait un enlèvement limité de 4,7 mgP/L en eau douce. Enfin Restrepo et al. (2008) ont démontré que ce procédé permettait un enlèvement de 7.5 mg o-PO₄-P/L sur un affluent réel de pisciculture en circuit semi-fermé.

CHAPITRE 3 : MATÉRIEL ET MÉTHODES

3.1 *Plan expérimental*

Ce projet fait suite aux travaux de Bertrand Vallet et Juan Restrepo qui ont expérimenté la bio-P par RSLM avec bac de concentrat au Biodôme de Montréal et au LARSA respectivement. Le mode opératoire des réacteurs a été présenté par Vallet (2007) et Restrepo et al. (2008). Certaines conditions d'opération ont toutefois été modifiées au cours des parties A, B et C de l'expérimentation, laquelle a duré 257 jours au total.

Partie A

Cette partie de l'expérimentation visait à tester la recette de l'affluent synthétique proposé par Smolders et al. (1994a) et une recette d'eau anaérobie contenant de l'acétate et du propionate. D'une part, de l'extrait de levure et du cobalt ont été ajoutés à l'affluent alors qu'un système d'injection d'air en continu au cours de la phase aérobie a été installé. D'autre part, une solution combinée d'acétate et de propionate a été utilisée comme substrat en phase anaérobie. La phase A a été réalisée sur une période de 105 jours, du 1^{er} septembre au 15 décembre 2007. Les performances mesurées ont pu être comparés à celles obtenues par Vallet (2007) pour la même période.

Partie B

La phase B a duré 116 jours. Elle a débuté le 15 décembre 2007 par une série de tests en flacons et l'introduction dans le réacteur #1 de 15 litres de supports cultivés durant deux ans au LARSA et au Biodôme. Ce réacteur contenait déjà 20 litres de supports neufs (~400 supports). À la même date, le réacteur #2 a été inoculé de 10 supports provenant de la même culture. Cette partie de l'expérimentation s'est terminée le 9 avril 2008. L'historique des supports du réacteur 1 révèle qu'elles ont été mises en contact avec

différents affluents au Biodôme et au LARSA, et celles-ci ont été en partie remplacées au cours des expériences. Il n'a donc pas été possible de déduire quoi que ce soit des mesures des MT et des MVT du réacteur 1. Toutefois, les performances obtenues dans ce réacteur ont été comparées à celles obtenues par Restrepo (2008). Les performances obtenues dans le réacteur 2 ont cependant pu être comparées à celles obtenues par Vallet (2007) lorsque le réacteur était considéré en régime permanent.

La série de tests en flacon a été réalisée afin de tester l'effet du pH, de la DCO et de la concentration du phosphore sur le relargage des phosphates. Par ailleurs, un test de relargage a été réalisé sur les 2 réacteurs afin de déterminer la masse totale de phosphore contenue dans les réserves intracellulaires de poly-phosphates et pouvant être relarguées en phase anaérobie. Les effets de la durée de la phase anaérobie et de l'âge du concentrat sur les performances du procédé ont aussi été testés.

Partie C

La partie C de l'expérimentation a duré 36 jours. Elle débuté le 9 avril 2008 suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie et s'est terminée le 15 mai 2008 suite à un test de relargage. Les performances observées au cours de cette partie de l'expérimentation ont pu être comparées à celles obtenues auparavant sur chacun des réacteurs et à celles obtenues par Vallet (2007) et Restrepo (2008).

3.2 Description du montage

Le montage de Labelle et al. (2007) a été adapté pour la déphosphatation biologique tel que présenté par Vallet (2007) et Restrepo et al. (2008). Le schéma du montage est présenté à la Figure 3-1 tandis qu'une photo des installations est présentée à la Figure 3-2.

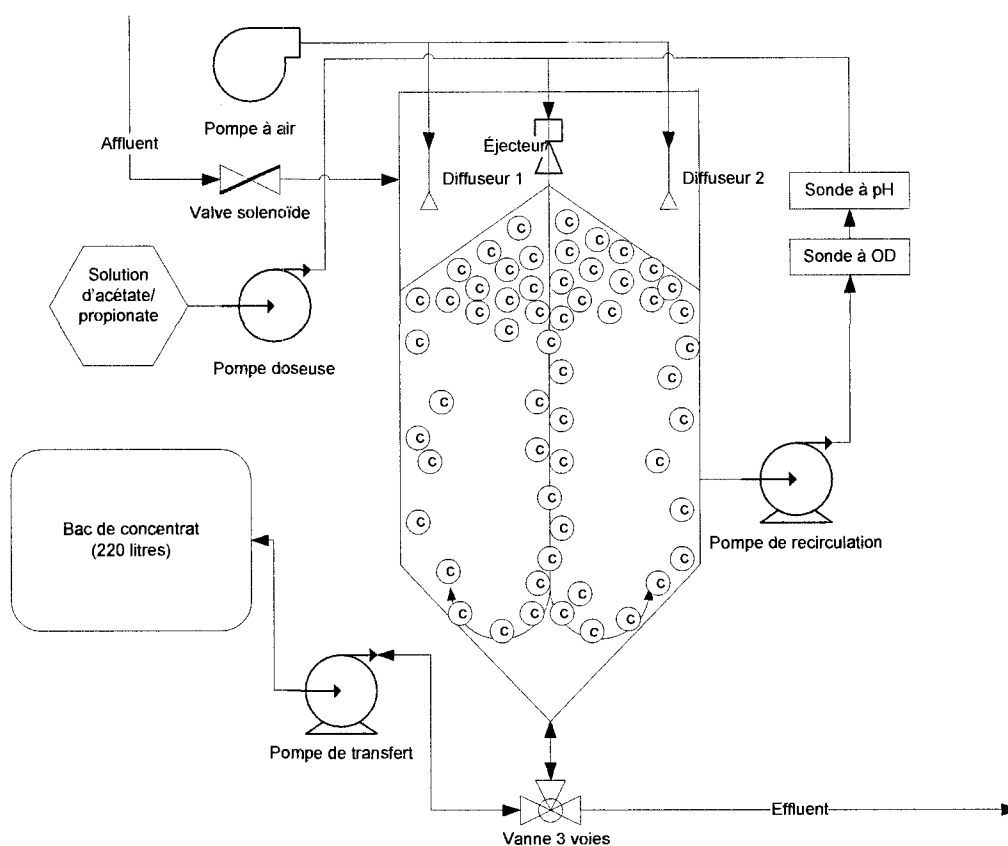


Figure 3-1 : Schéma du montage.

Deux réacteurs de 110 litres chacun ont été utilisés en parallèle. Chaque réacteur était couplé à un bac de concentrat de 220 litres (modèle IB 1801, Bonar Plastics, Lindsay, ON). Le contrôle et le suivi du procédé étaient réalisés à partir d'un programme d'acquisition et de contrôle des bioréacteurs développé sous LabView 7.1 par Vallet (2007). Ce programme permet de traiter les signaux acquis à l'aide d'un module de conversion de signal analogique/numérique OMEGA OMB-DAQ-56 et d'une extension OMEGA OMB-PDQ1 reliés au PC. Ce module permet également de contrôler les différents éléments du montage (vannes et pompes) à l'aide des sorties digitales. Le montage a été modifié pour ajouter un contrôle de l'oxygène dissous en phase aérobie et pour permettre le décompte des cycles sur un concentrat.

Les réacteurs étaient alimentés par un affluent synthétique préparé dans un bassin de 5 m³. L'affluent s'écoulait par gravité dans les 2 réacteurs suite à l'ouverture d'une vanne solénoïde (modèle W20 Coil, Plast-O-Matic Valves Inc., Cedar Grove, NJ, USA). La recirculation était assurée par une pompe centrifuge (modèle TE-5-MD-SC, Little Giant Pump Co., Oklahoma City, OK). L'eau anaérobie du concentrat était acheminée vers le réacteur au moyen d'une pompe centrifuge (AC-4C-MD, March MFG Inc., Glenview, IL) tandis qu'elle retournait dans le bac après la phase anaérobie par gravité. Chaque réacteur était équipé d'une vanne 3 voies (QAT-CENTREOFF, Chemline Plastic Limited, Thornhill, ON) pour assurer les transferts avec le bac de concentrat et la vidange du réacteur. Au début de chaque phase anaérobie, une solution d'acétate de sodium et de propionate de sodium était injectée dans le réacteur à l'aide d'une pompe péristaltique (modèle L/S 77200-62, Cole-Parmer Masterflex, Vernon Hills, IL). L'aération était maintenue en phase aérobie à l'aide d'une pompe à air pour aquarium (A-805 Maxima Elite 115 V de Hagen) munie de 2 pierres à air cylindriques de 2.84 cm de longueur. Chaque réacteur contenait 35 litres de supports de type Cascades-1A (Koch-Glitsch, Wichita, KS), soit environ 800 supports. Ceux-ci étaient maintenus en fluidisation en éjectant vers le bas l'eau de la conduite de recirculation au dessus du réacteur à l'aide d'un éjecteur de 9.5 mm (model TME, Penberthy Inc., Prophetstown. IL).

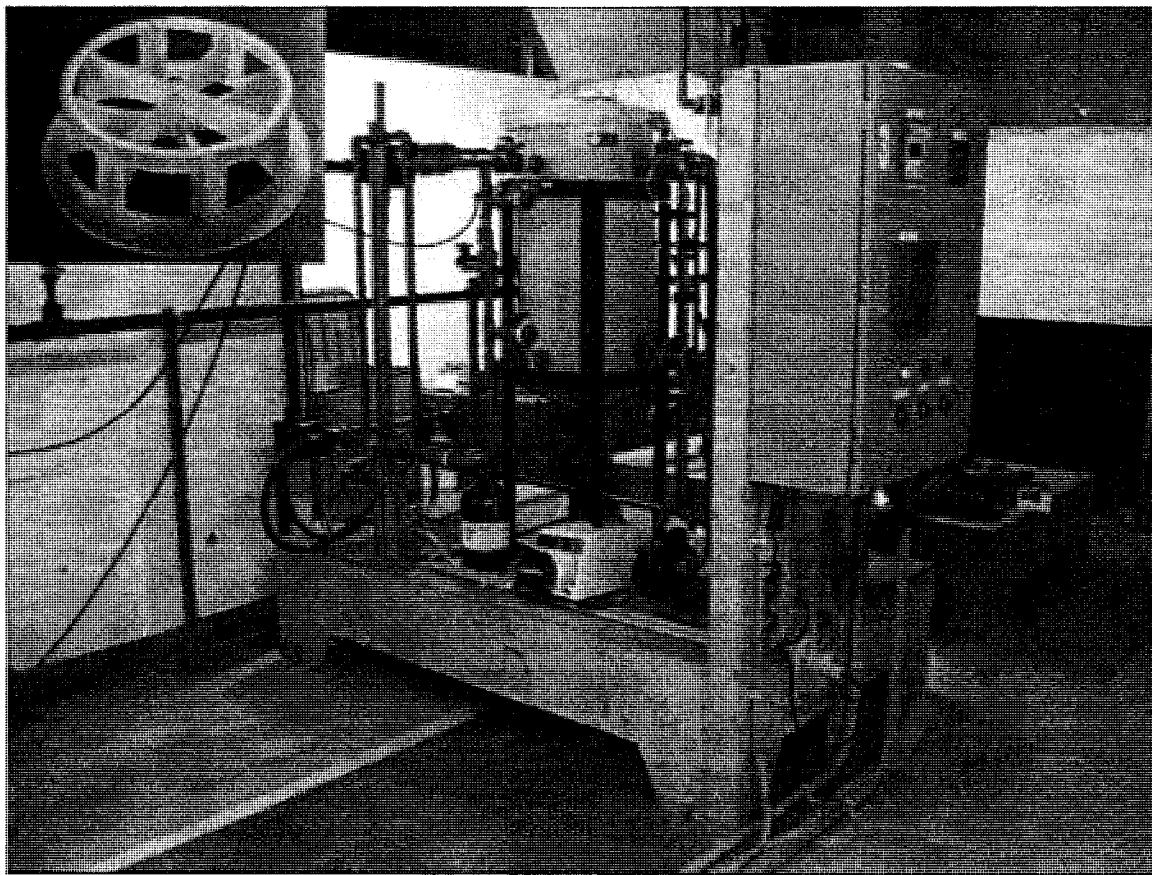


Figure 3-2: Photo du réacteur 1 et d'un support Cascade 1A

3.3 *Instrumentation*

Chaque réacteur était équipé de sondes pour la mesure de l'oxygène dissous (Oxymax W COS61, Endress + Hauser, Burlington, ON, USA), du pH (DynaProbII pH) et de la température disposés sur la conduite de recirculation. Par ailleurs, un analyseur de nitrates en ligne (NX 1000, AWA Instrument, Duluth, GA) placé en parallèle de la ligne de recirculation était disponible.

3.4 Déroutement typique d'un cycle

Le Tableau 3-1 présente la durée des phases d'un cycle typique d'opération du RSLM avec bac de concentrat au cours des différentes parties de l'expérimentation.

Tableau 3-1: Durée des phases d'opération du RSLM avec bac de concentrat

Partie	Phase					
	Remplissage affluent aérobie	Aérobie	Vidange à l'égout	Transfert du concentrat	Anaérobie	Transfert au concentrat
A	5 min	180 min	15 min	5 min	90 min	15 min
B	5 min	240 min	15 min	5 min	90 min	15 min
C	5 min	240 min	15 min	5 min	120 min	15 min
Test de relargage	5 min	240 min	15 min	5 min	300 et 360 min	15 min

La durée d'un cycle était d'abord de 370 minutes puis a été augmentée à 400 minutes suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie au cours de la partie C de l'expérimentation. Le nombre de cycle par jour a donc varié entre 4.6 cycles/j et 3.6 cycles/j. Chaque cycle était divisé en une phase aérobie et une phase anaérobie.

Phase aérobie

La phase aérobie débutait par une période de 5 minutes pour le remplissage du réacteur de 110 litres par l'affluent synthétique, suivie d'une période de croissance d'une durée de 4 heures où la concentration en oxygène dissous était maintenue au dessus de 2 mg O₂/L. Au cours de cette période, les OAP sont réputés avoir accumulé des réserves de polyphosphates intracellulaires en utilisant leur réserve de PHA. La phase aérobie se termine par une vidange du réacteur de l'eau traitée durant 15 minutes.

Tableau 3-2 : Caractéristiques de l'affluent synthétique

Paramètre	Unités	Valeur	std	n
Phosphore total	mg P tot/L	15,6	-	1
Orthophosphates	mg PO ₄ -P/L	14,5	0,5	20
Nitrates	mg NO ₃ -N/L	17,4	0,3	2
Chlorures	mg Cl-/L	15,0	-	1
Sulfates	mg SO ₄ -2/L	32,3	-	1
Fer	mg Fe/L	0,08	-	1
Sodium	mg Na+/L	55,9	-	1
Calcium	mg Ca++/L	29,1	-	1
Magnésium	mg Mg++/L	7,3	-	1
Potassium	mg K+/L	12,8	-	1
Carbone organique total	mg C/L	3,9	-	1
pH		7,5	0,1	16
Température	°C	18,6	2,3	8
Alcalinité	mg CaCO ₃ /L	84	-	-

Les caractéristiques de l'affluent synthétique sont présentées dans le Tableau 3-2. La recette de l'affluent a été tirée de Smolders et al. (1994a). Seul l'ammoniaque n'a pas été ajouté dans le réservoir de 5m³ pour éviter la croissance d'une biomasse nitrifiante dans l'affluent synthétique. L'affluent contenait plutôt des nitrates pour remplir les besoins en azote pour la croissance cellulaire.

Phase anaérobie

La phase anaérobie débutait par une période de transfert de l'eau du concentrat au réacteur durant 5 minutes. Puis une période anaérobie d'une durée de 90 minutes ou de 120 minutes avait lieu. Au début de cette période, une solution combinée d'acétate de sodium et de propionate de sodium (100/50 mg Ac/mg Prop) était injectée dans le réacteur pour maintenir une DCO en excès au dessus de 250 mg DCO/L. Au cours de cette phase, les OAP sont réputés avoir accumulé des réserves de PHA en utilisant l'énergie fournie par les polyphosphates intracellulaires. Les polyphosphates et d'autres

ions sont alors relargués dans l'eau du concentrat et s'accumulent d'un cycle à l'autre. La phase anaérobie se termine par un transfert de l'eau du réacteur vers le bac de concentrat avant qu'un nouveau cycle débute.

3.5 *Suivi du concentrat*

Le concentrat était constitué d'une eau anaérobie contenant d'acétate et du propionate. La DCO de cette eau était vérifiée régulièrement afin de maintenir environ 250 mg DCO/L. Par ailleurs, la conductivité, la teneur en ortho-phosphates et les concentrations des ions K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Na^+ , Cl^- et SO_4^{2-} ont été mesurées dans un concentrat au cours de 25 cycles consécutifs.

3.6 *Suivis de cycle*

Une série de suivis de cycle a été réalisé au cours de l'expérimentation. Toutes les 20 minutes environ, un échantillon était prélevé du réacteur au cours des phases aérobie et anaérobie. Les concentrations en phosphore, phosphates, nitrates et la DCO ont été mesurées. Par ailleurs, un échantillon d'eau pouvait être prélevé en début et un autre en fin de phase pour obtenir une évaluation sommaire des performances épuratoires.

3.7 *Suivi des matières totales et des matières volatiles totales*

Les quantités de matières volatiles totales (MVT) et de matières totales (MT) du biofilm ont été évaluées en duplicata en utilisant 3 supports pour chaque analyse pour chaque réacteur et en considérant que chaque réacteur contenait 800 supports. Les supports étaient séchés à 105°C pour quelques minutes et les matières totales étaient prélevées des supports. Celles-ci étaient ensuite séchées à 105°C pendant 24 h pour la détermination des MT puis brûlées pendant 2 h à 550°C pour la détermination des MVT.

La composition du biofilm a aussi été déterminée. Les supports chargés de biomasse ont été séchés à 105°C pendant quelques minutes et la biomasse a été récoltée puis

homogénéisée à l'aide d'un pilon et d'un mortier. L'analyse de l'azote Kjeldahl (NTK) et de différents éléments a été réalisée sur une biomasse séchée à 105°C pendant 2 h.

Enfin l'épaisseur du biofilm a été estimée à l'aide d'une règle en observant les supports.

3.8 Tests en flacons

Les objectifs de ces expériences étaient d'observer l'effet de la variation de la composition du concentrat sur les performances de la déphosphatation biologique au cours de deux tests en flacons. Le relargage des phosphates et la consommation de DCO en phase anaérobie ont été mesurés en faisant varier la DCO (test 1) et le pH (test 2). Le témoin a été réalisé en triplicata alors que chaque condition a été testée en duplicata dans une série d'essais en flacons.

Chaque flacon contenait 6 supports prélevés dans le réacteur du LARSA en fin de période aérobie, de manière à obtenir le même ratio (nombre de supports/volume d'eau) que celui du réacteur à pleine échelle.

Une réserve d'eau anaérobie a d'abord été préparée par injection d'azote gazeux. Pour l'ajustement des conditions, chaque flacon a été rempli de 860 ml d'eau anaérobie.

Pour observer l'effet de la concentration en DCO, des solutions anaérobies d'acétate de sodium ont été préparées à des concentrations de 0, 50, 150 et 300 mg DCO/L. Le pH était ajusté à l'aide de solutions de HCl et de NaOH. Les conditions utilisées pour ce test sont présentées au Tableau 3-3.

Tableau 3-3: Conditions du test en flacon anaérobie pour observer l'effet de la DCO

	Flacon 1	Flacon 2	Flacon 3 (Témoin)	Flacon 4	unités
pH de départ	8	8	8	8	
o-PO ₄	0	0	0	0	mg P-PO ₄ /L
DCO	0	50	150	300	Mg DCO/L

Pour observer l'effet du pH en phase anaérobie, deux solutions tampon anaérobies ont été préparées. D'une part, une dose d'acide acétique CH_3COOH a été ajoutée à une solution d'acétate de sodium CH_3COONa , de façon à obtenir un tampon au pH de 6. D'autre part, un tampon au pH de 9 a été préparé en combinant de la soude (NaOH) à du bicarbonate de sodium dans la solution d'acétate de sodium pour obtenir un pH de 9.

Tableau 3-4: Conditions du test en flacon anaérobie pour observer l'effet du pH

	Flacon 1	Flacon 2	unités
pH de départ	6,0	9,0	
o-PO ₄	0	0	mg P-PO ₄ /l
DCO	270	270	mg/l

Les flacons ont été placés sur une table d'agitation avec injection d'azote gazeux pour environ 10 minutes puis l'oxygène dissous (OD), la température et la conductivité ont été mesurés alors que 60 ml de solution était prélevé pour obtenir les conditions initiales du test. Ensuite, les flacons ont de nouveau été placés sur la table d'agitation. Les flacons ont été agités pour une durée de 90 minutes, avec 10 minutes d'injection d'azote gazeux à intervalles de 30 minutes. Enfin, 60 ml de liquide a été échantillonné et filtré pour obtenir les conditions finales du test et les mesures de la température, de l'oxygène dissous, du pH et de la conductivité ont été effectuées. De même, les mesures du phosphore et de la DCO ont été effectuées pour chacun des échantillons.

3.9 Tests de relargage

Deux tests de relargage ont été réalisés sur chacun des deux réacteurs à l'échelle des pilotes. Le déroulement de chaque test s'est déroulé dans les mêmes conditions et de la même façon qu'un suivi de cycle normal en phase anaérobie (Chapitre 3.6). Cependant, à la différence d'un cycle normal, la phase anaérobie a duré 5 h dans le premier test et 6 h dans le deuxième test.

3.10 Méthodes analytiques

Tous les échantillons ont été filtrés sur des filtres Millipore de 0,45 µm de type HA. La DCO a été évaluée à l'aide de tubes à DCO selon la méthode de Hach (0-150 ppm). Les ortho-phosphates ont été mesurés à l'aide de la méthode Phosver 3 de Hach. Les mesures du phosphore total (Pt) et de l'azote total Kjeldahl (NTK) ont été réalisées selon des méthodes standard (Standard Methods 4500-Norg D, 4500-NH₃ H and 4500-P G; APHA et al. 1998). La mesure en solution du fer, du sodium, du calcium, du magnésium et du potassium ont été réalisés par spectrométrie d'absorption atomique (AAAnalyst 200, PerkinElmer, Woodbridge, ON). Les échantillons solides ont été mis en solution, d'abord à l'acide perchlorique pour digérer les matières organiques, puis à l'acide nitrique et chlorhydrique pour complètement dissoudre les échantillons. Le peroxyde d'oxygène a été utilisé pour enlever la couleur.

3.11 Bilans de masse

Les bilans de masse ont été réalisés sur le réacteur 2, lorsque celui-ci était considéré en régime pseudo-permanent, compte tenu de l'accumulation continue de biomasse et de précipité au cours de l'expérimentation mais des performances relativement stables des réacteurs. Le premier bilan de masse a été réalisé sur une période de 30 cycles, entre les 70^e et 78^e jours de l'essai (Partie A de l'expérimentation). Le second bilan de masse a été réalisé entre les 220^e et 228^e jours d'expérimentation (Partie C de l'expérimentation).

Pour la réalisation du bilan de masse, un suivi de cycle a été réalisé tandis que des échantillons du concentrat ont été prélevés chaque jour. Le phosphore total accumulé et la DCO dans le concentrat ont été mesurés. L'accumulation de phosphore et de carbone sur les supports du réacteur a été estimée en considérant la quantité moyenne de phosphore et de carbone accumulé sur les supports au cours de l'ensemble de l'expérimentation.

CHAPITRE 4 : RÉSULTATS

L'évaluation des performances du procédé a été réalisée en effectuant un suivi de l'accumulation des phosphates dans le concentrat en changeant l'eau du bac de concentrat à différents intervalles de temps. Un suivi des MVT et des MT a été réalisé de même qu'une évaluation de l'épaisseur du biofilm pour estimer les contraintes associées à la diffusion. Des suivis de cycle ont été réalisés pour évaluer les taux et la stœchiométrie des réactions biologiques observées. Une analyse de la composition du biofilm a permis d'évaluer le phosphore précipité et la biomasse présente dans le biofilm. Des tests en flacon ont été réalisés afin d'évaluer les facteurs affectant les performances du procédé. Des bilans de masse ont été réalisés alors que le système était soumis à différentes conditions. Enfin, des tests de relargage ont été réalisés en soumettant la biomasse à des conditions anaérobies durant plusieurs heures pour évaluer le contenu en polyphosphates de la biomasse.

4.1 Suivi du concentrat

Le pourcentage des phosphates de l'affluent récupérés dans le bac de concentrat pour le réacteur 1 est présenté à la Figure 4-1.

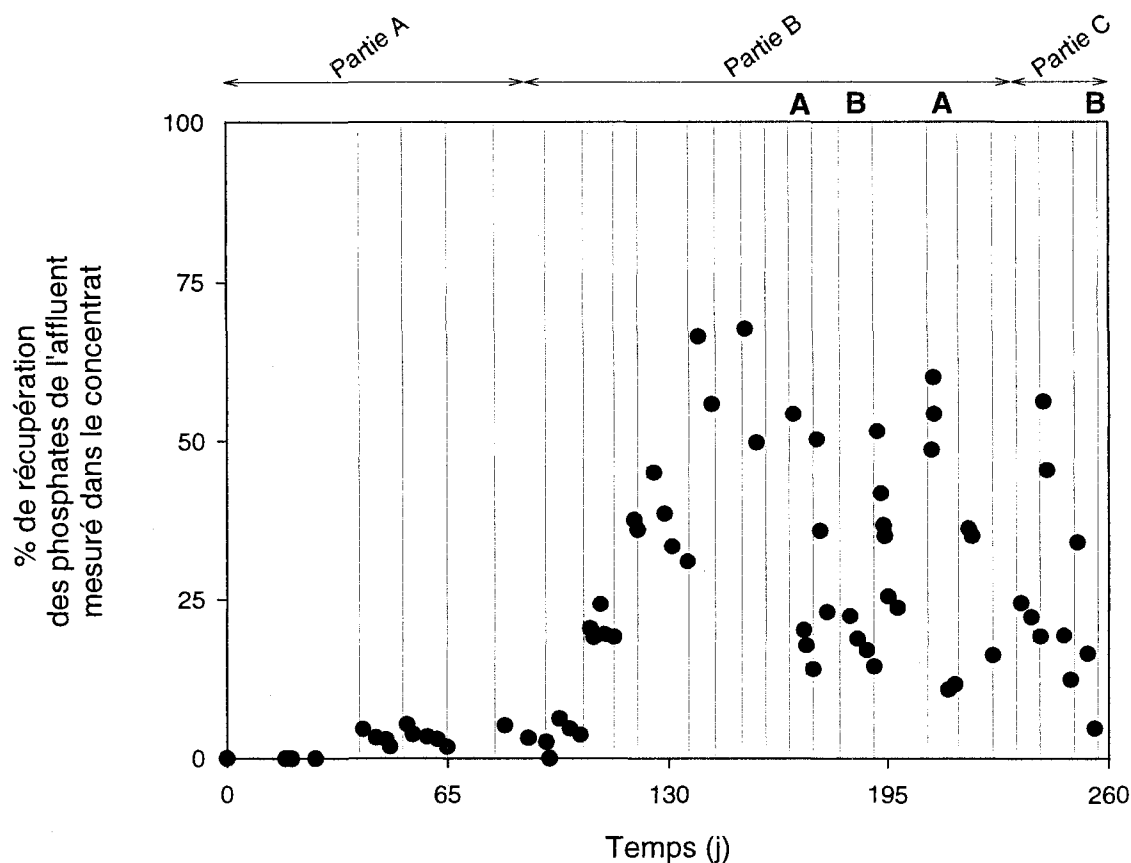


Figure 4-1: Récupération des o-PO_4 de l'affluent dans le concentrat du réacteur 1 au cours de l'expérimentation. Chaque trait vertical marque le début d'un concentrat. La lettre A désigne un nettoyage excessif des conduites et la lettre B un test de relargage.

L'accumulation du phosphore a été négligeable au cours des 90 premiers jours de l'essai (Partie A). Puis, suite à l'introduction de la biomasse provenant du LARSA au jour 90, la performance du procédé s'est nettement améliorée. Jusqu'à 68% du phosphore de l'affluent a été transféré dans le concentrat du réacteur 1 au cours de la Partie B de l'expérimentation. Cependant, l'accumulation du phosphore a varié grandement dans le temps au cours des Parties B et C de l'expérimentation.

Une diminution de l'accumulation de phosphore a été observée après le nettoyage de la conduite de recirculation aux 150^e et 215^e jours d'opération sur les deux réacteurs. Le nettoyage de cette conduite, en rétablissant le débit de la recirculation, a délogé une

bonne partie de la biomasse et du précipité accumulés sur les parois de la conduite. Ce changement soudain des conditions hydrauliques du réacteur a entraîné une perte importante de la biomasse sur les supports et une réduction des performances épuratoires. Par ailleurs, des tests de relargage, effectués au 164^e jour et au 210^e jour, ont entraîné une diminution des performances du procédé pendant plusieurs jours. Enfin, une diminution de la quantité de phosphates accumulés a été observée en fonction de l'âge d'un concentrat.

Le pourcentage des phosphates de l'affluent récupérés dans le bac de concentrat pour le réacteur 2 est présenté à la Figure 4-2.

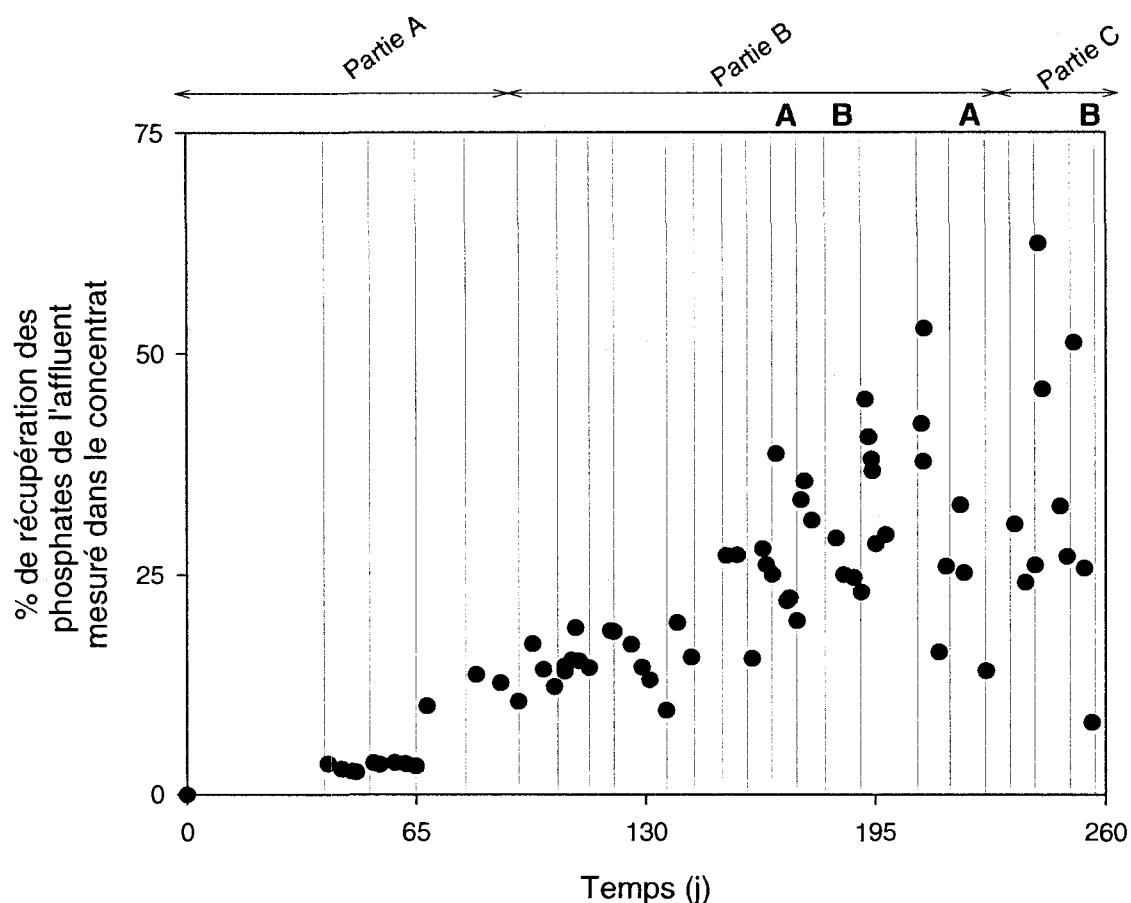


Figure 4-2 : Récupération des o-PO_4 de l'affluent dans le concentrat du réacteur 2. Chaque trait vertical marque le début d'un concentrat. La lettre A désigne un nettoyage excessif des conduites et la lettre B un test de relargage.

L'accumulation du phosphore dans le bac de concentrat a été soutenue dans les 130 premiers jours de l'expérimentation, mais elle s'est suivie d'une grande variabilité des performances suite à l'inoculation de biomasse provenant du LARSA au début de la Partie B de l'expérimentation. Encore ici, la variabilité peut s'expliquer par divers événements survenus au cours des essais. Alors qu'aucune perte de biomasse n'a été observée suite au nettoyage de la conduite de recirculation les performances ont diminué suite aux tests de relargage et en fonction de l'âge du concentrat.

La Figure 4-3 présente l'évolution des concentrations de différents ions dans le réservoir de stockage en fonction du nombre de cycles.

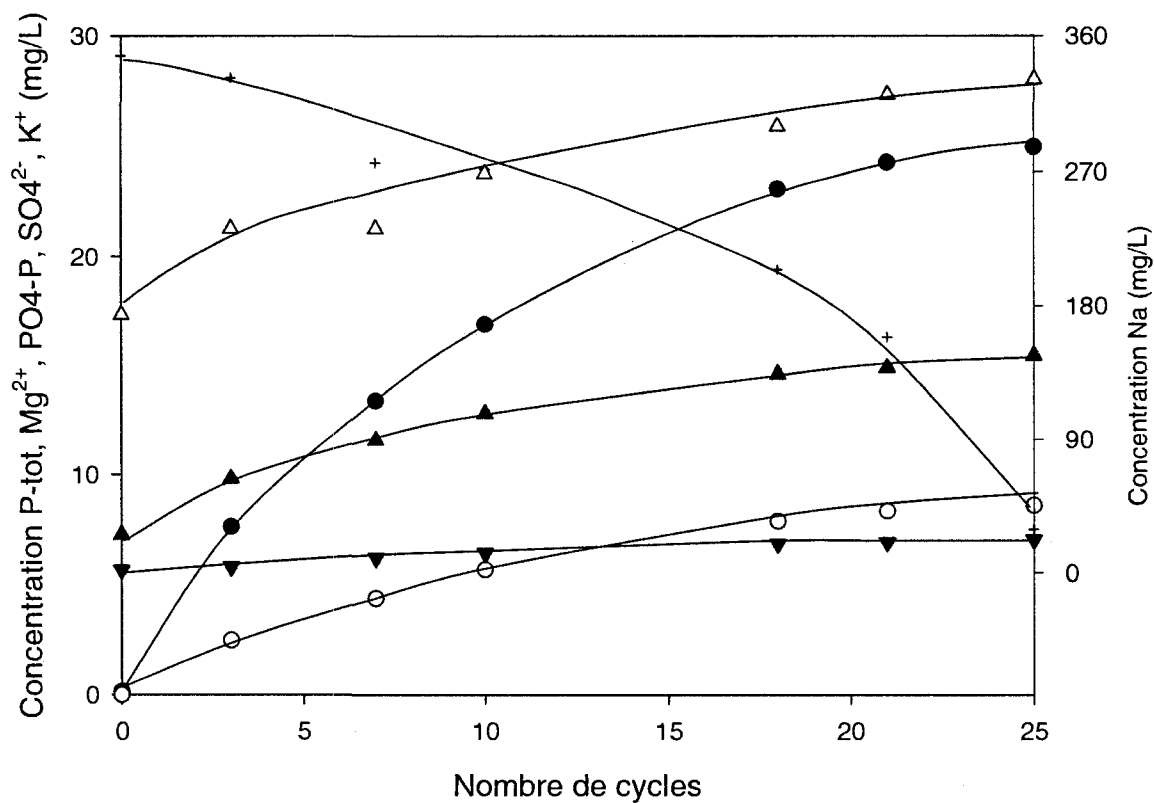


Figure 4-3 : Suivi des ions accumulés dans le concentrat en fonction du nombre de cycles dans le réacteur 1 du 216^e au 241^e jour d'opération (● P-tot, ▲ Mg²⁺, ○ PO₄-P, + SO₄²⁻, Δ Na⁺, ▼ K⁺).

Une accumulation de K⁺ et, dans une moindre mesure, une accumulation de Mg²⁺ ont été corrélées à l'accumulation du phosphore (Figure 4-4).

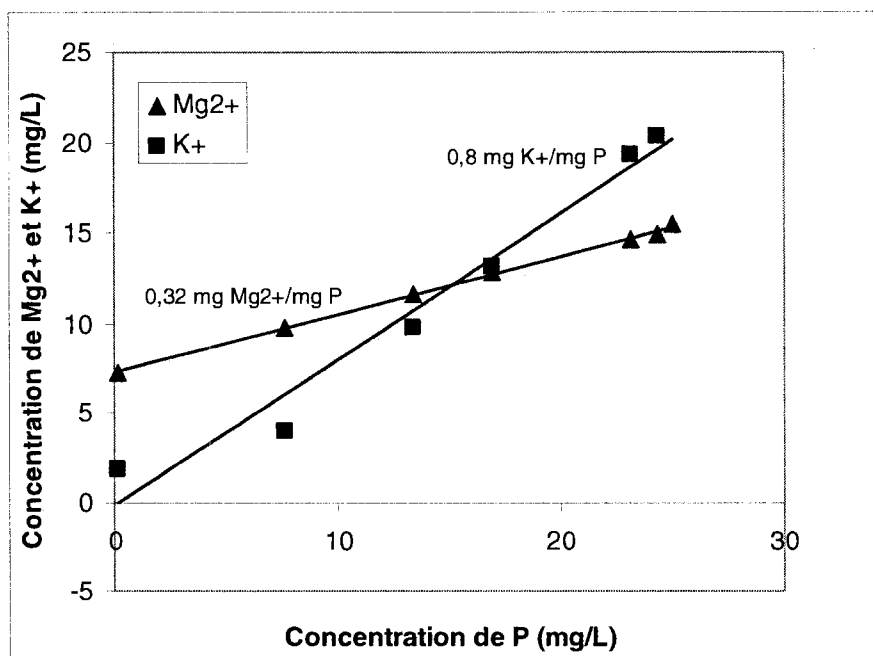


Figure 4-4: Corrélation entre l'accumulation de magnésium (coefficient de corrélation : 0.97), (coefficient de corrélation : 0.98) de potassium et l'accumulation de phosphore dans le concentrat

L'accumulation du phosphore a cependant diminué en fonction du nombre de cycles. La mesure des o-PO_4 est toutefois nettement inférieure à la mesure du P total, ce qui suggère une précipitation des phosphates dans le concentrat. La concentration en calcium est cependant restée relativement constante à 30 mg/L (résultats non montrés). De même, la concentration en acétate a été maintenue au-dessus de 250 mg COT/L. L'augmentation constante de la concentration en sodium est attribuable à l'ajout d'acétate de sodium et de propionate de sodium qui sont consommés à chaque cycle. Les sulfates ont sensiblement diminué avec le nombre de cycles. L'analyse d'un échantillon complètement mélangé mais non filtré a cependant révélé la présence de sulfates dans une concentration de 67.8 mg SO_4/L tandis que l'observation visuelle d'un concentrat âgé a révélé la présence d'une biomasse noirâtre dans le réacteur et au fond du bac de concentrat suggère la présence de bactéries sulfato-réductrices dans le système.

4.2 Suivi des MT et des MVT

Le suivi des MT et des MVT dans le réacteur 2 est présenté à la Figure 4-5.

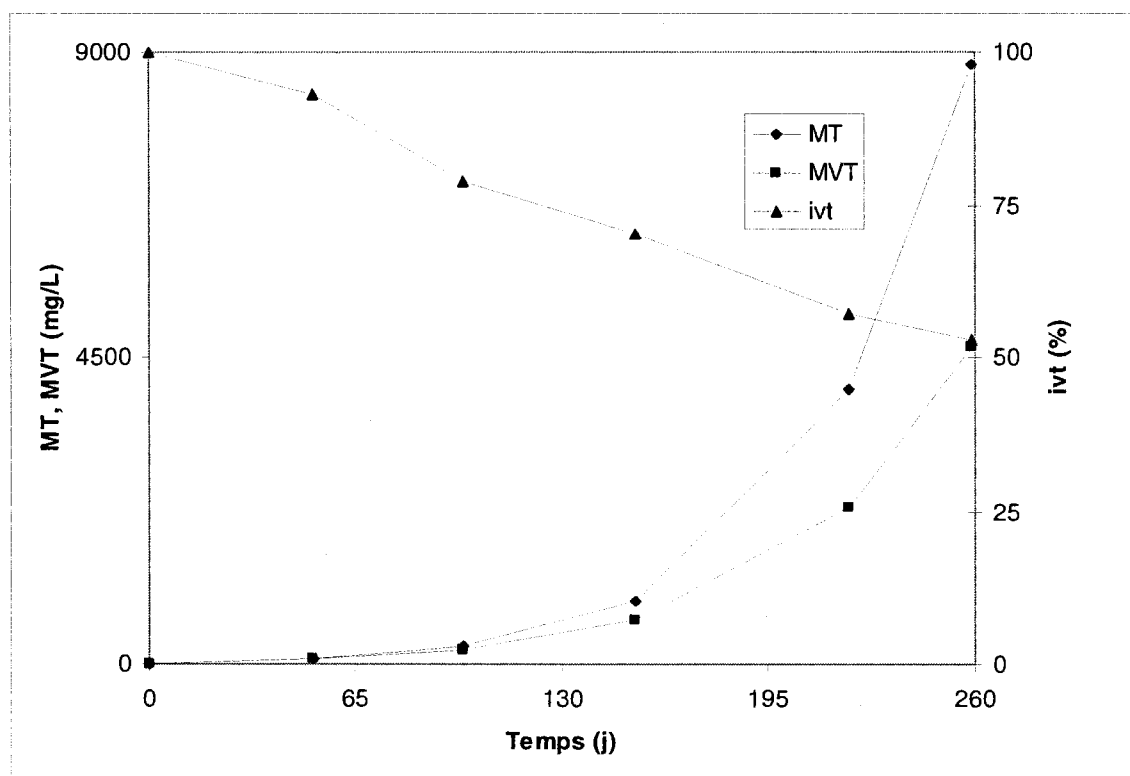


Figure 4-5 : Suivi des matières totales (MT), des matières volatiles totales (MVT) et de l'indice volatile total (ivt) dans le réacteur 2 au cours de l'expérimentation.

Les MT et les MVT semblent avoir évolué de façon exponentielle, particulièrement suite à une diminution nette de la recirculation au cours du dernier mois de l'expérimentation. Cette accumulation est particulièrement visible à la Par ailleurs, l'ivt a diminué de façon linéaire au cours de l'essai pour atteindre 53%.

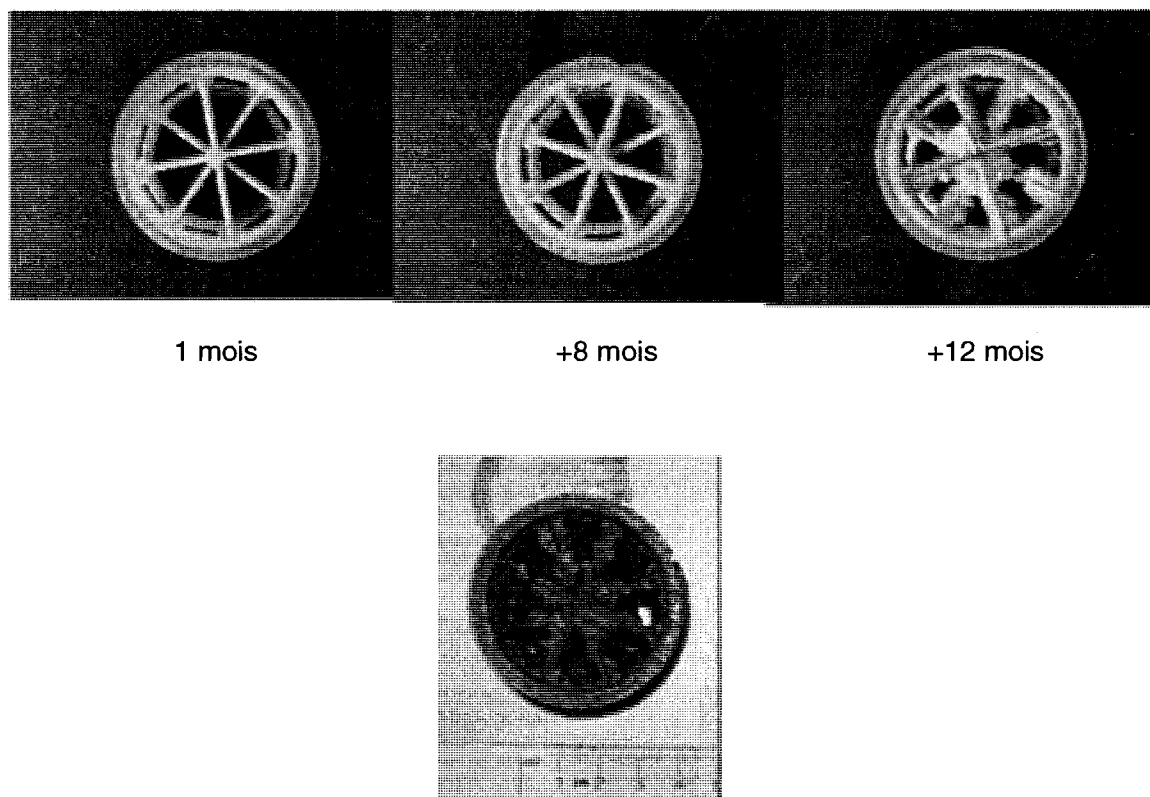


Figure 4-6: Accumulation des matières sur les supports dans le temps et épaisseur du biofilm

La Figure 4-6 présente des photos de supports d'âge différence. On note une augmentation de la quantité de matière accumulée en fonction de l'âge des supports. Sur un support de plus de 24 mois, l'utilisation d'une règle a permis d'estimer l'épaisseur du biofilm à 5 mm dans le creux des supports et à 3 mm sur les ailettes des supports. Toutefois, en se représentant le biofilm comme une matrice d'agrégats cellulaires, l'observation visuelle des supports a permis d'estimer la taille des agrégats cellulaires composant le biofilm à 1 mm.

4.3 Suivis de cycle

Les Figure 4-6 et 4-7 présentent un suivi de cycle réalisé au cours de la partie B de l'expérimentation, après 145 jours d'opération sur les réacteurs 1 et 2, soit 40 jours après l'introduction de la biomasse dans le réacteur 1. Ce cycle a duré 6 h, soit 4 h pour la

phase aérobie, 1h30 pour la phase anaérobie et 30 minutes pour le remplissage de la cuve.

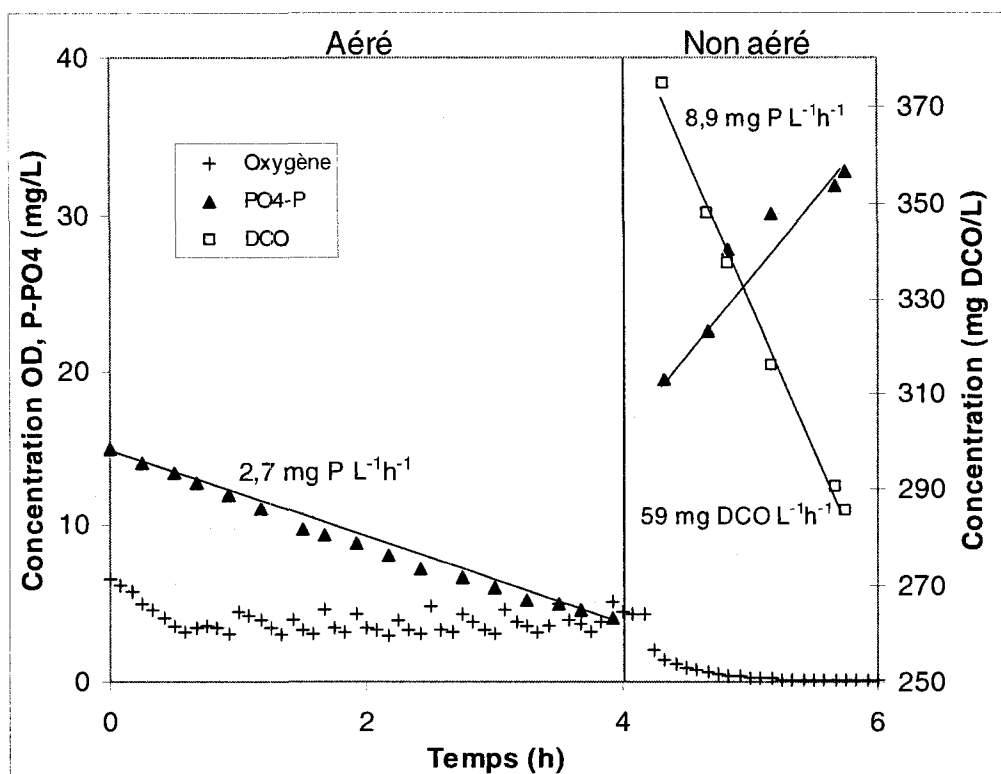


Figure 4-7: Suivi de cycle du réacteur 1 au cours de la partie B de l'expérimentation avec contrôle de l'aération entre 3 et 5 mg O₂/L (145^e jour).

Dans le réacteur 1, la concentration en ortho-phosphates de l'affluent est passée de 14.9 à 4.1 mg P/L durant la phase aérobie, soit un enlèvement de phosphore de 73% (Figure 4-7). La concentration en oxygène dissous (OD) est demeurée entre 3 et 5 mg/L tout au long de la phase. En phase anaérobie, la concentration en phosphore dans l'eau du concentrat a augmenté, passant de 19.4 à 32.8 mg P/L tandis que la DCO a diminué de 375 à 285 ppm. Il a ainsi été déterminé que le relargage anaérobie du phosphore était réalisé dans un ratio $P_{\text{relargué}}/DCO_{\text{consommé}}$ de 0.15 (mol-P/mol-C). Il s'agit du meilleur enlèvement du phosphore observé lors d'un suivi de cycle sur le réacteur 1 au cours de l'expérimentation.

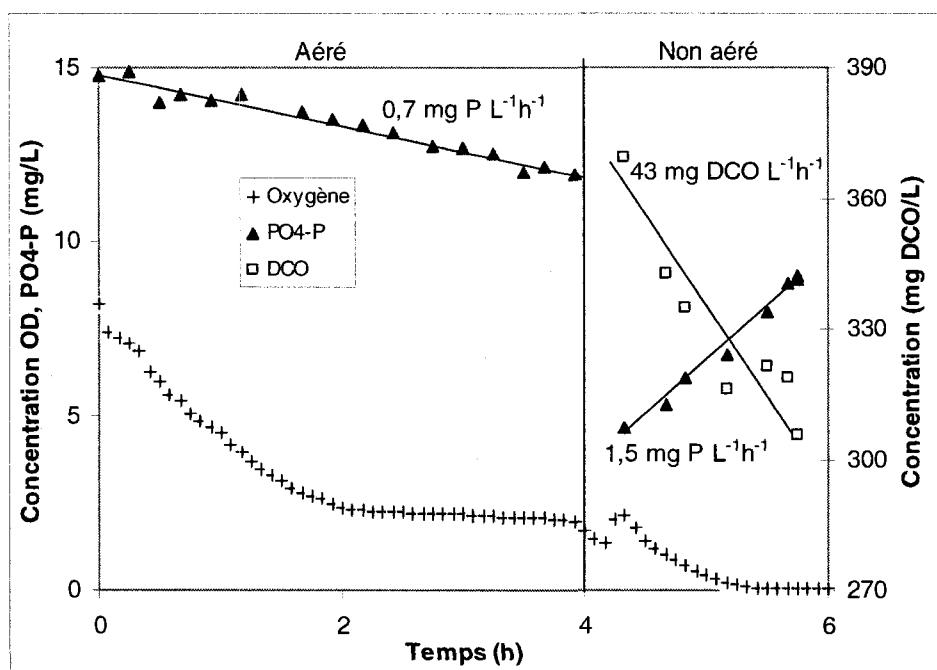


Figure 4-8 : Suivi de cycle du réacteur 2 au cours de la partie B de l'expérimentation (145^e jour).

Dans le réacteur 2, la concentration en ortho-phosphates de l'affluent à traiter est passée de 14.9 à 11.9 mg P/L, soit un enlèvement de phosphore de 20% (Figure 4-8). La concentration en oxygène a diminué pour demeurer au-dessus de 2 mg/L tout au long de la phase, ce qui était suffisant pour permettre une absorption stable de P. En phase anaérobie, la concentration en phosphore dans l'eau du concentrat a augmenté, passant de 4.7 à 9 mg P/L tandis que la DCO a diminué de 370 à 305 ppm. Il a ainsi été déterminé que le relargage anaérobie du phosphore était réalisé dans un ratio $P_{\text{relargué}}/DCO_{\text{consommé}}$ de 0.05 (mol-P/mol-C). Les performances mesurées sur ce réacteur ont toutefois augmenté par la suite.

La Figure 4-9 présente un suivi de cycle aérobie seulement, suite au prolongement de la durée de la période anaérobie, de 1.5 h à 2 h.

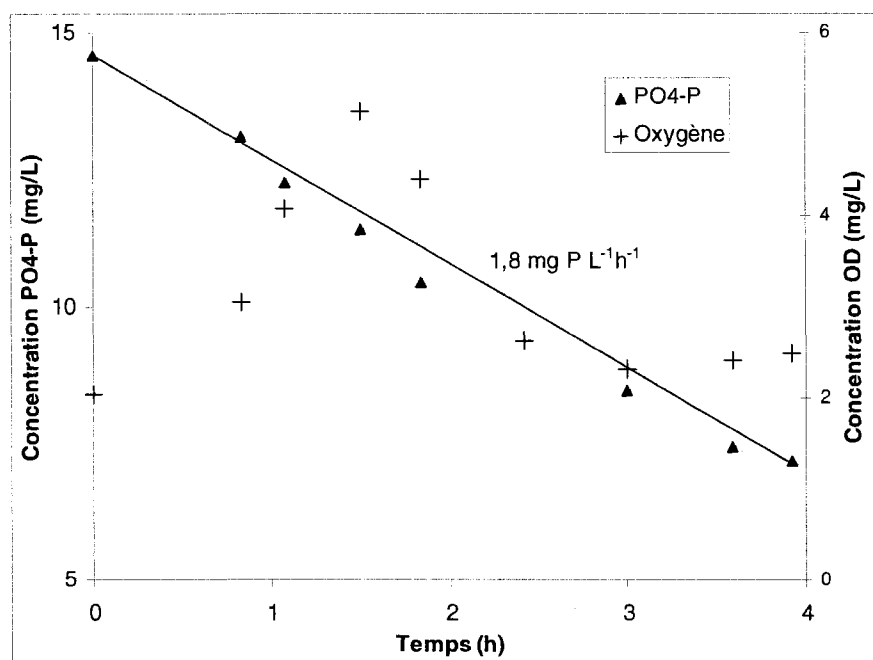


Figure 4-9 : Suivi de la phase aérobie sur le réacteur 2 au cours de la Partie C de l'expérimentation (237^e jour).

La concentration en phosphore est passée de 14.6 à 7.2 mg P/L, ce qui correspond à un enlèvement de 51%, le meilleur enlèvement observé sur le réacteur 2. La concentration en oxygène a d'abord augmenté compte tenu de l'aération, puis a été maintenue au dessus de 2 mg O₂/L.

La Figure 4-10 présente un suivi de la phase aérobie du réacteur 1 sans injection d'air.

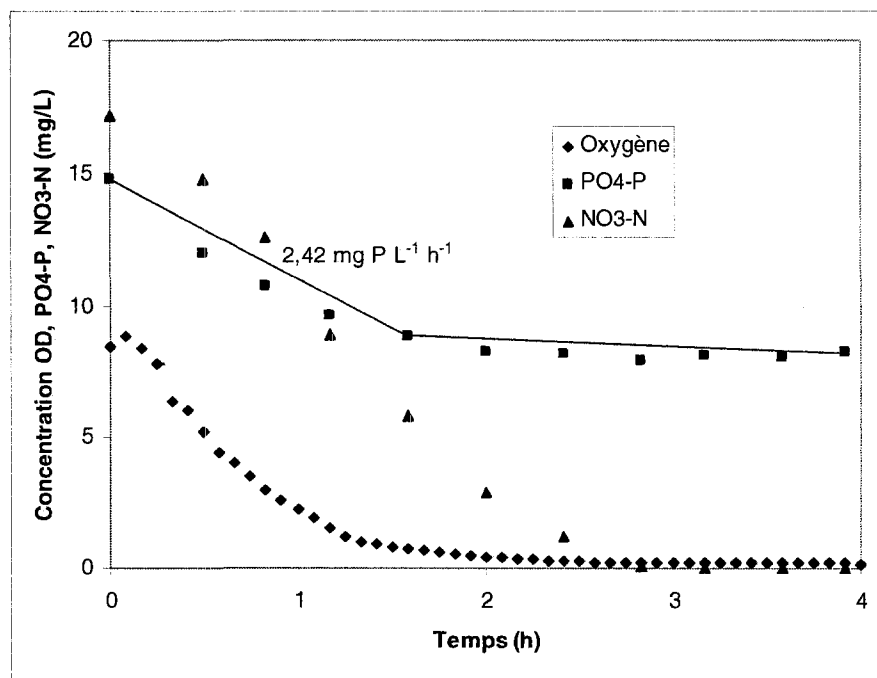


Figure 4-10 : Suivi de cycle aérobie du R1 sans injection d'air durant la partie C de l'expérimentation (256^e jour)

Un plateau apparaît sur le profil après environ 2 heures. La diminution de l'absorption du phosphore survient au même moment qu'une diminution significative de la teneur en oxygène. Un enlèvement complet des nitrates est réalisé après 3 heures, mais celui-ci n'est pas corrélé à l'enlèvement du phosphore (Figure 4-11).

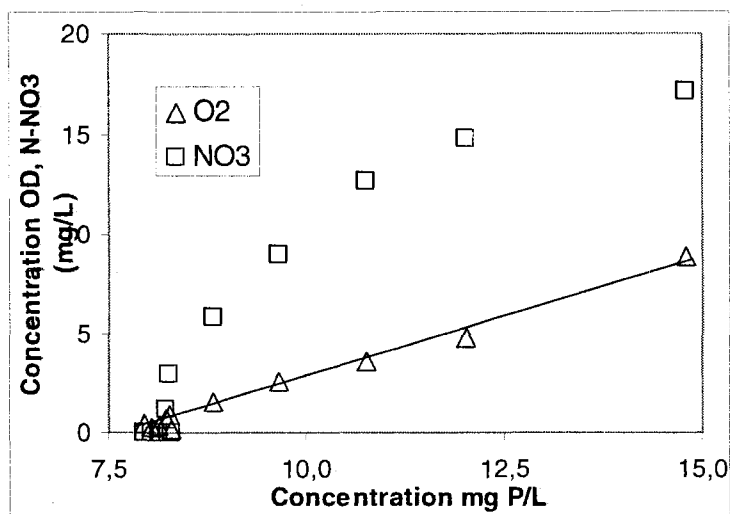


Figure 4-11: Corrélation entre la consommation d'oxygène (coefficient de corrélation: 0.99), des nitrates (Coefficient de corrélation: 0.94) et du phosphore (256^e jour)

La Figure 4-12 présente un suivi de la concentration en oxygène pour le réacteur 1 au cours d'un cycle aérobie sans aération. Ce graphique a permis d'estimer le coefficient de demi-saturation de l'oxygène pour ce procédé (K_s).

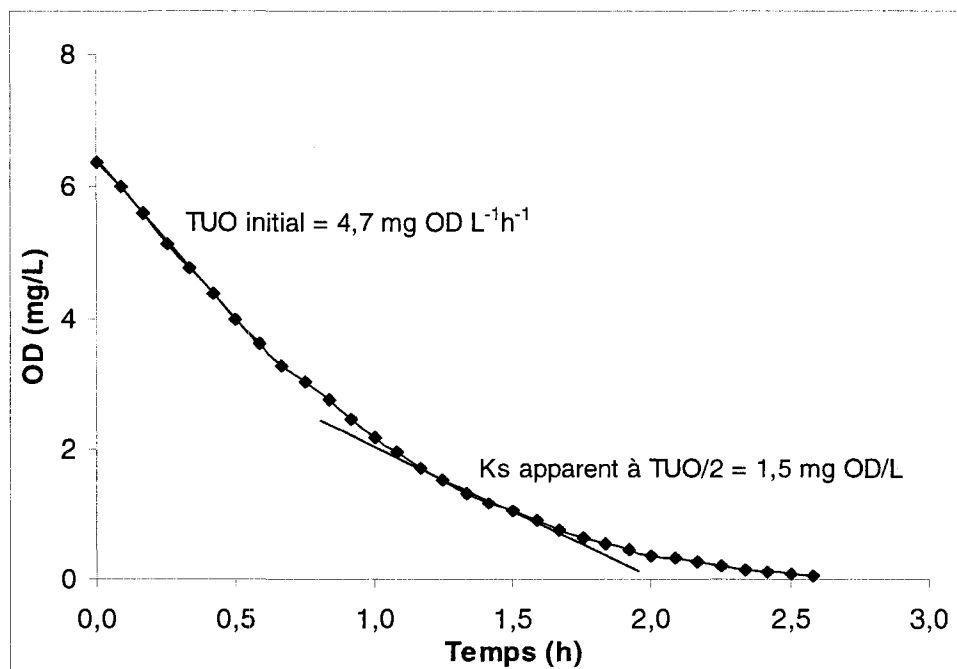


Figure 4-12 : Suivi de la concentration de l'oxygène en fonction du temps en phase aérobie sans aération durant un cycle de la partie C de l'expérimentation (206^e j).

La valeur du K_s apparent est estimée à 1.5 mg O_2/L . La valeur de ce coefficient est largement supérieure à celui observé généralement en boues activées (0.1 mg/L) (Metcalf and Eddy, 2003).

4.4 Composition des matières totales

Le Tableau 4.1 présente la teneur de différents composés dans les matières récoltées sur les supports des réacteurs 1 et 2 au 153^e jour d'expérimentation.

Tableau 4-1 : Composition des matières totales récoltées sur les supports des réacteurs le 153^e jour de l'expérimentation.

	Réacteur 1		Réacteur 2			
Paramètres	mg/g MT	% MT	mg/g MT	% MT	mg/g MVT	% MVT
P-tot	93,6	9,40%	78,8	7,90%	137,4	13,70%
NTK	36,4	3,60%	41,5	4,20%	72,4	7,20%
Fe	1,9	0,20%	3,4	0,30%	5,9	0,60%
Na ⁺	1,9	0,20%	1,2	0,10%	2,1	0,20%
Ca ²⁺	1,3	0,10%	1,9	0,20%	3,4	0,30%
Mg ²⁺	197,3	19,70%	132	13,20%	230,1	23,00%
K ⁺	4,8	0,50%	5,7	0,60%	10	1,00%

La teneur en phosphore est de 93.6 et de 137.4 mg P/g MT et celle en azote total Kjeldahl (NTK) de 36.4 et de 41.5 mg N/g MT dans les réacteurs 1 et 2 respectivement.

4.5 Tests en flacons

Les tests en flacons visaient à évaluer l'activité métabolique en condition anaérobie en fonction de la DCO et du pH.

La Figure 4-13 présente le phosphore relargué en fonction de la concentration initiale en DCO.

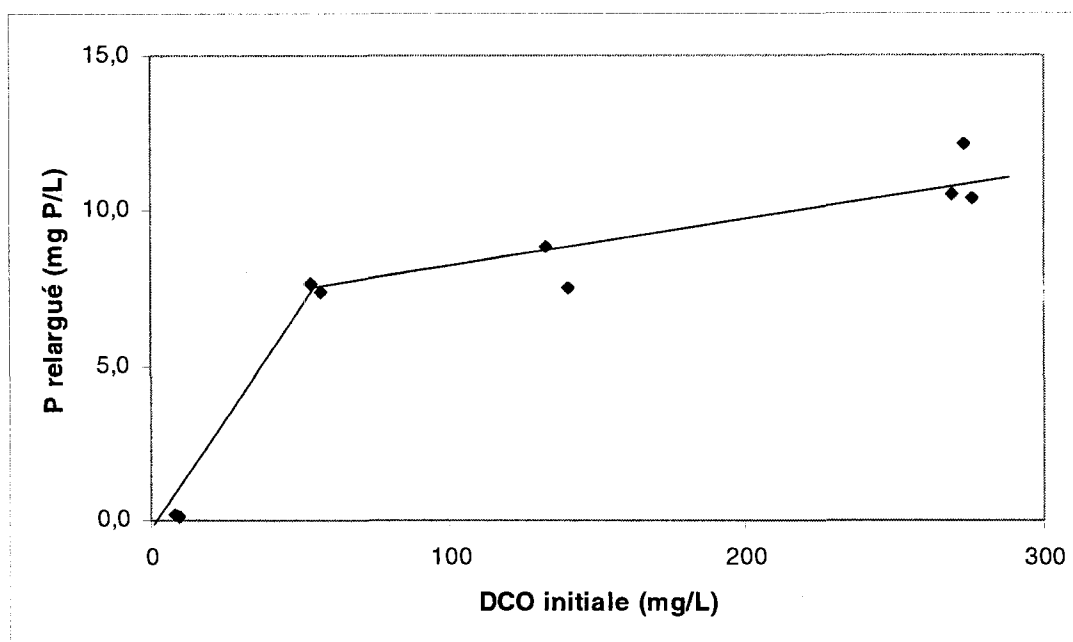


Figure 4-13 : Phosphore relargué en fonction de la concentration initiale en DCO.

Aucun relargage n'a été réalisé en absence de matière organique. Le relargage a atteint 7.5 mg/L à 50 mg DCO/L, 8.2 à 150 mg DCO/L et 10.0 à 275 mg DCO/L. Une augmentation de la concentration en acétate permet donc d'augmenter le relargage de phosphore en phase anaérobie et ce, au-delà des besoins métaboliques de la biomasse.

Le Tableau 4-2 présente les résultats de tests en flacons anaérobies dont le pH a été fixé au moyen d'un tampon.

Tableau 4-2 : Test en flacons anaérobies du relargage de P pour à des pH de départ de 6.0 et 9.0 (moyenne $\pm$ SD, n=3)

Paramètre	Flacons A	Flacons B
pH de départ	6,0	9,0
P relargué/L	9,78 $\pm$ 0,66	13,3 $\pm$ 1,6
C consommé/L	64,9 $\pm$ 11,5	40,9 $\pm$ 4,3
mol-P/mol-C	0,16 $\pm$ 0,04	0,34 $\pm$ 0,01

Le ratio P-mol/C-mol est plus élevé à un pH de 9 qu'à un pH de 6. D'autre part, pour un pH de 9, la quantité de phosphore relargué est plus élevée et la quantité d'acétate consommé est plus faible. Il en découle un rapport P relargué/C consommé (mol/mol) de 0.16 pour un pH de 6 et de 0.34 pour un pH de 9.

4.6 Tests de relargage

4.6.1 Premier test de relargage

La Figure 4-14 présente les résultats du premier test de relargage réalisé dans les deux réacteurs du pilote.

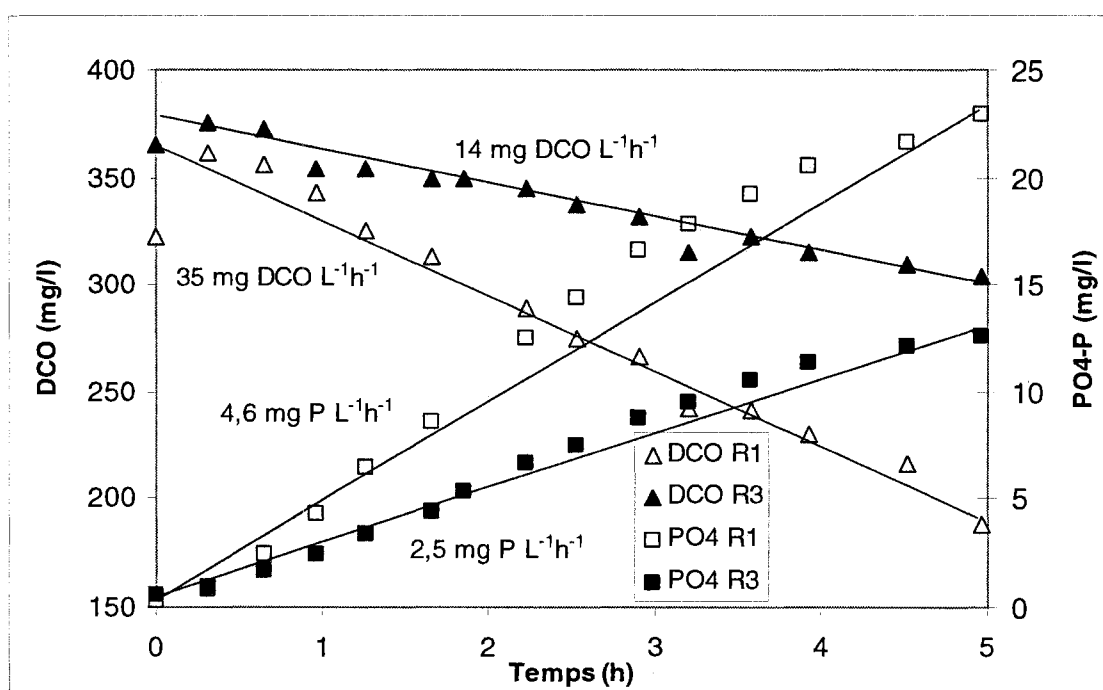


Figure 4-14 : DCO et PO4-P en fonction du temps dans les réacteurs 1 et 2 au cours de la partie B de l'expérimentation (166^e jour).

Le relargage du phosphore a été soutenu durant plus de 5 heures. Le réacteur 1 a présenté un relargage total de 22.6 mg P/L, soit 0.01 mg P/mg MT. Pour le réacteur 2, le relargage est de 12.6 mg P/L, soit 0.013 mg P/mg MT. Le relargage est plus élevé, et conséquemment la consommation de substrat est plus élevée dans le réacteur 1. D'autre

part, le Tableau 4-3 présente une comparaison des résultats du test pour les réacteurs 1 et 2. L'activité métabolique des 2 réacteurs se caractérise par un ratio $P_{\text{relargué}}/\text{DCO}_{\text{consommé}}$ (mol-P/ mol-C) du même ordre de grandeur, soit 0.17 et 0.20 respectivement.

Tableau 4-3 : Comparaison des résultats du premier test de relargage dans les réacteurs 1 et 2

Réacteur	MT (mg/L)	MVT (mg/L)	IVT %	Relargage (mg P/L)	Relargage (mg P/MT)	$P_{\text{relargué}}/\text{DCO}_{\text{consommé}}$ (mol-P/ mol-C)
1	~2500	~1.2	44.4	22.6	0.01	0.17
2	930	0.65	70	12.6	0.013	0.20

Ces résultats contrastent avec le faible relargage de phosphore observé pour une phase anaérobie de 1h30. Toutefois, le relargage a été faible au cours des 30 premières minutes du test, surtout dans le réacteur 1. Puis le relargage s'est intensifié jusqu'à 3 heures pour diminuer ensuite jusqu'à la fin du test. Après ce test de relargage, l'accumulation due au phosphore dans le bac de concentrat a été inférieure à 0.5 mg/L par cycle pendant plus de deux semaines dans les deux réacteurs.

4.6.2 Second test de relargage

Le deuxième test de relargage a été réalisé après avoir acclimaté la biomasse à une durée de phase anaérobie de 2 heures pendant 36 jours. Les résultats d'un suivi de cycle sur les deux réacteurs sont présentés aux Figure 4-15 : Test de relargage sur le réacteur 1 au cours de la partie C de l'expérimentation (257^e jour). Figure 4-16 : Test de relargage sur le réacteur 2 au cours de la Partie C de l'expérimentation (257^e jour).

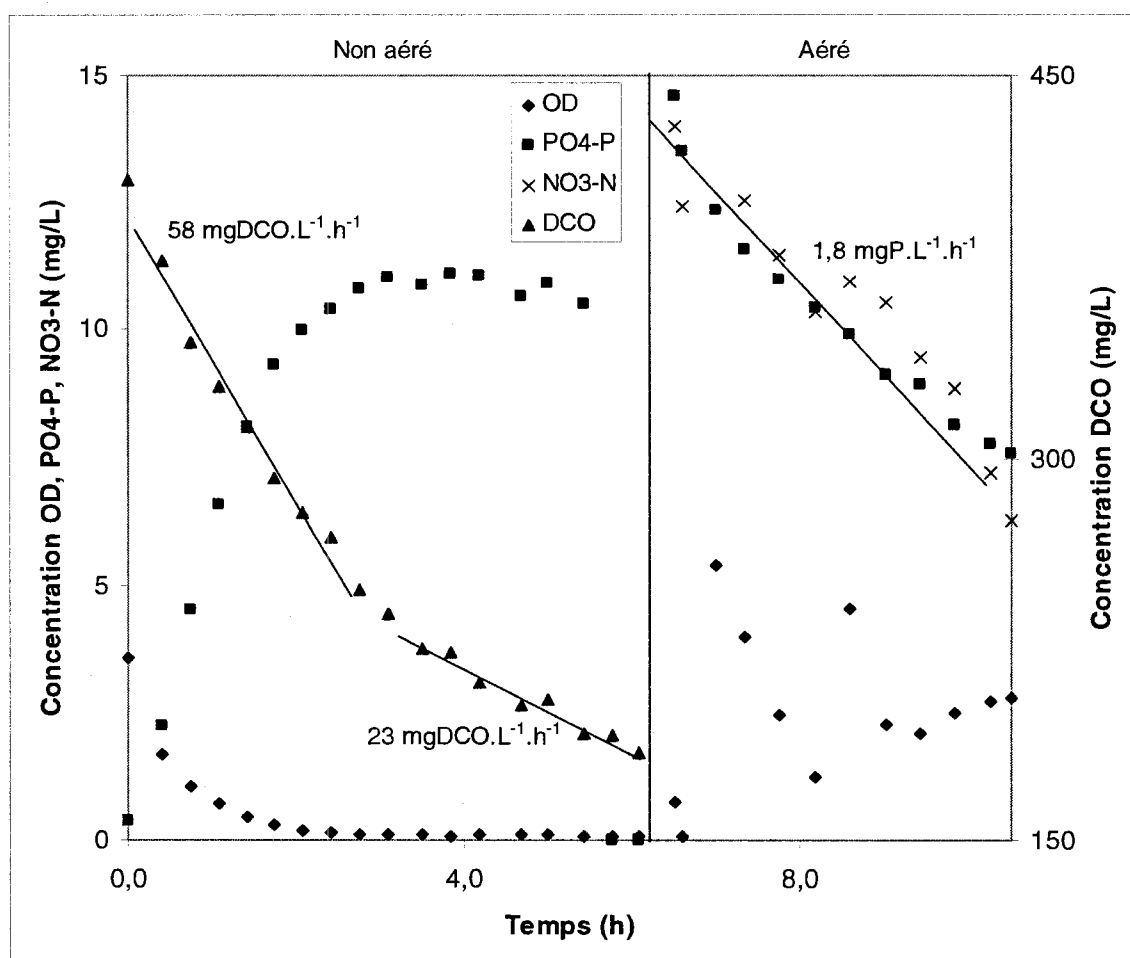


Figure 4-15 : Test de relargage sur le réacteur 1 au cours de la partie C de l'expérimentation (257^e jour).

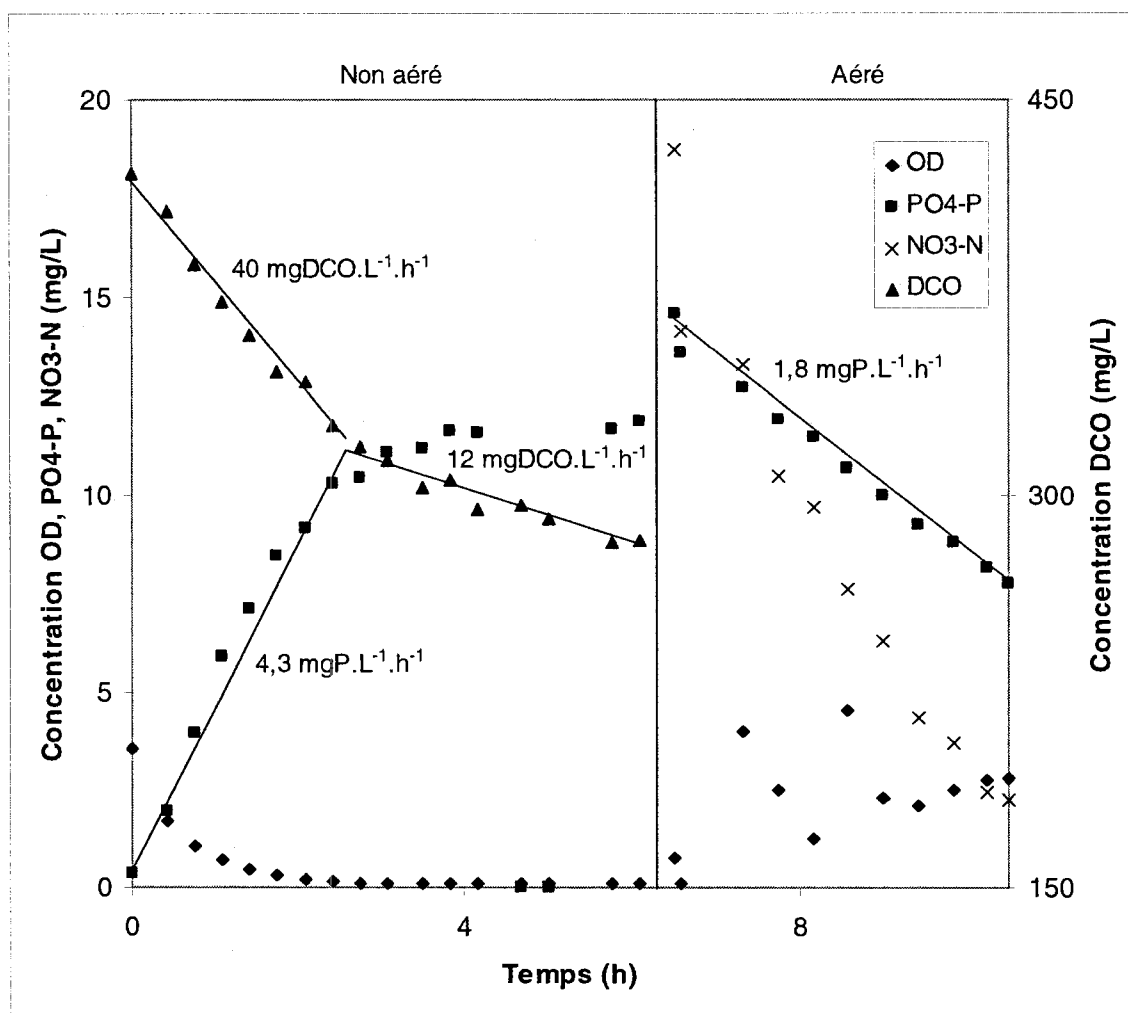


Figure 4-16 : Test de relargage sur le réacteur 2 au cours de la Partie C de l'expérimentation (257^e jour).

Dans les deux réacteurs, le relargage du phosphore s'est arrêté vers 3.5 heures et il fut suivi d'une diminution (mais non d'un arrêt) de la consommation de DCO. Le réacteur 1 (Figure 4-15) a présenté un relargage total de 11.1 mg P/L et une consommation de 162 mg DCO/L. Pour le réacteur 2 (Figure 4-16), le relargage a été de 11.6 mg P/L et la consommation de carbone de 120 mg DCO/L. L'activité métabolique des deux réacteurs se caractérise par un ratio $P_{\text{relargue}}/\text{DCO}_{\text{consommé}}$ (mol-P/mol-C) sensiblement du même ordre de grandeur, soit 0.07 et 0.1 pour les réacteurs 1 et 2 respectivement.

Pour le réacteur 1, le suivi de la phase aérobie suivant le test a montré que la biomasse était toujours active après une phase anaérobie de six heures compte tenu de l'enlèvement des nitrates et des phosphates. Néanmoins, le suivi du procédé au cours des jours suivant a montré que le relargage et l'accumulation des phosphates s'étaient momentanément arrêtés. Le transfert total des phosphates de l'affluent vers le concentrat a été de moins de 5% au cours de la semaine suivant l'essai.

4.7 Bilans de masse

Le bilan de masse a été mesuré sur une période de 30 cycles, entre les 70^e et 78^e jours de l'essai (Partie A de l'expérimentation) sur le réacteur 2 (Figure 4-17). Le réacteur présentait alors de très faibles rendements. Les accumulations de la biomasse et du phosphore ont été presque nulles dans le réacteur tandis que 14% du phosphore de l'affluent a été transféré au bac de concentrat. La DCO ajoutée à chaque cycle a été entièrement consommée.

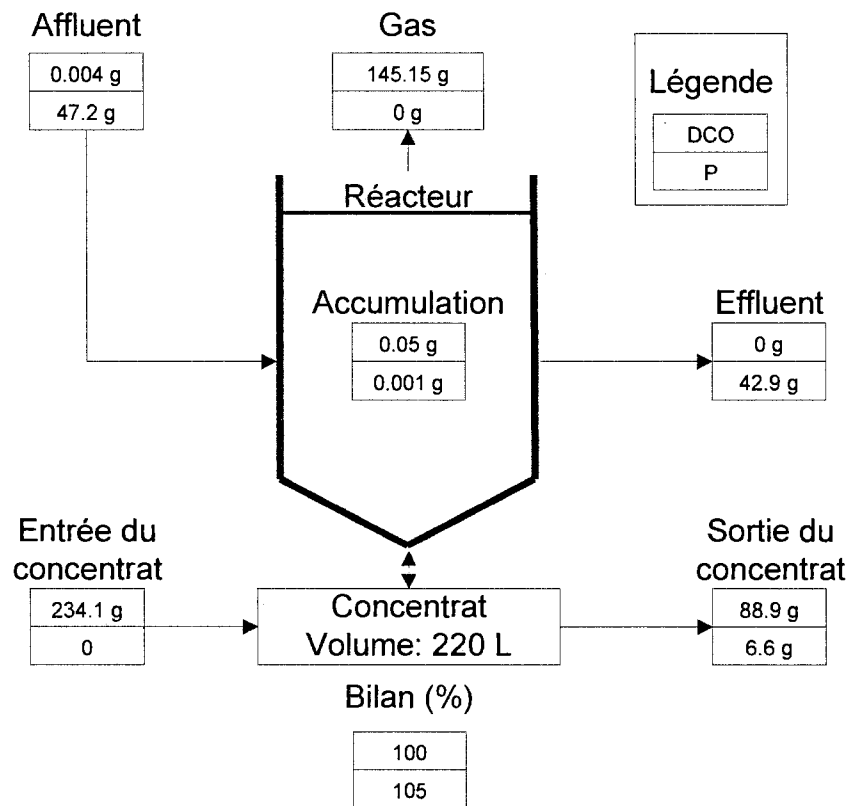


Figure 4-17 : Bilan de masse du phosphore et de la DCO sur le réacteur 1 au cours de la partie A de l'expérimentation.

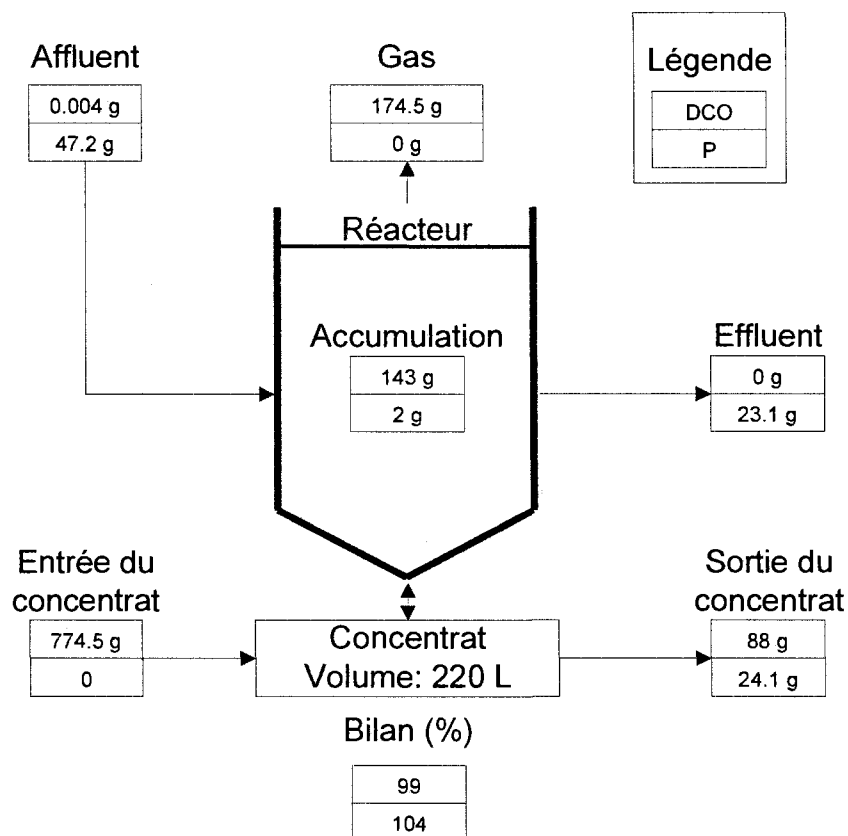


Figure 4-18 : Bilan de masse du phosphore et de la DCO suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie sur le réacteur 2.

La Figure 4-18 présente le bilan de masse moyen du phosphore et de la DCO pour une durée de 30 cycles, à raison de 3.9 cycle par jour, entre les 220^e et 228^e jours d'expérimentation pour le réacteur 2. L'affluent fournit une quantité négligeable de DCO et 47.2 g de phosphore. Via le métabolisme biologique, 24.1 g de ce phosphore a été transféré vers le bac de concentrat, soit 51%. Quelque 2 g de phosphore ont été accumulés à l'intérieur du réacteur, dans la biomasse et le précipité (supports et parois). La source de carbone a été fournie d'une part dans le bac de concentrat et d'autre part par l'injection d'une solution d'acétate/propionate à chaque cycle. Une partie de cet acétate a été assimilé par la biomasse (6 g) alors que la majeure partie a été minéralisée en gaz carbonique (174,5). Enfin, comme la DCO était maintenue constante dans le concentrat, 88 g de DCO ont été rejetés lors de la vidange d'un concentrat.

Cependant, alors que l'accumulation du phosphore dans le bac de concentrat a grandement variée dans le temps (Figures Figure 4-1 et Figure 4-2), les bilans de masse présentent une grande justesse. En fait, les bilans de masse représentent un calcul plutôt qu'un bilan de masse réel compte tenu d'une valeur difficilement mesurable : la quantité de phosphore précipité sur les supports et dans les conduites du réacteur.

Sur le bilan de masse présenté à la Figure 4-18, en réalité, entre 25% et 75% du phosphore a pu être récupéré dans un cycle au cours d'un âge de concentrat, alors que l'enlèvement de phosphore en phase aérobie est resté stable à environ 50% au cours des 30 cycles. La quantité de phosphore récupérée dans le concentrat est donc de 50% +/- 25%. Il n'a pas été possible de déterminer avec précision la quantité de phosphore précipité sur les supports et dans les conduites du réacteur au cours d'un âge de concentrat. Toutefois, en considérant la quantité totale de phosphore précipité sur les supports depuis le début de l'expérimentation (Tableau 4-1) et l'augmentation des matières inertes (Figure 4-5) la quantité de phosphore précipité en 30 cycles a été estimée. Cette quantité peut toutefois varier au cours d'un âge de concentrat. Ainsi, sur un concentrat neuf, la quantité de phosphore précipité est minimale. Sur un concentrat âgé, l'augmentation de la teneur en phosphore et en magnésium favorise la précipitation. Par ailleurs, la quantité présentée dans le bilan de masse (Figure 4-18) est une estimation moyenne réalisée sur l'ensemble de l'expérimentation. Dans la mesure où la précipitation est d'origine biologique, l'augmentation de l'activité biologique augmenterait la précipitation. C'est pourquoi on note une augmentation de l'accumulation de matière inerte sur les supports (Figure 4-5) alors qu'on observe une augmentation de l'activité biologique (Figures Figure 4-1 et Figure 4-2). Ainsi, la quantité de phosphore précipité telle que présentée dans le bilan de masse a pu être plus élevée alors que les performances du réacteur étaient meilleures. Cela expliquerait par le fait même la différence entre la quantité de phosphore enlevée et la quantité de phosphore accumulé dans un concentrat âgé.

En résumé, les bilans de masse présentent une bonne estimation du rendement du réacteur, particulièrement en ce qui a trait à l'enlèvement du phosphore. Toutefois la répartition du phosphore précipité et accumulé dans le bac de concentrat présente une incertitude beaucoup plus élevée.

La marge d'erreur du bilan de masse présenté à la Figure A est plutôt faible compte tenu de la faible accumulation de phosphore sur les billes. En revanche, le bilan de masse présenté à la Figure B a une marge d'erreur particulièrement élevée. En ce qui a trait à l'accumulation de phosphore dans le concentrat, cette marge d'erreur est de 50%. Mais la quantité de phosphore accumulé dans le réacteur peut être nulle lorsque le concentrat est neuf et peut être beaucoup plus élevée dans un concentrat âgé.

CHAPITRE 5 : DISCUSSION DES PERFORMANCES

5.1 Performances épuratoires avec oxygène, propionate/acétate, cobalt et extrait de levure (Partie A de l'expérimentation)

La première partie de l'expérimentation visait à tester l'effet du cobalt, de l'extrait de levure dans l'affluent synthétique selon la recette de Smolders et al. (1994a) et de l'aération en phase aérobie, et de tester l'effet du propionate sur le développement d'OAP en biofilm. Après 105 jours d'essai, l'enlèvement net du phosphore était de 13% sur le réacteur 2 et le réacteur 1 ne présentait toujours pas d'enlèvement. (Résultats non montrés) Cela est comparable aux résultats de Vallet (2007) qui a mesuré un enlèvement de 20% et 23% dans les réacteurs 1 et 2 après plus de 150 jours d'essai. Toutefois, cela contraste avec les résultats de Restrepo et al. (2008) qui a obtenu un enlèvement de 75% du phosphore avec le même procédé. Toutefois, les observations de Restrepo et al. (2008) ont été réalisées sur un biofilm mature.

Il faut noter que, tel qu'observé par Vallet (2007), la croissance des OAP en biofilm est très lente. En 103 jours d'essais, la quantité de biomasse est d'ailleurs restée très faible (200 mg MT/L) et les performances observées sur cette période sont du même ordre de grandeur que celles de Vallet (2007). Les résultats montrent donc qu'une source combinée de propionate et d'acétate en phase anaérobie, de même que l'ajout de cobalt, d'extrait de levure et d'aération en phase aérobie n'ont pas permis d'améliorer significativement les performances du système. Il faudrait cependant tester l'alternance de l'acétate et du propionate à court et à long terme sur le procédé.

5.2 Performances épuratoires après inoculation de la biomasse du LARSA (Partie B)

Suite à l'introduction de 20 L de supports cultivés, soit 50% des supports du réacteur 1, et à l'inoculation du réacteur 2 par 1 L de support, soit 2,5 % des supports du réacteur), les performances se sont nettement améliorées. Dans le réacteur 1, en un peu plus d'un mois, un enlèvement de 78% du phosphore a été obtenu (Figure 4-6), alors que seulement 50% de la biomasse du LARSA (qui présentait un enlèvement de 75%) a été introduite dans le réacteur 1. L'observation visuelle des supports a par ailleurs montré une colonisation de tous les supports, ce qui suggère un établissement des supports neufs par la biomasse déphosphatante au cours de cette période.

Dans le réacteur 2, les performances épuratoires se sont sensiblement améliorées, mais après plus de temps que dans le réacteur 1, passant de 13% à 28% d'enlèvement du phosphore, 50 jours après le début de la Partie B de l'expérimentation, tel que présenté à la Figure 4-7. Ces résultats sont légèrement supérieurs à ceux obtenus par Vallet (2007) qui a obtenu un enlèvement de 20% du phosphore. Il semble donc que l'inoculation de la biomasse du LARSA a grandement favorisé le développement d'un biofilm déphosphatant.

L'aération peut avoir joué un rôle favorable à l'établissement de la biomasse déphosphatante. Cependant, malgré un nettoyage fréquent, le colmatage des diffuseurs a entraîné une baisse de l'efficacité de l'aération. Ainsi, en général, la concentration en oxygène n'a pas été supérieure à la valeur mesurée du coefficient de demi-saturation pour l'oxygène (Figure 4-12).

La qualité de l'aération peut avoir été insuffisante pour le procédé. Un enlèvement des nitrates a été obtenu dans ce réacteur alors que la concentration en oxygène était de 5 mg O₂/L. (Figure 4-10). Par ailleurs, la dénitrification soutenue suite à l'arrêt de

l'enlèvement des phosphates suggère que l'enlèvement des nitrates n'est pas associé à l'activité des PAO. Aussi, la valeur du coefficient de demi-saturation pour l'oxygène, supérieure à celui de 0.1mg/L observé en boues activées (Metcalf and Eddy, 2003), révèle que les limitations de la diffusion de l'oxygène étaient importantes.

Le maintien d'une concentration de carbone en excès en phase anaérobie semble avoir favorisé l'activité biologique des OAP, tel qu'observé par Restrepo et al. (2008). C'est ce qui a été observé au cours du test en flacon dont les résultats ont été présentés à la Figure 4-13. Une augmentation de la concentration en DCO de 50 ppm à plus de 250 ppm a permis d'augmenter légèrement le relargage de phosphore. Cela expliquerait les performances supérieures à celles obtenues par Vallet (2007), une augmentation de la concentration en DCO aurait favorisé la diffusion du substrat dans le biofilm. Cela révèle encore ici que les phénomènes de diffusion étaient limitant pour le procédé. Toutefois, les taux de relargage du phosphore observés sont néanmoins nettement inférieurs à ceux présentés dans la littérature pour les boues activées (Tableau 5-1).

Tableau 5-1: Taux de relargage du phosphore en phase anaérobie

Taux de relargage du phosphore (mg P-PO ₄ L ⁻¹ h ⁻¹)	Référence
130	Oehmen et al., 2005
92	Smolders et al., 1994
4.6	Meilleure performance de la présente étude

Toutefois, un relargage de phosphore soutenu durant plus de 5 heures a été observé, tel que présenté à la Figure 4-14. Cela indique que contrairement aux résultats présentés dans la littérature pour les boues activées, la totalité des polyphosphates n'est pas relarguée au cours d'une phase anaérobie de 1.5h. La durée des phases peut donc être un facteur déterminant pour ce procédé. Dans la mesure où la biomasse déphosphatante s'avérerait plus abondante, les taux de relargage seraient d'autant plus élevés, mais la durée du relargage serait la même.

5.3 Diffusion en biofilm et déphosphatation biologique

L'étude de la diffusion en biofilm permet de mieux identifier les limites de la déphosphatation biologique en mode concentrat. La différence majeure entre les procédés en biofilm et les procédés en suspension est l'influence du transfert de masse (diffusion, convection) sur les taux d'activité (Bryers, 1989). Alors qu'en boues activées, la dynamique des populations microbiennes est un aspect central dans l'évaluation des performances épuratoires d'une station, en biofilm, les processus de transferts de masse en lien avec les caractéristiques physiques du biofilm sont les aspects dominants (Morgenroth et al., 2004).

En boues activées, les boues sont recirculées de la zone aérobie à la zone anaérobie. Une partie des boues chargées en phosphore par une population d'OAP est alors soutirée. Les boues aérobies sont alors chargées en phosphore par une population d'OAP. Pour que le procédé soit efficace et qu'on obtienne un enlèvement net de phosphore, le taux de croissance de la biomasse doit être élevé.

En RSLM avec bac de concentrat, la biomasse n'était pas recirculée, et le soutirage de la biomasse par auto-nettoyage ne s'est pas révélé significatif au cours d'un cycle. Alors que les taux de croissance étaient faibles, l'enlèvement de phosphore était entièrement réalisé par l'activité biologique, le phosphore étant un sous-produit métabolique remis en solution dans l'eau du concentrat par les OAP. Pour que le procédé soit efficace, les taux d'activité des OAP devaient être élevés, mais pas nécessairement les taux de croissance des OAP.

En biofilm, le substrat à l'interface biofilm-eau est transporté au travers de la matrice extracellulaire et consommée par les microorganismes fixés (Gantzer et al., 1989). Ainsi, le transfert de masse et les réactions biologiques sont mis en cause, le mécanisme le plus lent étant le facteur limitant le taux de consommation du substrat et l'activité biologique

qui en découle. En boues activées, les taux d'activité sont principalement limités par la disponibilité du carbone et d'un receveur d'électrons et par la quantité de biomasse active tandis qu'en biofilm, les taux d'activité sont plus souvent limités par les phénomènes de diffusion (Melo, 2005).

Il existe une relation entre les transferts de masse et les caractéristiques physiques du biofilm (Melo, 2005). Ainsi, la diffusivité serait dépendante de la densité du biofilm. Néanmoins, certains biofilms de même densité peuvent présenter une diffusivité interne variable en fonction de la tortuosité de la matrice de polymères formant le biofilm. La tortuosité décrit le parcours que doit suivre une molécule pour atteindre une certaine profondeur dans le biofilm. Ainsi, en présence d'une grande tortuosité, la molécule aura plus de chance d'être consommée avant d'atteindre la profondeur souhaitée, et il en découlera alors une diffusivité moindre.

Il a été démontré que la structure des biofilms est influencée par la charge organique, les conditions hydrodynamiques, le type de microorganismes présents dans un système et leur activité métabolique (van Loosdrecht et al., 1995). Selon cet auteur, la croissance d'un biofilm est le résultat du transfert de la masse organique et du taux de croissance microbienne tandis que le détachement du biofilm, suite aux forces de cisaillement, est dû aux conditions hydrodynamiques du système. En régime permanent, la croissance doit être en équilibre avec le détachement causé par les forces de cisaillement de telle sorte qu'un biofilm de densité et d'épaisseur stables sera formé. Cependant, selon Lewandowski (2007), considérant les processus de détachement et d'accumulation du biofilm, la structure du biofilm n'atteindrait jamais cet équilibre, l'accumulation de biomasse aurait plutôt lieu sur un mode oscillatoire. Les conditions hydrodynamiques des réacteurs ont un impact important sur la densité du biofilm. En réponse au détachement de la biomasse, la densité du biofilm peut augmenter. Il en découle aussi que les couches profondes du biofilm, plus tolérantes au détachement, peuvent avoir une densité plus élevée (van Loosdrecht et al., 1995).

Les transferts de masse à l'intérieur du biofilm sont associés à la diffusion moléculaire, la turbulence et l'advection. La présence de pores et de canaux au sein du biofilm a aussi été rapportée (Melo, 2005). Ces canaux favoriseraient le transport des nutriments, des produits métaboliques et des autres éléments essentiels par turbulence et advection, réduisant ainsi les contraintes de diffusion. Toutefois, la structure du biofilm étant hétérogène, la turbulence et l'advection seraient les principaux mécanismes de transport dans les larges canaux du biofilm où l'eau circule librement tandis que la diffusion moléculaire serait le principal mécanisme dans les plus petits pores de la matrice extracellulaire et dans les amas cellulaires (Stewart, 2003).

Les réactions biologiques à l'intérieur du biofilm consommant une partie du substrat, les mécanismes de transferts de masse au sein de biofilm en association avec la cinétique des réactions biologiques peuvent générer un gradient de concentration du substrat. Dans le cas où des molécules transportées étaient consommées, un gradient de concentration pourrait être observé si le coefficient de diffusion est moins élevé que le taux de consommation (Flemming et al, 2001). Dans le cas où les concentrations observées en profondeur du biofilm limitent l'activité biologique, il y aura un gradient d'activité biologique en fonction de la profondeur. De même, ce gradient de concentration influence les populations microbiennes à un point donné du biofilm (Characklis, 1990). C'est ainsi qu'il n'est pas rare d'observer des bactéries anaérobies en profondeur d'un biofilm composé de bactéries aérobies en surface. L'oxygène présent en des concentrations suffisantes à la surface du biofilm est consommé par les bactéries aérobies de telle sorte qu'il n'y a plus d'oxygène en profondeur.

On a aussi noté une plus grande proportion de biomasse inerte dans les couches profondes d'un biofilm (Laspidou et al., 2004). Cela peut avoir un impact considérable sur l'évaluation des performances épuratoires puisque dans un biofilm mature, une

bonne fraction des matières volatiles mesurées en biofilm ne serait pas active dans l'activité métabolique associée à la dégradation du substrat.

Différentes méthodes existent pour évaluer les processus de diffusion en biofilm. Stewart (2003) a proposé différentes équations pour estimer la vitesse de diffusion et la profondeur de pénétration d'un soluté dans un biofilm. Le temps requis à un soluté pour atteindre, à la base d'un biofilm plat, 90% de la concentration ambiante est donné par :

$$t_{90} = 1,03 \bullet \frac{L^2}{D_e} \quad \text{Équation 1}$$

où L est l'épaisseur du biofilm et D_e est le coefficient effectif de diffusion moléculaire.

La profondeur de pénétration d'un soluté réactif dans un biofilm est donné par :

$$a = \sqrt{\frac{2D_e S_p}{k_o}} \quad \text{Équation 2}$$

où a est la profondeur de pénétration, S_p est la concentration du soluté à la surface du biofilm et k_o est le taux de réaction volumétrique du soluté dans le biofilm.

Ces deux équations ne considèrent pas la consommation des solutés dans le biofilm. En considérant la consommation, tant la vitesse que la profondeur de pénétration seraient moins élevées que les estimations données par ces équations. Celles-ci permettent donc d'estimer la durée minimale et la profondeur maximale de pénétration dans le biofilm.

Le Tableau 5-2 présente les coefficients de diffusion moléculaire de différents composés.

Tableau 5-2 : Coefficients de diffusion moléculaire de différents composés dans l'eau (Tiré de Stewart, 2003)

Paramètres	Coefficient de diffusion moléculaire dans l'eau (D_{aq}) $10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$
Oxygène	20
Acide acétique	12,1
Acide propionique	10,6
H_2PO_4^-	8,8
HPO_4^{2-}	7,6

Selon Stewart (2003), le coefficient effectif de diffusion moléculaire (CEDM ou D_e) est moins élevé que le coefficient de diffusion moléculaire dans l'eau (D_{aq}) compte tenu de la présence des cellules microbiennes, des polysaccharides extracellulaires (PEC), des particules et des bulles dans le biofilm. À partir d'une série d'études publiées, l'auteur a ainsi pu estimer que le CEDM de composés carboné comme l'acétate et le propionate était entre 10% et 50% du coefficient observé dans l'eau alors que celui de composés plus simples comme l'oxygène et les nitrates était entre 60% et 90% du coefficient de diffusion moléculaire dans l'eau.

Étant donné que le biofilm a une structure hétérogène et l'importance de la turbulence et de l'advection dans les transferts de masse au sein du biofilm, il est nécessaire de déterminer la profondeur de pénétration des solutés par diffusion moléculaire dans le biofilm pour utiliser ces équations. Cela est réalisé en considérant l'épaisseur du biofilm et des agrégats cellulaires où s'opère la diffusion moléculaire. Selon Andreottola et al. (2002) l'épaisseur du biofilm peut atteindre 5 mm en lit mobiles. L'épaisseur du biofilm a effectivement été estimée à 5 mm dans le creux des supports mais atteignait généralement 3 mm sur les ailettes des supports tandis que la taille des agrégats cellulaires composant le biofilm a été estimée à 1 mm (Chapitre 4.4).

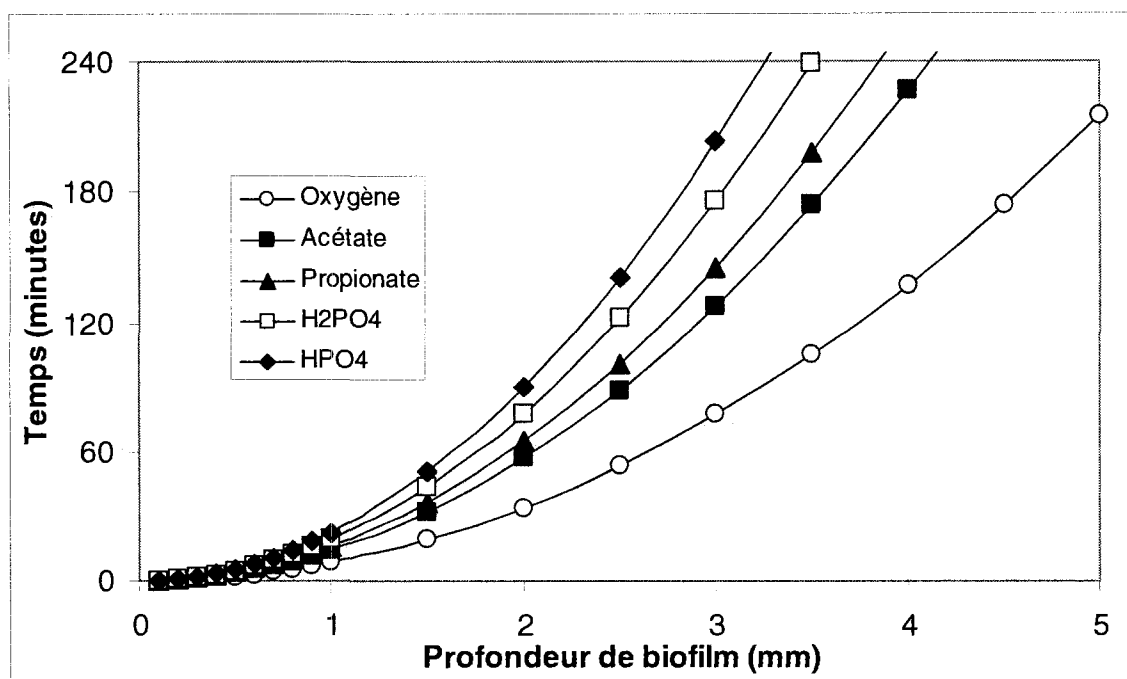


Figure 5-1 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur ($De/Daq = 1$).

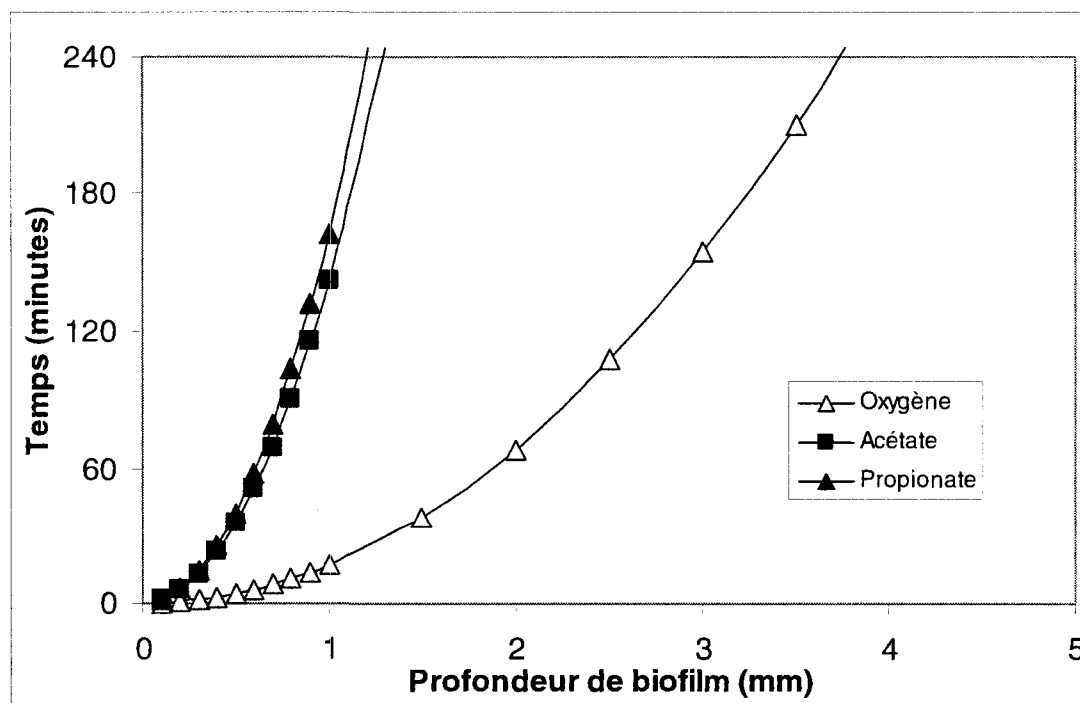


Figure 5-2 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur (De/Daq minimum: Oxygène = 0.5, Acétate/Propionate = 0.1).

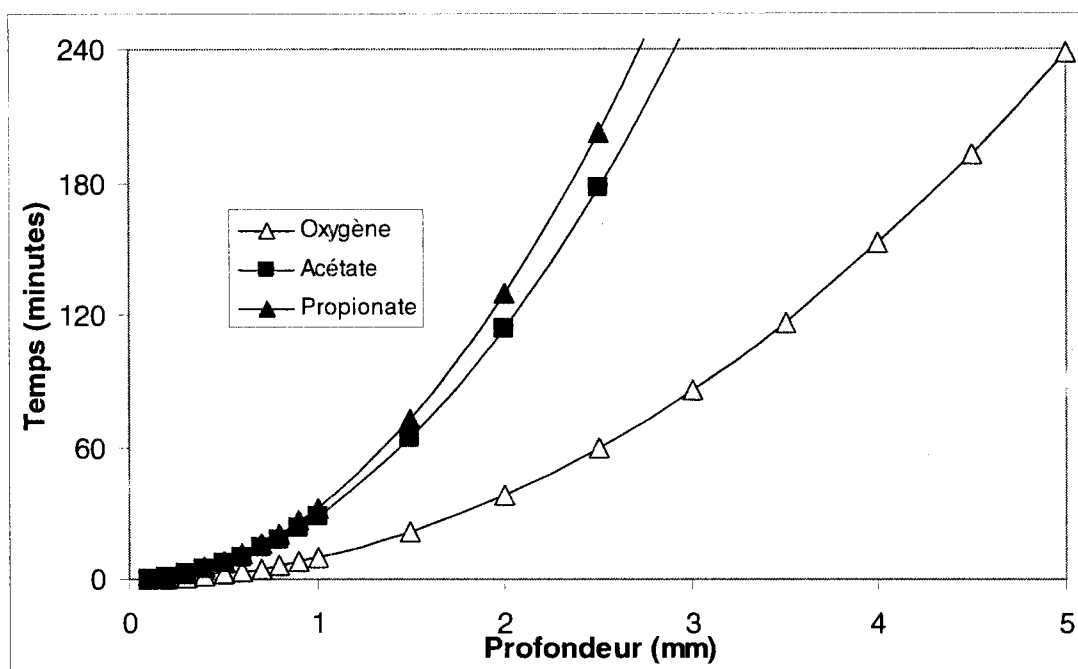


Figure 5-3 : Temps requis à un soluté pour atteindre à la base du biofilm, 90% de la concentration du fluide extérieur ($D_e/D_aq = \text{maximum}$: Oxygène = 0.9, Acétate/Propionate = 0.5).

À l'aide de l'équation 1, il a été possible de calculer le t_{90} en utilisant différents rapports D_e/D_aq pour une diffusion moléculaire s'opérant sur 5mm. La Figure 5-1 présente le t_{90} en utilisant des coefficients de diffusion moléculaire dans l'eau. La Figure 5-2 présente le t_{90} en utilisant les ratios minimums trouvés dans la littérature (0.1 pour l'acétate et le propionate et 0.5 pour l'oxygène). La Figure 5-3 présente le t_{90} en utilisant les ratios minimums trouvés dans la littérature (0.6 pour l'acétate et le propionate, et 0.9 pour l'oxygène).

Selon les estimations présentées aux Figures Figure 5-1, Figure 5-2 et Figure 5-3, l'oxygène pénètre en moins de 30 minutes les 2 premiers mm en surface du biofilm, mais mettrait au moins 4 heures pour pénétrer jusqu'à 5 mm. Cela suggère que des conditions anoxies peuvent être rencontrées en profondeur du biofilm où peut se produire une dénitrification. Pour l'acide acétique et propionique, il faut mettre au moins 60 minutes pour pénétrer 2 mm de biofilm.

Pour calculer la profondeur de pénétration des composés carbonés et de l'oxygène, les taux de réaction volumétrique de ces composés dans le biofilm ont été estimés. Pour ce faire, les taux de consommation sont divisés par le volume total de biomasse présente dans le réacteur. En phase anaérobie, 5.8 g de DCO ont été consommés en 90 minutes dans 4.8 litres de biomasse, ce qui donne un taux de réaction volumétrique de $0.22 \text{ mg L}^{-1} \text{ s}^{-1}$.

À l'aide de l'Équation 2, en utilisant un rapport De/Daq moyen de 0.5, à une concentration de 300 ppm DCO, l'acétate pourra pénétrer jusqu'à 12 mm dans un biofilm avant d'être épuisé. À une concentration de 50 ppm DCO, la profondeur de pénétration sera de 5 mm. En ce qui a trait à l'oxygène, en utilisant un rapport De/Daq de 0.9, le taux de réaction volumétrique en phase aérobie est estimé à $0.064 \text{ mg L}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Ainsi, la profondeur de pénétration de l'oxygène sera de 6.7 mm dans une eau saturée en oxygène et de 3.3 mm dans une eau dont la concentration en oxygène dissous est de 2 mg O_2/L .

Selon ces estimations, les composés carbonés peuvent donc diffuser dans le biofilm sans qu'un gradient de concentration limitant l'activité biologique ne soit observé en profondeur, tant et aussi longtemps que la concentration en DCO est au-dessus de 100 mg/L pour un biofilm de moins de 5 mm d'épaisseur. Pour la concentration d'oxygène rencontré dans le réacteur en phase aérobie, la profondeur de pénétration de l'oxygène serait limitante pour le procédé.

Par ailleurs, alors que l'oxygène pénètre rapidement dans le biofilm, l'acétate prend plusieurs dizaines de minutes, voir des heures à atteindre les couches profondes du biofilm. En considérant que la durée de la phase aérobie est de 4 heures et celle de la phase anaérobie de 1.5 heure, il est possible de croire qu'il y ait un déséquilibre entre l'accumulation de phosphore en phase aérobie et l'accumulation de PHA en phase

anaérobie. Tel qu'observé au cours des tests de relargage, contrairement à l'absorption de phosphore en phase aérobie qui atteint toujours un plateau, l'absorption de composés carbonés associés à la synthèse de PHA peut se poursuivre durant plusieurs heures en phase anaérobie, et ce, de façon presque linéaire ce qui suggère que le substrat n'est pas limitant dans la réaction mais plutôt la biomasse. Aussi, sur chaque suivi de cycle, les taux d'activité mettent en général près de 30 minutes à atteindre leur valeur maximale. En phase anaérobie, cela représente le tiers de la durée totale de la phase. Cette observation est d'ailleurs en accord avec les estimations selon lesquelles l'acétate prendrait plus de 30 minutes à pénétrer complètement dans le biofilm.

Par ailleurs, lors d'un suivi de la phase aérobie sans aération, une diminution de l'absorption de phosphore survient après environ 2 heures, au même moment qu'une diminution significative de la teneur en oxygène, ce qui pourrait expliquer l'arrêt de l'accumulation de phosphore (Figure 4-10). Par ailleurs, un enlèvement complet des nitrates est réalisé au cours de la phase aérobie, mais celui-ci ne semble pas être corrélé à l'enlèvement du phosphore, ce qui suggère que l'enlèvement des nitrates n'est pas associé à une biomasse d'OAP.

Il a été démontré que l'enlèvement du phosphore en phase aérobie est toujours déterminé par l'accumulation de PHA et le relargage du phosphore en phase anaérobie (Chiou et al., 2001). Selon cet auteur, il convient donc d'augmenter l'accumulation de PHA pour favoriser l'enlèvement du phosphore.

En considérant que la diffusion du substrat est le facteur limitant l'accumulation de PHA, celle-ci peut être améliorée soit en augmentant la concentration du substrat, soit en augmentant la durée de la phase anaérobie. Puisque la concentration du substrat est en excès et qu'elle ne limite pas le relargage de phosphore (Figure 4-13) il est nécessaire d'augmenter la durée de la phase anaérobie pour permettre un meilleur enlèvement du phosphore durant la phase aérobie.

5.4 Suivi du procédé suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie (Partie C de l'expérimentation)

Une nette augmentation de l'activité biologique dans les réacteurs a été observée suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie de 1.5 h à 3 h. De même, une augmentation exponentielle des MT et des MVT et une diminution de l'ivt ont été observées alors que le rendement des deux réacteurs augmentait. Les meilleures performances du réacteur 2 ont alors été observées avec un enlèvement de 51%, tel que présenté à la Figure 4-9. Le réacteur 1 a présenté une augmentation légèrement supérieure de son efficacité mais n'a jamais pu atteindre les valeurs observées suite à l'introduction de la biomasse du LARSA au cours de la Partie B de l'expérimentation.

L'augmentation de la durée de la phase anaérobie aurait permis au substrat de pénétrer plus profondément dans le biofilm, activant par le fait même des OAP en dormance qui auraient pu relarguer le phosphore absorbé et synthétiser des PHA pour absorber le phosphore en phase aérobie. Cela se traduit par une nette augmentation de la quantité de biomasse dans le réacteur 2, au cours de la Partie C de l'expérimentation.

Tout indique donc que l'augmentation de la durée de la phase anaérobie a permis d'augmenter l'activité biologique des OAP. Cependant, le réacteur n'a pas pu atteindre de régime permanent puisque la croissance du biofilm est restée soutenue. La diminution du ratio DCO_{cons}/P_{rel} montre aussi que l'activité relative des OAP dans le biofilm peut avoir diminué au profit d'OAG. Par ailleurs, la croissance d'un biofilm de couleur noir a été observé dans les 2 réacteurs, sans doute dû à la présence de bactéries sulfato-réductrice souvent rencontrées en conditions anaérobies.

CHAPITRE 6 : DISCUSSION GÉNÉRALE DES LIMITES DU PROCÉDÉ

Le procédé de déphosphatation biologique par mode concentrat présente de sévères limitations. La fluidisation, les processus de diffusion, l'âge du concentrat, la précipitation du phosphore et le développement de la matrice de polysaccharides extracellulaire sont tous des paramètres à prendre en considération pour améliorer les performances du procédé. Le Tableau 6-1 présente les principaux problèmes rencontrés au cours de l'expérimentation de la déphosphatation biologique par RSLM en mode concentrat. Ceux-ci seront abordés plus en détails dans ce chapitre.

Tableau 6-1: Résumé des limites du RSLM en mode concentrat

Problèmes rencontrés	Explications	Solution proposée
Fluidisation	Accumulation de matières dans la conduite de recirculation	Système de fluidisation à pale
Précipitation	Augmentation de la densité des supports et formation d'un précipité amorphe de phosphore	Rétro-nettoyage des supports
Diffusion de l'oxygène	Aération inefficace en phase aérobie	Injection d'oxygène pur
Faible taux de relargage	La totalité des polyphosphates ne sont pas relargués possiblement compte tenu des limitations de la diffusion de l'acétate	Maintenir un biofilm mince
Âge du concentrat	Accumulation d'ions en solution et diminution de l'activité des OAP	Changement régulier du concentrat

6.1 Fluidisation

L'utilisation d'un bac de concentrat permet d'éviter les contraintes associées à la présence de nitrates et permet l'enlèvement du phosphore sans enlèvement de biomasse.

Néanmoins, le contrôle de la croissance et du détachement du biofilm reste nécessaire pour maintenir un biofilm mince puisque un biofilm épais peut limiter la pleine pénétration du substrat et des accepteurs d'électrons sur toute la profondeur du biofilm.

L'épaisseur du biofilm peut avoir un impact significatif sur les transferts de masse, faisant alors varier les conditions au sein du biofilm, indépendamment des conditions de la phase liquide, ce qui s'avère particulièrement important pour la déphosphatation biologique (Morgenroth et al., 1999). De plus, au fur et à mesure que la croissance du biofilm et l'accumulation du précipité a lieu, la densité des supports change, gênant ainsi leur fluidisation.

Afin de permettre une distribution uniforme des conditions à l'intérieur du biofilm et de contrôler l'épaisseur du biofilm, l'utilisation de lits mobiles s'avère un choix judicieux, ceux-ci ayant pour avantage d'être autonettoyants (Dupla et al., 2006).

Cependant, au cours de l'expérience, la variation du débit de la recirculation et de la fluidisation a eu un impact considérable sur l'auto-nettoyage des lits mobiles. Suite au développement d'un biofilm dans les conduites, le débit de la conduite de recirculation a diminué. S'en sont suivis une croissance excessive de la biomasse et un changement de densité des supports qui ont cessé de flotter. Puis, suite à un nettoyage de la conduite et au rétablissement de la fluidisation, la totalité du biofilm a été arraché de certaines supports, les performances du système ont alors fortement diminué.

Il a par ailleurs été démontré que la structure du biofilm n'atteint jamais de régime permanent (Lewandowski, 2007). Le détachement du biofilm ne peut être en équilibre avec la croissance de la biomasse, ces deux processus sont plutôt distincts dans le temps. Toutefois, les réacteurs opérés en biofilm peuvent atteindre un régime permanent pour l'enlèvement de substrat. C'est d'ailleurs ce qui a été observé dans les réacteurs. L'accumulation de la biomasse dans le bac de concentrat a été associée au phénomène

de desquamation du biofilm des supports, ce qui se manifestait par une accumulation ponctuelle de biomasse. Aussi, il faut noter que même un jet très puissant d'eau n'a pas permis de déloger le précipité de la base du biofilm, ce qui a pu considérablement modifier la surface spécifique et la densité des supports.

Il a toutefois été possible d'atteindre un régime semi-permanent, alors que les propriétés physico-chimiques du bac de concentrat variaient dans le temps. Bien que l'activité biologique, les réactions physico-chimiques et les performances aient pu varier au cours d'un âge de concentrat, elles étaient semblables d'un concentrat à l'autre.

6.2 Âge du concentrat

Une variation considérable des performances épuratoires a été observée en fonction de l'âge du concentrat. Cela est particulièrement visible à la Figure 4-3, où la concentration de phosphore dans le concentrat plafonne. La concentration maximale de phosphore atteinte dans le concentrat a varié d'un essai à un autre. Ainsi, alors que la concentration maximale atteinte lors de l'essai présenté à la Figure 4-3 était de 25 mg/L, la concentration maximale mesurée dans un bac de concentrat au cours de l'essai a été de 128 mg/L. Restrepo et al. (2008) a par ailleurs atteint une concentration de 210 mg/L en 28 jours. Il semblerait donc que la concentration maximale atteinte dans un bac de concentrat soit fonction de paramètres qui n'ont pu être identifiés. Cependant, les résultats suggèrent que la concentration des ions en solutions soit responsable de la baisse des performances du procédé. L'augmentation de la concentration des ions en solution gêne aussi l'atteinte du régime permanent puisque les conditions de la phase anaérobie changent au fur et à mesure que les ions s'accumulent.

Tel que présenté à la Figure 4-3, dans un concentrat neuf, la concentration des ions est relativement faible alors que le relargage de phosphore est élevé. En revanche, dans un concentrat âgé, le relargage de phosphore est beaucoup plus faible. D'autre part, Barat et

al. (2006) a démontré que l'augmentation de la concentration en calcium pouvait faire diminuer les performances épuratoires d'un procédé de déphosphatation biologique.

6.3 Précipitation en biofilm

Le Tableau 4-1 présente la composition des matières totales récoltées sur les supports. Des mesures de phosphore total ont montré que la biomasse contenait 78.8 mg de phosphore/g MT, soit 7.9%. La teneur élevée en phosphore (7,9%) de la matière récoltée sur les supports contraste avec celle observé dans la biomasse qui contient généralement 2% de phosphore. Par contre, elle est représentative de la teneur en phosphore des OAP qui peut atteindre jusqu'à 30% (Metcalf & Eddy, 2003). Cependant, l'observation visuelle de la biomasse a permis de noter la présence d'un précipité blanc dans les profondeurs du biofilm, tant sur les supports que sur les parois du réacteur.

La précipitation du phosphore dans le domaine du traitement des eaux est répandue (Metcalf & Eddy, 2003). Le phosphore précipite naturellement en présence des cations Ca, Fe, Al, Mg ou Zn (Arvin, 1983). La précipitation chimique du phosphore est même pratiquée à pleine échelle dans les stations d'épuration (Metcalf & Eddy, 2003). Aussi, la précipitation induite par l'activité biologique est régulièrement observée dans les systèmes de traitement des eaux (Maurer et al., 1999a; Williams, 1998).

En boues activées, Maurer et al. (1999b) ont observé une précipitation intermédiaire réversible d'hydroxydicalcium phosphate $\text{Ca}_2\text{HPO}_4(\text{OH})_2$, et un précipité considéré stable d'hydroxyapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ ou HAP). Williams (1998) a aussi observé la précipitation de struvite MgNH_4PO_4 dans les conduites de certaines stations d'épuration. La struvite et l'hydroxyapatite possèdent d'ailleurs un potentiel pour la fertilisation en agriculture (Ueno et Fujii, 2001).

La précipitation induite biologiquement s'explique par le caractère anionique des parois cellulaires qui présentent des groupements carboxyle et phosphates (McLean et al,

1999). Ces groupements chargés négativement peuvent se lier aux ions métalliques en solution. Liu et al. (2006) ont par ailleurs démontré la sorption des phosphates par les polysaccharides extracellulaires en boues activées. La matrice de polymères extracellulaire est aussi associée à la précipitation de minéraux tel le carbonate de calcium (Flemming et al., 2001). Toutefois, les propriétés physicochimiques de l'environnement du biofilm tels que le pH, la température et la concentration en sels dissous auraient une influence marquée sur la formation et la dissolution des minéraux (McLean et al., 1999).

La précipitation induite biologiquement est favorisée par l'activité biologique en phase aérobie, par les conditions dénitrifiantes du biofilm et par l'élévation de la concentration en phosphore observée dans les systèmes de déphosphatation biologique lors du relargage des phosphates (Baeten, 2000). En considérant que les phosphates mettent un certain temps à se diffuser à l'extérieur du biofilm, la concentration en phosphate peut s'avérer encore plus élevée à l'intérieur du biofilm que celle mesurée dans l'eau du concentrat.

Le précipité observé sur les supports d'un RSLM avec bac de concentrat par Vallet (2007) a été identifié comme étant de l'hydroxyapatite ($\text{Ca}_5(\text{HPO}_4)_3\text{OH}$) par cristallographie à rayon-X. Cependant, il a été déterminé que la teneur en calcium dans les supports était d'environ 0.2%. En revanche, la teneur en magnésium des MT était de près de 20% pour le réacteur 1 et de 13% pour le réacteur 2 (Tableau 4-1). Le précipité pourrait donc être de la struvite mais la source d'azote ammoniacal nécessaire à la formation de struvite n'a pu être identifiée. Cependant, le réacteur présentait des conditions qui aurait permis la formation d'hydroxydes de magnésium et de carbonate de magnésium, ce qui expliquerait la teneur élevée en magnésium observée dans le biofilm.

La précipitation de phosphore par le calcium est inhibée par un rapport Mg/Ca supérieur à 0.45 mol/mol, entraînant alors la formation d'un précipité amorphe (Baeten, 2000). Ce ratio est de 0.41 dans l'affluent des réacteurs et sur un concentrat neuf. Aussi, puisque l'accumulation de phosphore dans le bac de concentrat s'est aussi accompagnée d'une accumulation de magnésium et de potassium, et dans une moins grande mesure de calcium, le ratio Mg/Ca augmente continuellement au cours d'un âge de concentrat pour atteindre jusqu'à 0.91 mol/mol dans un concentrat âgé.

Selon ces indications, le précipité ne peut donc être le résultat d'une précipitation du phosphore par le calcium. Bien que la déphosphatation biologique en biofilm induise la précipitation de struvite, l'absence apparente d'ammoniaque dans le système rejette cette hypothèse. Ainsi, il a été impossible de déterminer la nature du précipité et d'expliquer la quantité de magnésium présente dans le biofilm. Il reste toutefois évident que la déphosphatation biologique en mode concentrat entraîne des conditions favorables à la précipitation du phosphore.

La masse de matières totales a atteint plus de 444 g sur les 800 supports de chaque réacteur, alors que la masse totale de phosphore présente dans le biofilm était de 35.5 g. Au 195^e jour d'opération, le relargage de phosphore observé au cours d'un cycle, était de l'ordre de 600 mg, soit moins de 0.1 % des matières totales ou 1.7% du phosphore contenu dans les MT. Il est donc possible que le relargage de phosphore observé soit le résultat d'une mise en solution du phosphore précipité. Cependant, le résultat du test en flacon réalisé en phase anaérobie en absence de carbone (Figure 4-13) n'a montré aucun relargage de phosphore. Le rejet de phosphore serait ainsi le résultat de l'activité biologique et non d'une remise en solution du phosphore précipité.

Toutefois, une importante masse de phosphore précipité sous une forme amorphe est disponible dans le biofilm, ce qui peut limiter l'absorption du phosphore de l'affluent. Par ailleurs, la formation d'un précipité sur les différentes composantes du réacteur

(supports, conduites, pompes) entraîne des bris mécaniques, et modifie les conditions d'opération du réacteur.

La diminution du pH pourrait réduire la formation d'un précipité. Cependant, le test en flacon dont les résultats sont présentés au Tableau 4-2 : Test en flacons anaérobies du relargage de P pour à des pH de départ de 6.0 et 9.0 (moyenne $\pm$ SD, n=3) a révélé que le ratio P_{rel}/C_{cons} variait en fonction du pH. Ces résultats concordent avec ceux rapportés par Oehmen et al. (2007). Une nette augmentation du relargage et une diminution de la DCO consommé est observé en augmentant le pH. Bien qu'une diminution du pH fasse diminuer la formation d'un précipité, le rendement du procédé serait aussi réduit.

6.4 Biomasse active et la matrice de polysaccharides extracellulaires

L'azote total Kjeldahl contenu dans la biomasse est un bon indice de la quantité de biomasse en considérant qu'elle est sous la forme $C_6H_7NO_2P_{1/12}$. Ainsi, la biomasse récoltée dans le réacteur 1 après 150 jours d'opération comportait 41.5 mg NTK/g de matière totale. La biomasse présente dans le biofilm serait d'environ 377 mg de biomasse/g de matière totale. Cette valeur est d'ailleurs du même ordre de grandeur que l'ivt mesuré sur la biomasse soit environ 50%. Cependant, le biofilm se compose de microorganismes fixés dans une matrice de polymères extracellulaires. Cette matrice peut représenter jusqu'à 90% des MVT d'un biofilm (Flemming et al., 2001b). Il est donc fort possible que les valeurs de MVT et de NTK mesurées ne soient pas représentatives de la biomasse active au sein du biofilm compte tenu de la présence de polysaccharides extracellulaires.

La majorité des polymères de la matrice extracellulaire sont des polysaccharides, mais aussi, dans une moins grande mesure, des protéines et des acides nucléiques. Parmi les fonctions réalisées par la matrice de polymères extracellulaires, Christensen et al., (1989) notent l'adhésion aux surfaces, l'agrégation des cellules dans un floc ou un biofilm, la formation d'une barrière protectrice contre les antibiotiques et autres agents

chimiques, la rétention de l'eau, la stabilisation de la structure, la sorption de composés organiques et l'accumulation des nutriments. Certaines activités enzymatiques, telle que la digestion de molécules organiques difficilement biodégradables, sont aussi rapportées par le même auteur.

En considérant que les 12.6 mg P-PO₄/L relarguées au cours du test de relargage sont les polyphosphates de PAO caractérisés par une teneur de 0.38g P/g MVT, le réacteur contiendrait 33 mg/L de MVT associés au PAO, cela représente moins de 5% des MVT mesurées dans le réacteur.

Compte tenu des polysaccharides extracellulaires, les valeurs de P relargué/MVT observées en biofilm sont nécessairement inférieures à celle observées en boues activées. C'est pourquoi le relargage de phosphore observé est très loin des valeurs allant jusqu'à 38% des MVT pour une culture d'OAP en boues activées. Cependant, en considérant que le taux initial de consommation de la DCO observé au cours du second test de relargage représente l'activité métabolique des GAO et des PAO, tandis que le taux de consommation de DCO observé suite au relargage complet des polyphosphates représente l'activité métabolique des GAO uniquement, il est possible d'estimer l'activité relative des PAO.

La consommation initiale de DCO dans le réacteur 1 était de 58 mg DCO L⁻¹h⁻¹, puis elle est descendue à 23 après le relargage complet des phosphates (Figure 4-15). L'activité métabolique associée aux PAO en phase anaérobie était donc de 58 – 23 = 35 mg DCO L⁻¹h⁻¹, soit 60% de la consommation de DCO. La consommation initiale de DCO dans le réacteur 2 était de 40 mg DCO L⁻¹h⁻¹, puis elle est descendue à 12 après le relargage complet des phosphates (Figure 4-16). L'activité métabolique associée aux PAO en phase anaérobie était donc de 40 – 12 = 28 mg DCO L⁻¹h⁻¹, soit 70% de la consommation de DCO.

La figure Les polysacharrides de la matrice du biofilm peuvent aussi avoir un impact significatif sur la déphosphatation biologique en biofilm qui repose sur l'alternance de conditions aérobies en absence de substrat et anaérobies en présence de substrat. Laspidou et al. (2002) rapporte que les protéines pouvaient prédominer dans la matrice extracellulaire lorsque le contenu en protéines de la matrice augmente avec le temps suite à la digestion des polysaccharides lors de périodes de stress telles qu'un manque de nutriments, où suite à l'accumulation de débris cellulaires. Cette matrice peut donc présenter une source de carbone pour les microorganismes. Elle permet aussi de stabiliser les conditions environnementales en assurant la disponibilité d'un substrat par l'adsorption de molécules organiques. Les propriétés adsorbantes de la matrice de polysacharrides extracellulaires peuvent limiter le relargage de phosphore en phase libre (Liu et al., 2006). Le phosphore resterait trappé dans la matrice.

6.5 Diffusion

Les phénomènes de diffusion sont particulièrement significatifs dans les procédés en biofilm. En déphosphatation biologique, ce phénomène est d'autant plus significatif compte tenu de l'alternance des conditions. Ainsi, en phase aérobie, l'absorption du phosphore dépend de la diffusion des phosphates et de l'oxygène dans le biofilm tandis que l'accumulation du phosphore en phase anaérobie dépend de la diffusion de l'acétate à l'intérieur du biofilm et de la diffusion des phosphates à l'extérieur du biofilm.

Cependant, alors que le développement d'un procédé de déphosphatation biologique repose sur l'alternance des conditions aérobies sans substrat et anaérobie avec substrat pour offrir un avantage compétitif aux OAP, la nature même du biofilm favorise la disponibilité de carbone en phase aérobie pour la croissance d'Organismes Hétérotrophes Ordinaires (OHO). L'avantage compétitif des OAP sur les autres microorganismes est donc moindre.

Par ailleurs, selon notre analyse, la diffusion de l'acétate et du propionate serait le paramètre le plus important à prendre en considération pour améliorer l'accumulation de PHA en phase anaérobie et augmenter l'absorption de phosphore en phase aérobie. L'augmentation de la DCO et de la durée de la phase anaérobie, favorise la diffusion de ces substrats dans le biofilm. Toutefois, l'augmentation de la DCO peut aussi favoriser la croissance d'autres organismes non OAP. Selon Zhou et al. (2008) le métabolisme d'accumulation de glycogène peut dominer dans une culture d'OAP lorsque le phosphore est limitant. Les OAP peuvent donc être les mêmes organismes que les OAG. Par ailleurs, Wang et al. (2008) a montré que les performances de la déphosphatation biologique étaient instables et que l'abondance relative des OAP diminuait lorsque la DCO de l'affluent atteignait $330 \text{ mg DCO L}^{-1} \text{ cycle}^{-1}$, soit la concentration généralement rencontrée en phase anaérobie au cours de l'expérimentation.

Par ailleurs, Oehmen et al. (2007) rapporte une corrélation entre l'abondance des OAP et le ratio $P_{\text{rel}}/C_{\text{cons}}$. Suite à l'augmentation de la durée de la phase anaérobie, ce ratio a considérablement diminué, passant alors de 0.17 et 0.20 lors du premier test de relargage à 0.07 et 0.1 lors du second test de relargage pour les réacteurs 1 et 2 respectivement. Ainsi, bien que l'augmentation de la durée de la phase a permis d'augmenter les rendements du système, les rendements spécifiques et le ratio $P_{\text{rel}}/C_{\text{cons}}$ ont diminués, ce qui porte à croire que ce changement a aussi favoriser la croissance d'organismes non OAP.

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Un procédé de déphosphatation biologique en RSLM avec bac de concentrat a été mis en place au Biodôme de Montréal. Le procédé présente une bonne efficacité d'enlèvement du phosphore d'un effluent piscicole artificiel. Le système a permis d'obtenir un enlèvement maximal de 78% du phosphore et un enlèvement moyen de 50%. L'enlèvement de phosphore dépasse donc 10 mg P/L. Mais les performances ont grandement varié alors que les rendements spécifiques et le rapport P_{rel}/DCO_{cons} sont restés faibles par rapport aux boues activées.

L'ajout de propionate à l'eau anaérobie, et de cobalt et d'extrait de levure à l'affluent n'ont pas permis d'augmenter les performances du procédé. Au contraire, il est permis de croire que l'utilisation d'une solution d'acétate et de propionate a favorisé la croissance de biomasse non OAP.

La diffusion du substrat à l'intérieur du biofilm ne doit pas être limitante afin d'obtenir un rendement maximal. Il est ainsi nécessaire d'optimiser l'épaisseur du biofilm, la concentration en DCO et le temps des phases pour assurer une pleine pénétration du biofilm dans un temps relativement court par rapport à la durée de la phase.

En considérant l'utilisation d'une solution combinée d'acétate et de propionate, une DCO élevé, un temps de phase allongé et la présence de sulfates dans l'eau du concentrat, le procédé favorise le développement d'une biomasse non OAP.

Le développement d'un précipité entraîne une baisse d'efficacité de la fluidisation qui diminue la qualité du mélange et la stabilité du système. La teneur élevé en phosphore du précipité peut aussi gêner l'absorption de phosphore en phase aérobie. Ce précipité oblige un entretien régulier du réacteur et un changement périodique des supports.

Les performances du procédé sont limitées par les transferts de masse réalisés au cours des phases aérobie et anaérobie et par la croissance de biomasse non OAP. Il est aussi nécessaire de mettre en place un système de traitement secondaire pour l'eau du concentrat. La mise en application à pleine échelle de ce procédé est donc limitée.

Suite à cette étude, plusieurs recommandations sont formulées, tant pour l'amélioration du procédé en tant que tel que pour l'étude de la déphosphatation biologique en biofilm.

Pour améliorer les performances du procédé, il est nécessaire de stabiliser la fluidisation en suivant un programme très strict et fastidieux de nettoyage du système afin de déloger les matières qui s'accumulent dans les conduites de recirculation. L'utilisation d'un système pour ajuster le débit de la circulation permettrait de mieux contrôler la recirculation. Toutefois, cela ne permettrait pas d'éviter l'accumulation des matières dans les conduites. L'utilisation d'un agitateur à pales sans recirculation permettrait d'éviter ces contraintes étant donné l'absence de conduite de recirculation.

Le rétrolavage des lits mobiles (« backwash ») devrait être réalisé régulièrement après une phase aérobie/anoxie pour contrôler l'épaisseur du biofilm et limiter le développement du précipité, favorisant ainsi les transferts de masse pour un enlèvement maximal du phosphore.

L'utilisation d'un bac de concentrat se justifie par la présence de nitrates dans l'affluent de pisciculture. Toutefois, l'enlèvement complet des nitrates dans le réacteur 1 suggère que l'utilisation d'un bac de concentrat n'est pas toujours nécessaire. Il serait alors possible de réaliser un enlèvement de phosphore en contrôlant l'enlèvement de la biomasse en fin de phase aérobie.

L'alternance de l'acétate et du propionate devrait être étudiée afin de vérifier s'il est possible de diminuer la croissance des non-OAP. De même, l'utilisation d'eau anaérobie

sans sulfates pourrait permettre de réduire le développement d'une biomasse sulfato-réductrice et d'améliorer les performances du procédé.

Il faudrait caractériser la matrice de polysaccharides extracellulaires, la biomasse active et le précipité pour mieux comprendre le rôle de chacun de ces éléments dans l'écologie du biofilm. De même, il faudrait caractériser les OAP et OAG présents, ainsi que leur distribution dans l'épaisseur du biofilm.

RÉFÉRENCES

Arvin, E. (1985) "Observations supporting phosphate removal by biologically mediated chemical precipitation: A review." *Water Science and Technology*, 15(3-4), 43-63.

Ahn, C.H., Par, H.D., Park, J.K. (2007) "Enhanced Biological Phosphorus Removal Performance and Microbial Population Changes at High Organic Loading Rates." *Journal of Environmental Engineering*, 133(10), 962-969.

Andreottola, G., Damiani, E., Foladori, P., Nardelli, P., Ragazzi, M. (2003). "Treatment of mountain refuge wastewater by fixed and moving bed biofilm systems". *Water Science and Technology*. 48 (11-12), 169-177.

Baetens, D. (2001). "Enhanced biological phosphorus removal: Modelling and experimental design". Thèse de doctorat de l'Université Ghent. Pays-Bas. 291 pages.

Barat, R., Montoya, T., Borrás, L., Seco, A., & Ferrer, J. (2006). Calcium effect on enhanced biological phosphorus removal. *Water Science and Technology*, 53(12), 29-37.

Brandt, D., Sieker, C., & Hegemann, W. (2002). Combined denitrification and excess biological phosphorus removal in discontinuous operated biofilm systems. *Water Science and Technology*, 46(4-5), 193-200.

Bryers, J.D. et Characklis, W.G. (1989) "Biofilms in water and wastewater treatment" in *Biofilms*. Wiley Series in Ecological and Applied Microbiology. Wiley. New York, New York. 796 pages.

Bryers, J.D. (2000). "Process Analysis and Applications." in *Biofilms II*, Wiley Series in Ecological and Applied Microbiology. Wiley. New York, New York. 432 pages.

Characklis W.G. (1990). "Kinetics of microbial transformations" in *Biofilms*. Wiley Series in Ecological and Applied Microbiology. Wiley. New York, New York. 796 pages.

Chiou, R.J., Ouyang, C.F., Lin, K.H., Chuang, S.H. (2001). "The characteristics of phosphorus removal in an anaerobic/aerobic sequential batch biofilter reactor." *Water Science and Technology*, 44(1), 57-65."

Christensen B.E. et Characklis W.G. (1989). "Physical and chemical properties of biofilms" in *Biofilms*. Wiley Series in Ecological and Applied Microbiology. Wiley. New York, New York. 796 pages.

- Comeau, Y., Hall, K. J., Hancock, R. E. W., & Oldham, W. K. (1986). Biochemical model for Enhanced Biological Phosphorus Removal. *Water Research*, 20(12), 1511-1521.
- Dai, Y., Yuan, Z., Wang, X., Oehmen, A., Keller, J. (2007). "Anaerobic metabolism of *Deftluviicoccus vanus* related glycogen accumulating organisms (GAOs) with acetate and propionate as carbon sources". *Water Research*. 41. 1885-1896.
- Dupla, M., Comeau, Y., Parent, S., Villemur, R., & Jolicoeur, M. (2006). Design optimization of a self-cleaning moving-bed bioreactor for seawater denitrification. *Water Research*, 40(2), 249-258.
- Falkentoft, C.M., Arnz, P., Henze, M., Mosbaek, H., Müller, E., Wilderer, P.A., Harremoës, P. (2000) "Possible Complication Regarding Phosphorus Removal with a Continuous Flow Biofilm System: Diffusion Limitation." *Biotechnology and Bioengineering*, 76(1), 77-85."
- Flemming, H.-C., Wingender J. (2001). "Relevance of microbial extracellular polymeric substances (EPSs) – Part I: Structural and ecological aspects". *Water Science and Technology*. 43:7. 1-8.
- Gantzer, C.J. Cunningham A.B., Gujer W., Gutkunst B., Heijnen J.J. (1988) "Exchange processes at the fluid-biofilm interface" in Structure and function of biofilms. *Life Science Research Report 46*, Wiley Science. New York. New York. 389 pages.
- Gonçalves, R.F., Le Grand, L., Rogalla, F. (1994) "Biological phosphorus uptake in submerged biofilters with nitrogen removal." *Water Science and Technology*, 29 (10-11), 135-143.
- Helness, H., & Odegaard, H. (1999). Biological phosphorus removal in a sequencing batch moving bed biofilm reactor. *Water Science and Technology*, 40(4-5), 161-168.
- Hesselmann, R.P.X., Werlen, C., Hahn, D., van der Meer, J.R., Zehnder, A.J.B. (1999) "Enrichment, phylogenetic analysis and detection of a bacterium that performs enhanced biological phosphate removal in activated sludge." *Systematic and Applied Microbiology*, 22 (3), 454-465.
- Labbé, N., Parent, S., & Villemur, R. (2004). *Nitratireductor aquibiodomus* gen. nov., sp. nov., a novel alpha-proteobacterium from the marine denitrification system of the Montreal Biodome (Canada). *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 54(Pt 1), 269-273.

- Labelle, M.-A., Juteau, P., Jolicoeur, M., Villemur, R., Parent, S., & Comeau, Y. (2005). «Seawater denitrification in a closed mesocosm by a submerged moving bed biofilm reactor.» *Water Research*, 39(14), 3409-3417.
- Laspidou. C.S., Rittmann. B.E. (2002). "A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass." *Water Research*. 36, 2711-2720.
- Laspidou. C.S., Rittmann. B.E. (2004). "Modeling the development of biofilm density including active bacteria, inert biomass, and extracellular polymeric substances". *Water Research*. 38. 3349-3361.
- Lewandowski, Z. (2007). Fundamentals of biofilm research. Boca Raton. Florida. 452 pages.
- Liu, Y., Yu, S., Xue, G., Zhao, F. (2006) "Role of extracellular exopolymers in biological phosphorus removal." *Water Science and Technology*, 54(8), 257–265.
- Garcia Martin, H., Ivanova, N., Kunin, V., Warnecke, F., Barry, K.W., McHardy, A.C., Yeates, C., He, S., Salamov, A.A., Szeto, E., Dalin, E., Putnam, N.H., Shapiro, H.J., Pangilinan, J.L., Rigoutsos, I., Kyrpides, N.C., Blackall, L.L., McMahon, K.D., Hugenholtz, P. (2006). "Metagenomic analysis of two enhanced biological phosphorus removal (EBPR) sludge communities". *Nature Biotechnology*. 24(10) 1263-1269.
- Maurer, M., Abramovich, D., Siegrist, H., Gujer, W. (1999a). "Kinetics of biologically induced phosphorus precipitation in waste-water treatment". *Water Research*. Vol 33. 2.484-493.
- Maurer, M., Boller, M. (1999b). "Modelling of phosphorus precipitation in wastewater treatment plants with enhanced biological phosphorus removal". *Water Science and Technology*. Vol. 39. 1. 147-163.
- McLean.R.J.C., Fuqua. C., Siegele D.A., Kirkland B.L., Adams J.L., Whiteley M. (1999). "Biofilm Growth and illustrations of its role in mineral formation". Microbial Biosystems: New Frontiers, *Proceedings of the 8th International Symposium on Microbial Ecology*, Atlantic Canada Society for Microbial Ecology, Halifax, Canada.
- Melo. L.F. (2005). "Biofilm physical structure, internal diffusivity and tortuosity". *Water Science and Technology*. 52:7. 77-84.
- Metcalf, & Eddy. (2003). Fundamentals of Biological Treatment. In McGraw-Hill (Ed.), *Wastewater Engineering, Treatment and Reuse*, 4thed. New-York: McGraw-Hill.

Mino, T., Van Loosdrecht, M. C. M., & Heijnen, J. J. (1998). Microbiology and biochemistry of the enhanced biological phosphate removal process. *Water Research*, 32(11), 3193-3207.

Morgenroth, E., Wilderer, P.A. (1998) "Modeling of enhanced biological phosphorus removal in a sequencing batch biofilm reactor" *Water Science and Technology*, 37 (4-5), 583-587.

Morgenroth, E., and Wilderer, P. A. (1999). "Controlled biomass removal - the key parameter to achieve enhanced biological phosphorus removal in biofilm systems." *Water Science and Technology*, 39(7), 33-40.

Morgenroth, E., Eberl, H.J., van Loosdrecht, M.C.M., Noguera, D.R., Pizarro, G.E., Picioreanu, C. Rittmann, B.E., Schwarz, A.O., Wanner, O. (2004). "Comparing biofilm models for a single species biofilm system". *Water Science and Technology*. 49:11-12. 145-154.

Morin, Richard. (1996). « Le mauvais goût de vase chez la truite ». *Document d'Information. MAPAQ. Station technologique piscicole des eaux douces*. Les publications de la Direction de l'innovation et des technologies. Québec. Québec. 2 pages.

Morin, Richard. (2003). « L'élevage de la truite en eau recyclée (REFB) est-il une avenue pour le développement de la production piscicole au Québec? ». *L'aquicole*. Vol. 8 no 4, pages 1-4.

Oehmen, A., Yuan, Z., Blackall, L. L., & Keller, J. (2005). Comparison of acetate and propionate uptake by polyphosphate accumulating organisms and glycogen accumulating organisms. *Biotechnology and Bioengineering*, 91(2), 162-168.

Oehmen, A., Lemos, P. C., Carvalho, G., Yuan, Z., Keller, J., Blackall, L. L., Reis, M.A.M. (2007). Advances in enhanced biological phosphorus removal: From micro to macro scale. *Water Research*, 41(11), 2271-2300.

Pattarkine, V. M., & Randall, C. W. (1999). Requirement of metal cations for enhanced biological phosphorus removal by activated sludge. *Water Science and Technology*, 40(2), 159-165.

Restrepo, J. (2008). Déphosphatation Biologique et dénitrification d'un effluent piscicole par réacteur séquentiel à lit mobile, Mémoire de maîtrise, École polytechnique de Montréal.

- Smolders, G. J. F., van der Meij, J., van Loosdrecht, M. C. M., & Heijnen, J. J. (1994a). Stoichiometric Model of the Aerobic Metabolism of the Biological Phosphorus Removal Process. *Biotechnology and Bioengineering*, 44, 837-848.
- Smolders, G. J. F., van der Meij, J., van Loosdrecht, M. C. M., Heijnen, J. J. (1994b). "Model of the anaerobic metabolism of the biological phosphorus removal process: Stoichiometry and pH influence". *Biotechnology and Bioengineering*. 43. 461-470.
- Smolders, G. J. F., van Loosdrecht, M. C. M., Heijnen, J. J. (1995) "A metabolic model for the biological phosphorus removal process." *Water Science and Technology*, 31(2), 79-93.
- Stewart, P.S. (2003) "Diffusion in Biofilms." *Journal of Bacteriology*, 185(5), 1485-1491.
- Ueno, Y., Fujii, M. (2001) "Three years experience of operating and selling recovered struvite from full-scale plant." *Environmental Technology*, 22(11), 1373-1381.
- Vallet, B. (2007). *Biological phosphorus removal in a sequencing moving bed biofilm reactor in seawater and freshwater*, Mémoire de maîtrise (Ecole Polytechnique de Montréal).
- van Loosdrecht, M.C.M., Eikelboom, D., Gjaltema, A., Mulder, A., Tijhuis, L., Heijnen, J.J. (1995) "Biofilm structures". *Water Science and Technology*. 32:88. 35-43.
- Villemur, R., Comeau, Y., Vandenberg, G. (2004) « Développement d'un traitement biologique de bassins d'eaux en circuit fermé pour l'enlèvement du phosphate. » Demande de subvention au conseil National de la Recherche en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG), Ottawa, 26 pages.
- Wang, B., Lin Wang, J.L., Nie, M. (1998) "Mechanism of phosphorus removal by SBR submerged biofilm system." *Water Research*, 32(9), 2633-2638.
- Williams, S. (1998) "Adapting Strategies for avoiding struvite build-up in plants and transforming them into strategies for recovery." *International conference on phosphorus recovery and recycling*, Warwick University, UK.
- Zhou, Y., Pijuan, M., Zeng, R.J., Yuan, Z. (2008) "Could polyphosphate-accumulating organisms (PAOs) be glycogen-accumulating organisms (GAOs)?" *Water Research*, 42, 2361-2368.

ANNEXES

Annexes A - Suivis du réacteur 1

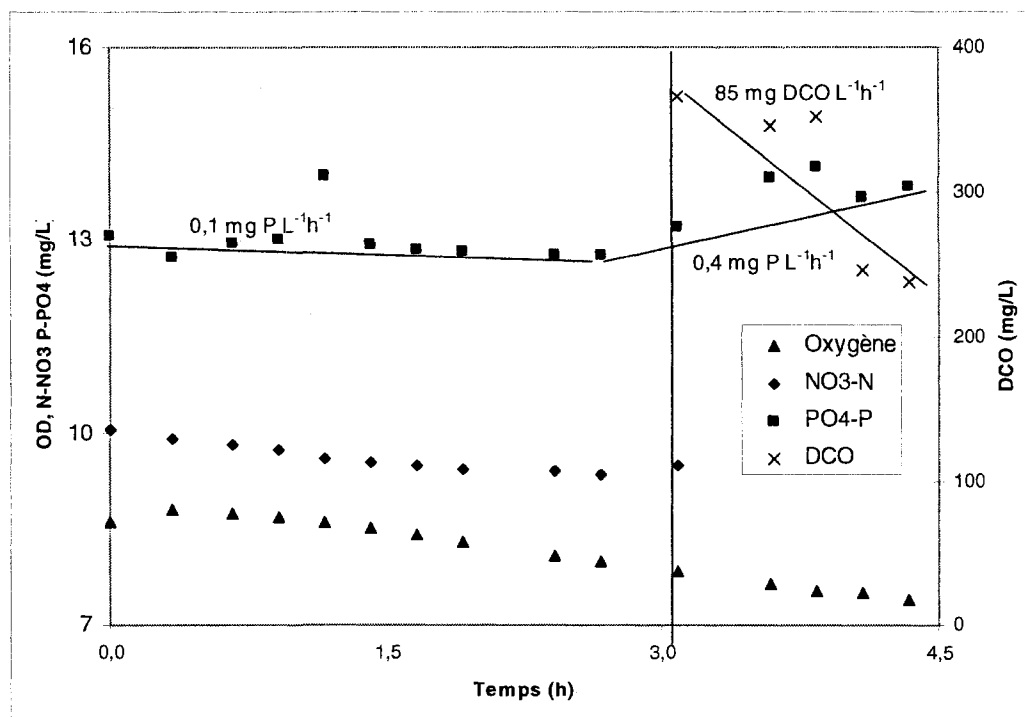


Figure A-1 : Suivi de cycle du réacteur 1 au 44^e jour

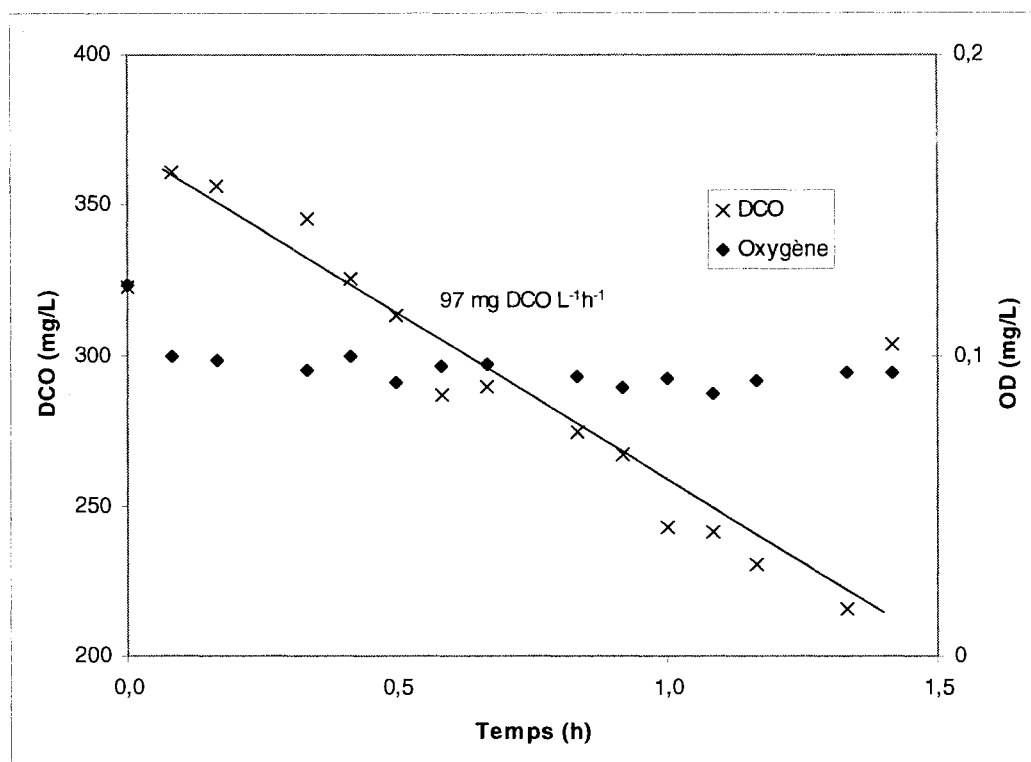


Figure A-2 : Suivi de la consommation de DCO en phase anaérobie dans le réacteur 1 au 180e jour

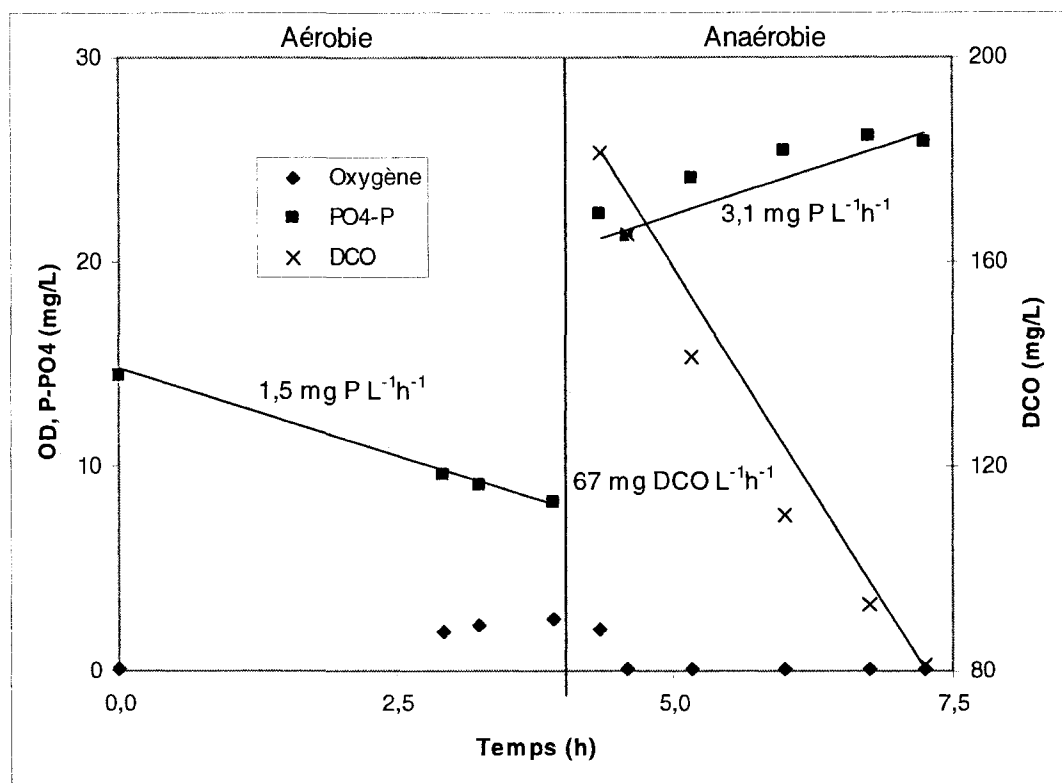


Figure A-3 : Suivi de cycle du réacteur 1 au 209e jour

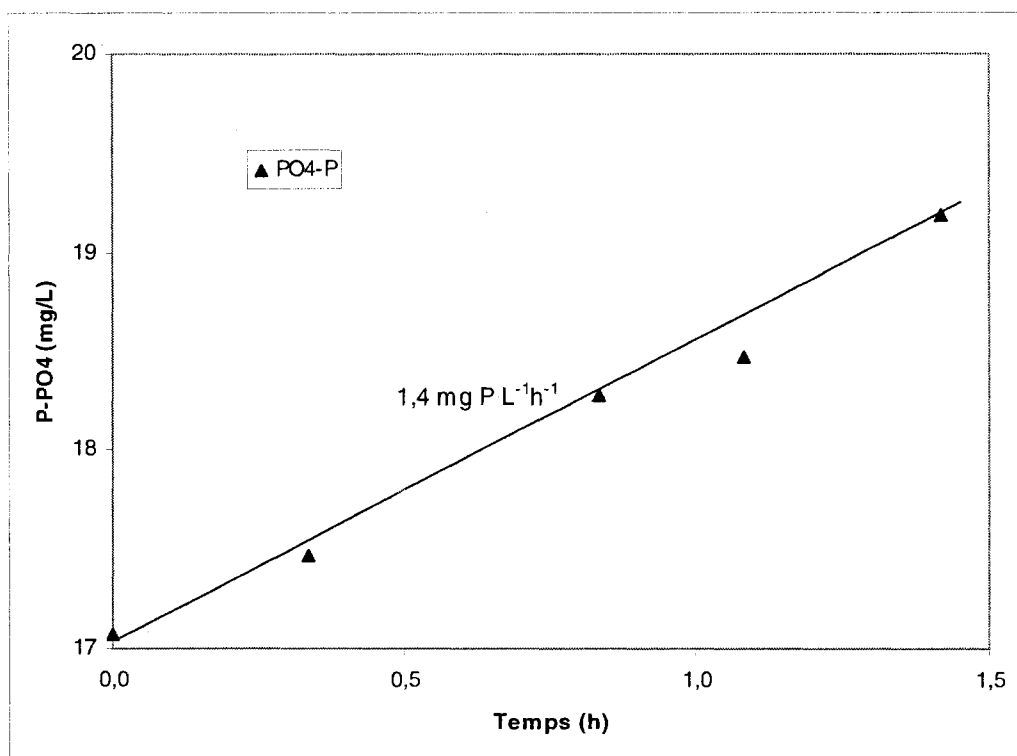


Figure A-4 : Suivi du relargage anaérobie du réacteur 1 au 229e jour

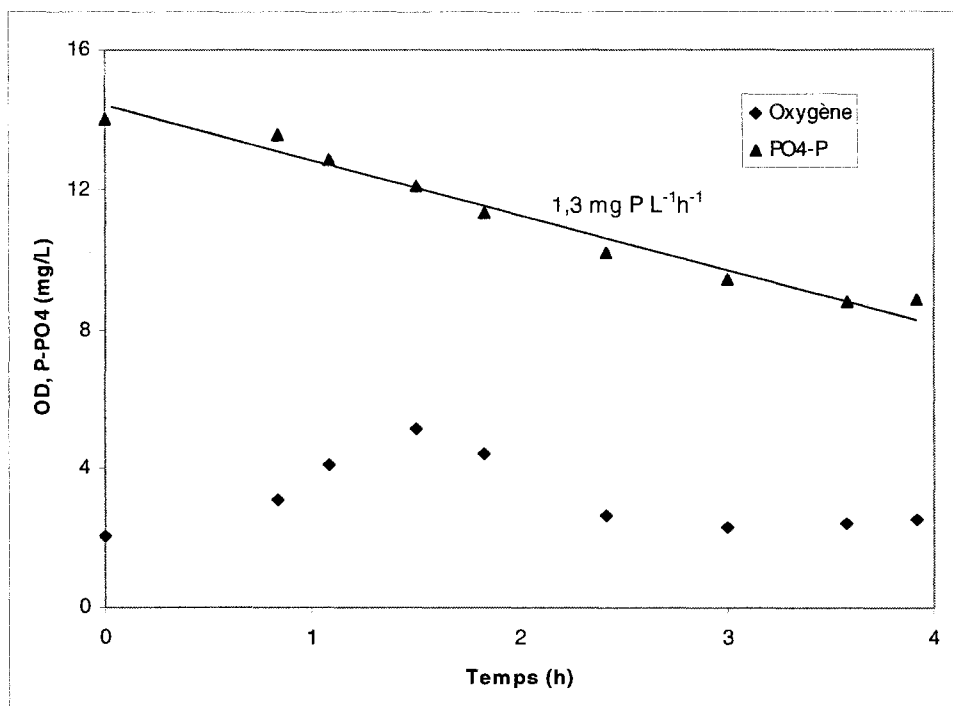


Figure A-5 : Suivi de l'absorption des phosphates en phase aérobie dans le réacteur 1 au 234e jour

Annexes B – Suivis du réacteur 2

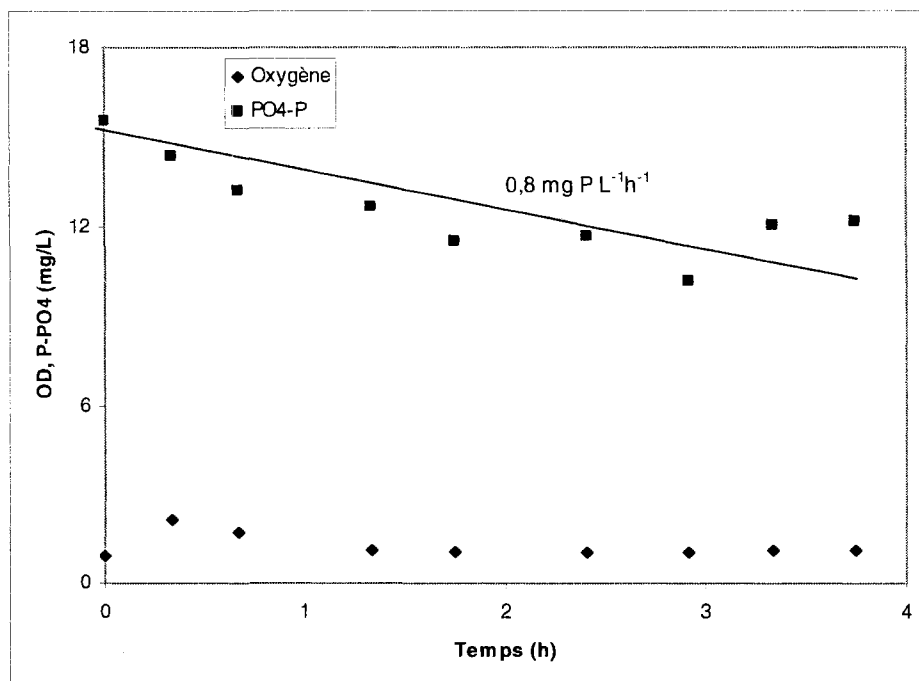


Figure B-1 : Suivi de l'absorption des phosphates en phase aérobie dans le réacteur 1 après 33 cycles de relargage dans un même concentrat au 249e jour

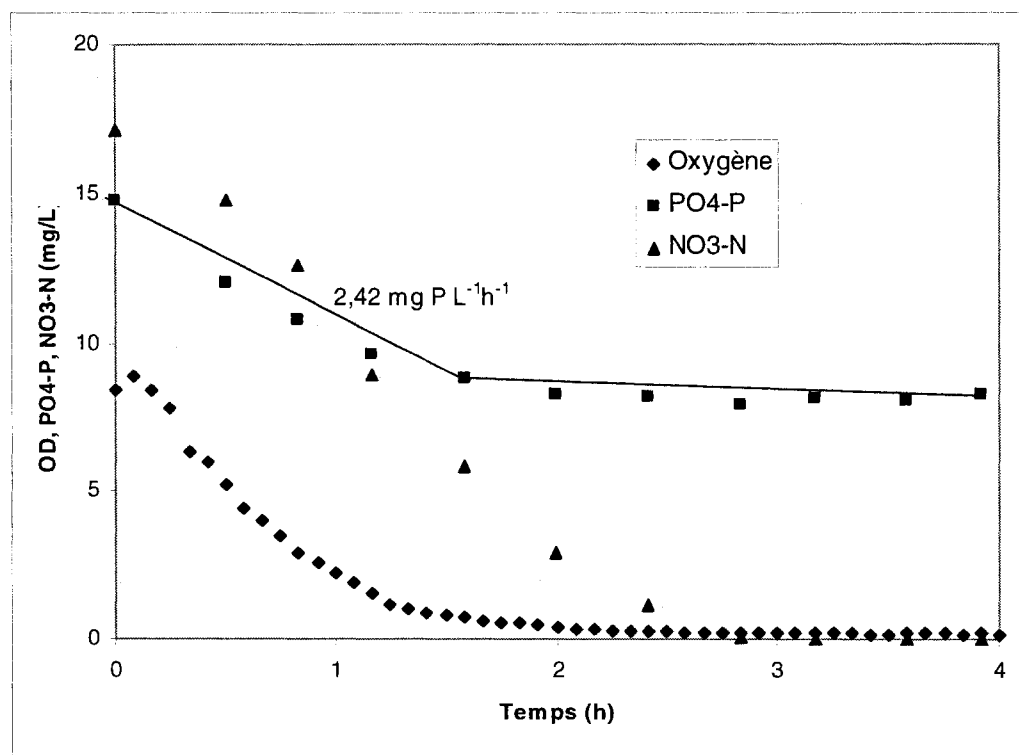


Figure B-2 : Suivi de l'absorption du phosphore en phase aérobie sans aération du réacteur 1 au 256e jour

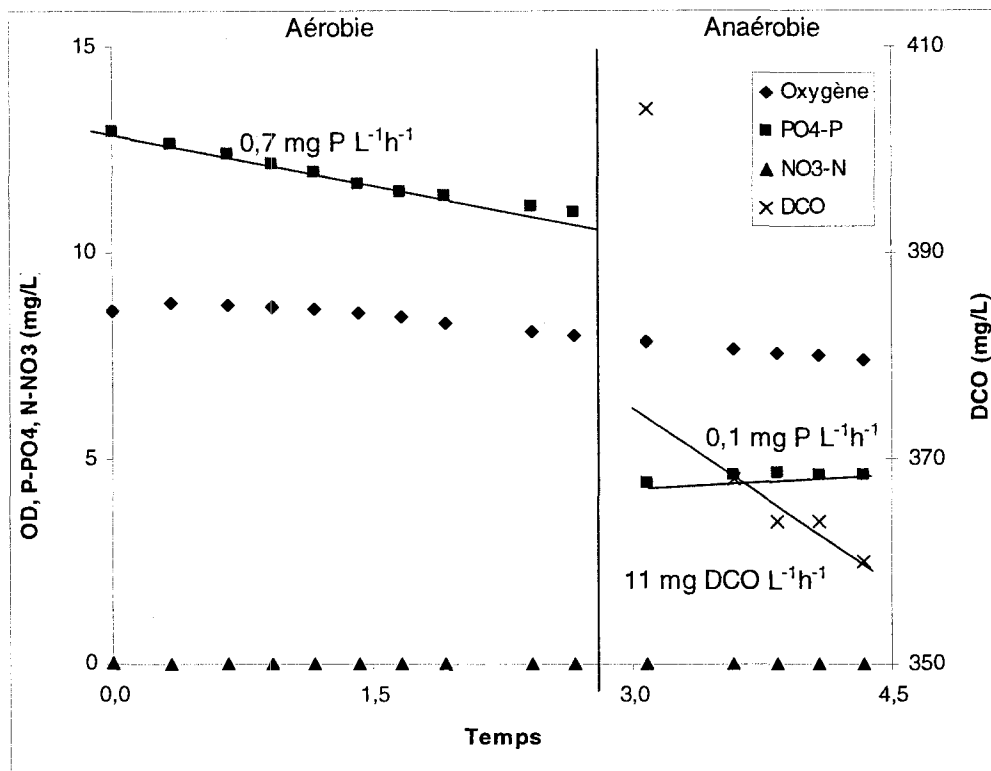


Figure B-3 : Suivi de cycle du réacteur 2 au 44e jour

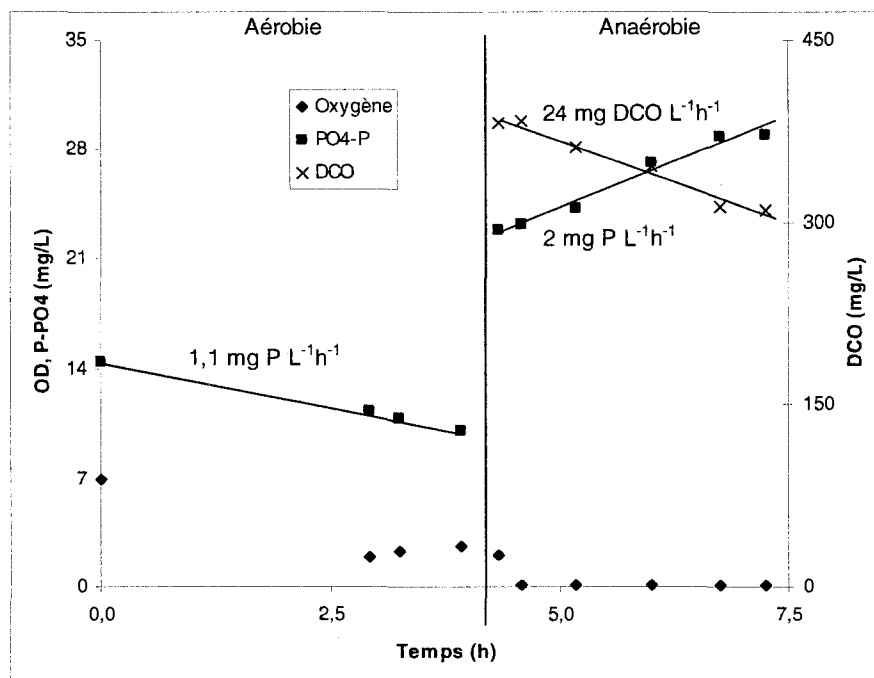


Figure B-4 : Suivi de cycle du réacteur 2 au 209e jour

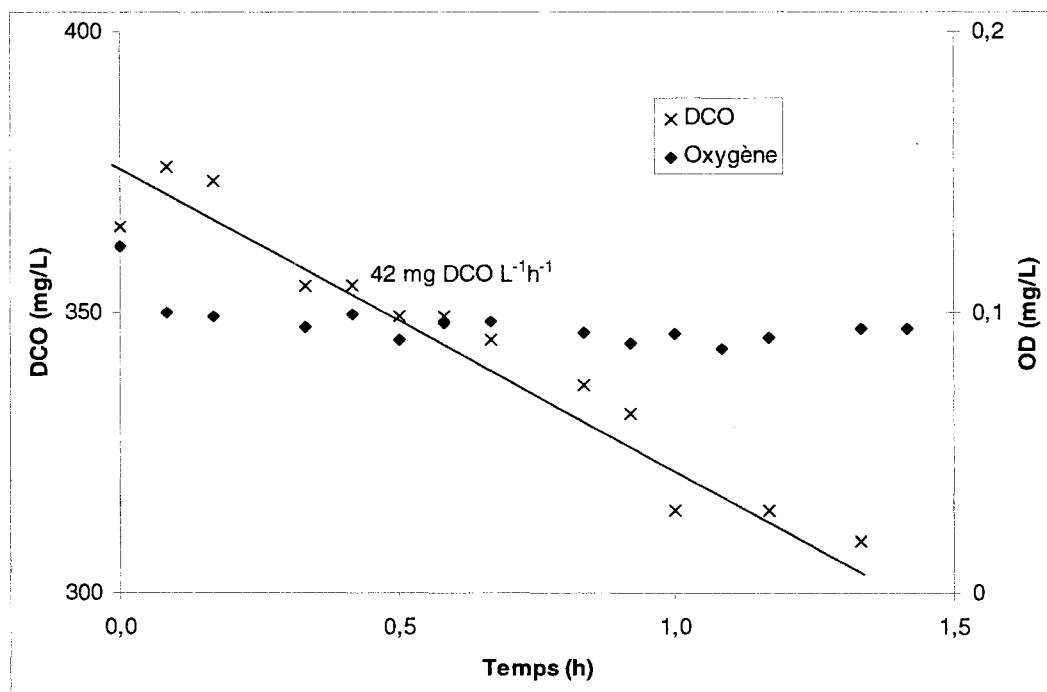


Figure B-5 : Suivi de la consommation de DCO en phase anaérobie dans le réacteur 2 au 180e jour

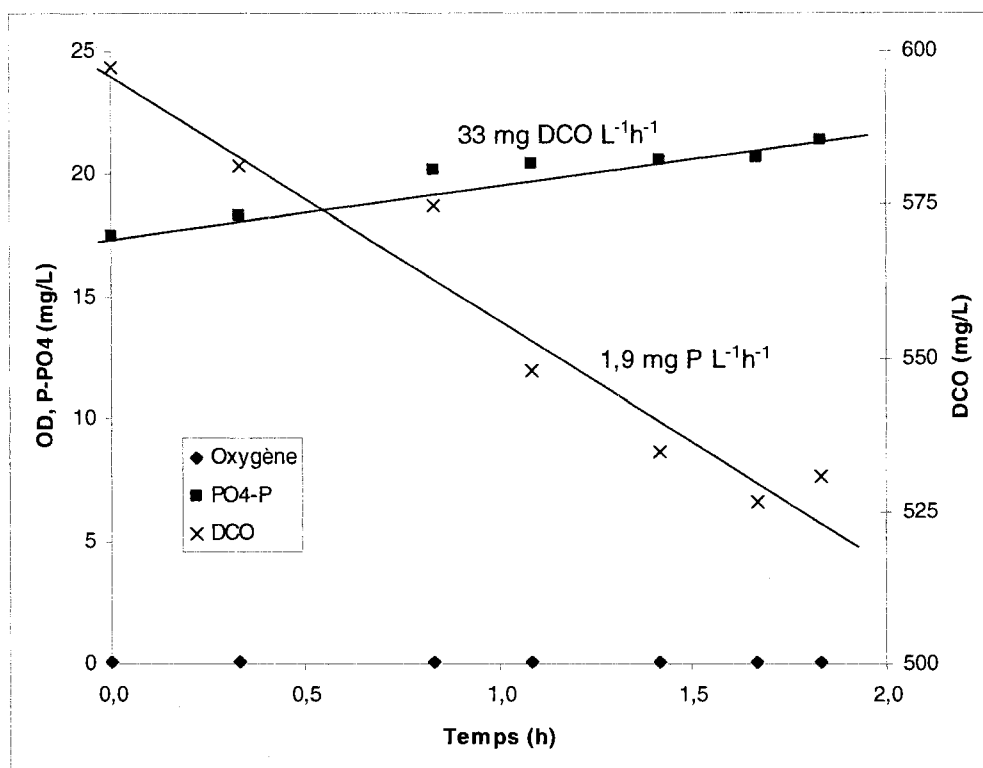


Figure B-6 : Suivi de la phase anaérobie dans le réacteur 2 au 229e jour

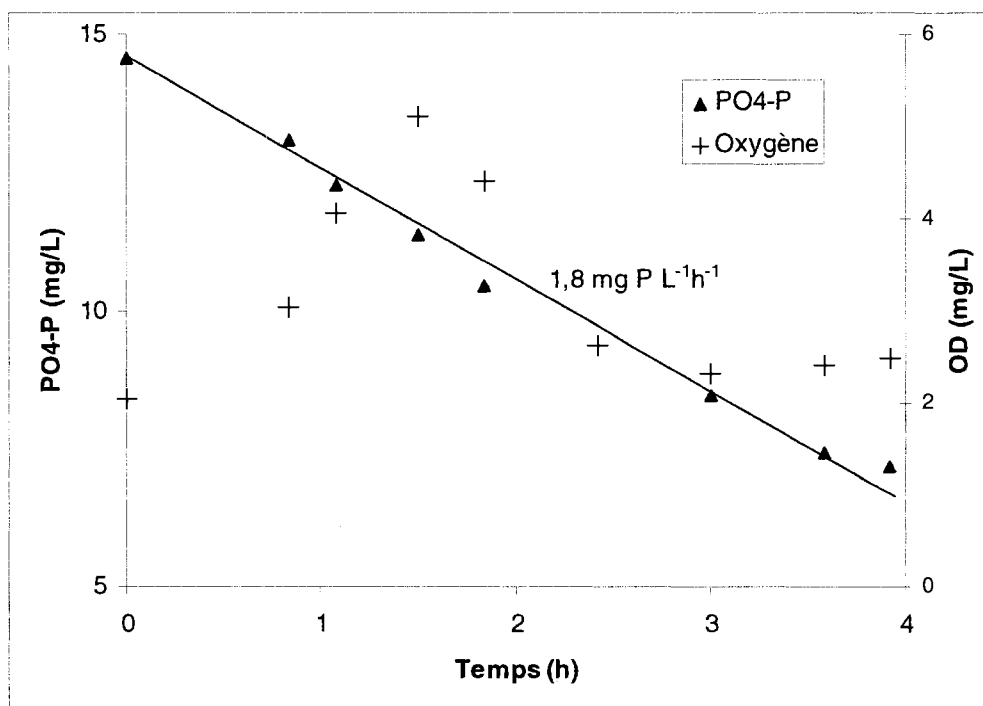


Figure B-7 : Suivi de l'absorption du phosphore en phase aérobie du réacteur 2 au 237e jour

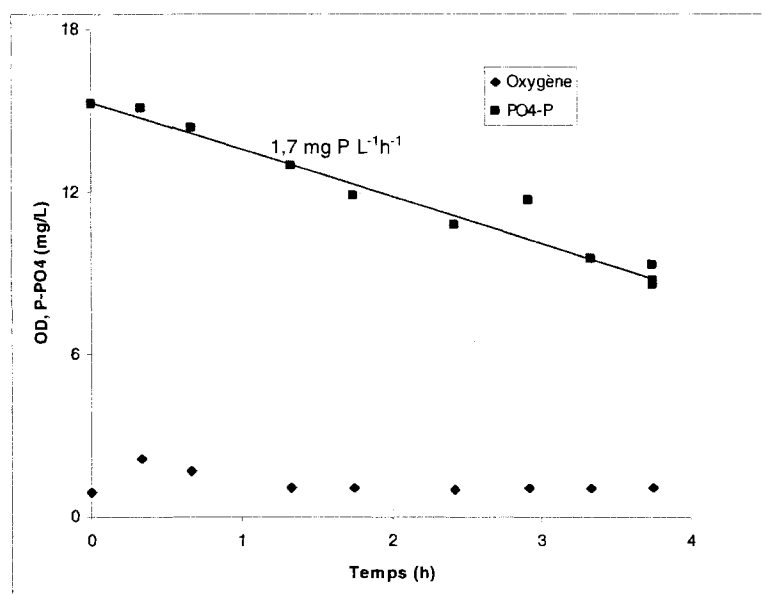


Figure B-8 : Suivi de l'absorption du phosphore en phase aérobie dans le réacteur 2 au 249e jour

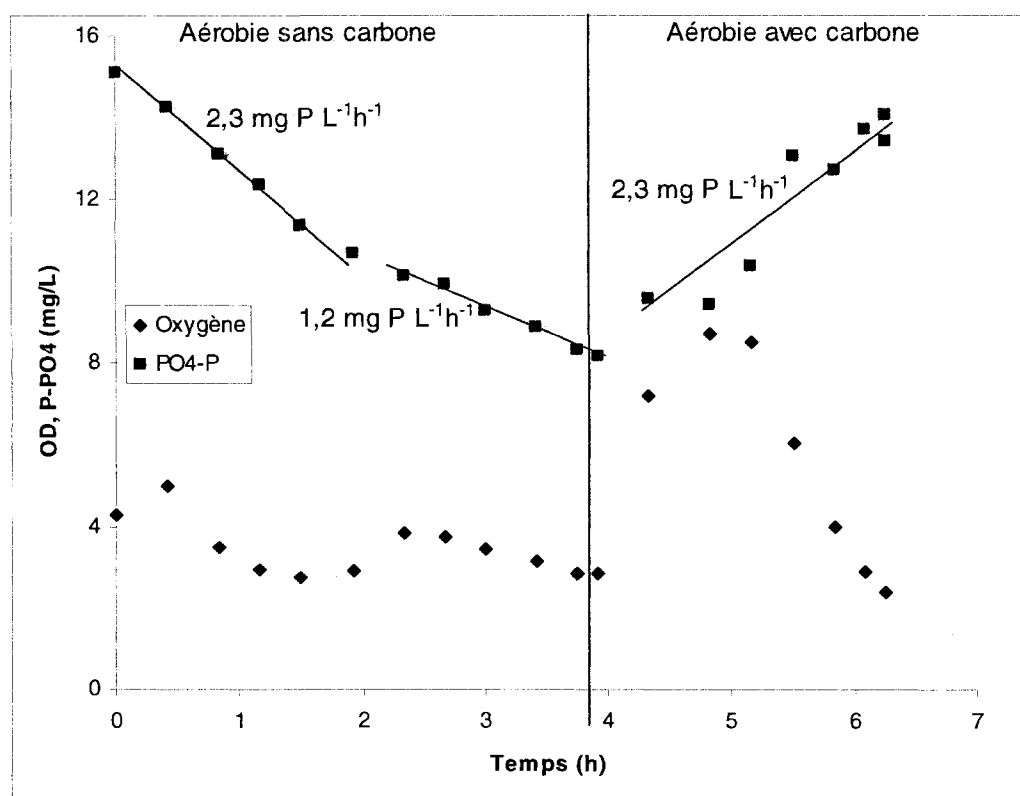


Figure B-9 : Suivi d'une phase aérobic sans carbone et aérobic avec carbone dans le réacteur 2 au 251e jour

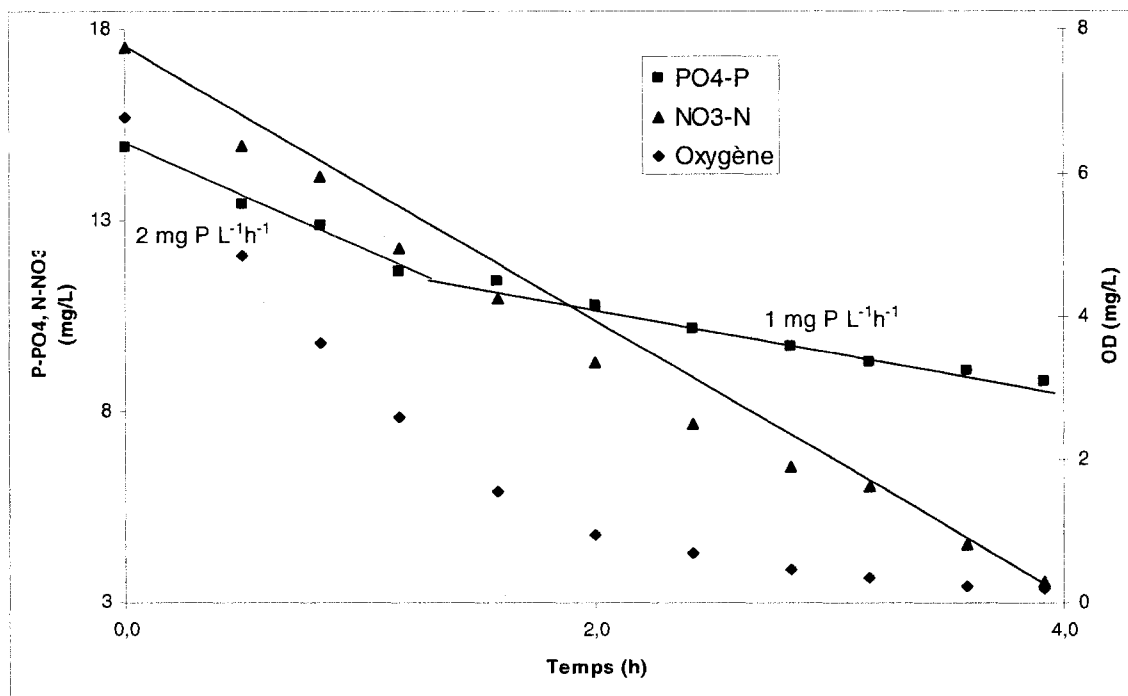


Figure B-10 : Suivi de l'absorption du phosphore et de la consommation des nitrates en phase aérobie sans aération du réacteur 2 au 256e jour

Annexes C - Cinétique et stochiométrie des réactions dans le réacteur 1

Âge du concentrat (cycle)	DCO consommée	P relargué	P absorbé	Durée phase aérobie	Durée phase anaérobie	Taux de consommation de la DCO	Taux de relarguage de P	Taux d'absorption de P	Prel/DCOcons
14	128	0,6	0,3	3	1,5	85	0,4	0,1	0,005
ND	ND	ND	0,9	3	1,5	ND	ND	0,3	ND
4	89	13,4	10,9	4	1,5	59	8,9	2,7	0,150
4	ND	ND	11,5	4	1,5	ND	ND	2,9	ND
1	173	22,9	ND	4	5	35	4,6	ND	0,133
4	ND	ND	3,4	4	1,5	ND	ND	0,9	ND
19	ND	ND	3,3	4	1,5	ND	ND	0,8	ND
3	145	ND	ND	4	1,5	97	ND	ND	ND
7	100	4,6	6,1	4	1,5	67	3,1	1,5	0,046
4	ND	ND	4,8	4	3	ND	ND	1,2	ND
14	ND	ND	3,5	4	2	ND	ND	0,9	ND
5	ND	ND	3,9	4	2	ND	ND	1,0	ND
11	ND	2,8	ND	4	2	ND	1,4	ND	ND
4	ND	ND	6,2	4	2	ND	ND	1,5	ND
15	ND	ND	5,2	4	2	ND	ND	1,3	ND
33	ND	ND	3,4	4	2	ND	ND	0,8	ND
21	ND	ND	6,5	4	2	ND	ND	1,6	ND
1	219	10,5	7,0	4	6	58 (2,5h)	4,3 (2,5h)	1,8	0,074
						23 (3,5h)	0 (3,5h)		

Annexes D - Cinétique et stochiométrie des réactions dans le réacteur 2

Date	J	Âge du concentrat (cycle)	DCO consommé	P relargué	P absorbé	Durée phase aérobie	Durée phase anaérobie	Taux de consommation de la DCO	Taux de relarguage de P	Taux d'absorption de P	Prel/ DCOcons
2007-10-22	44	14	44	0,2	2,0	3	1,5	29	0,1	0,7	0,00
2008-01-24	145	4	64	2,3	2,8	4	1,5	43	1,5	0,7	0,04
2008-02-14	166	1	72	12,6	ND	4	5	14	2,5	ND	0,18
2008-02-15	167	4	ND	ND	4,1	4	1,5	ND	ND	1,0	ND
2008-02-19	171	19	ND	ND	3,5	4	1,5	ND	ND	0,9	ND
2008-02-28	180	3	ND	ND	2,7	4	1,5	ND	ND	0,7	ND
2008-03-27	209	4	73	6,1	4,4	4	3	24	2,0	1,1	0,08
2008-04-08	220	14	ND	ND	4,4	4	2	ND	ND	1,1	ND
2008-04-15	227	5	ND	ND	4,1	4	2	ND	ND	1,0	ND
2008-04-17	229	11	67	3,9	ND	4	2	33	1,9	ND	0,06
2008-04-22	234	4	ND	ND	5,4	4	2	ND	ND	1,4	ND
2008-04-25	237	15	ND	ND	7,4	4	2	ND	ND	1,8	ND
2008-05-07	249	33	ND	ND	6,6	4	2	ND	ND	1,7	ND
2008-05-09	251	3	ND	4,5	6,5	4	2	ND	2,2	1,6	ND
2008-05-14	256	21	ND	ND	6,2	4	2	ND	ND	1,5	ND
2008-05-15	257	1	140	11,9	7,0	4	6	40 (2,5h)	4,3 (2,5h)	1,8	0,11
								12 (3,5h)	0 (3,5)		

Annexes E – CD rom

Dossier LabView : Programme de contrôle des réacteurs

Dossier Paramètres : Données complémentaires pour l'analyse et l'opération des réacteurs

Dossier Données traitées : Fichiers de calcul et d'analyse des données

DataPilote.mdb : Base de données brutes du suivi en ligne des réacteurs et des analyses en laboratoire

