

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Génie de l'Environnement

Unité de recherche “ Ingénierie et environnement “

PROJET DE FIN D'ETUDES POUR L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR
D'ETAT EN GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

THÈME :

**Optimisation des conditions opératoires de la déphosphatation en
présence de biomasse**

Présenté par : Mr BENHACINE Nacer

Soutenu le : 21/06/2015 devant le jury suivant :

Mr M. DROUCHE	Professeur à l'ENP Président
Mme N. ABDI	Professeur à l'ENP Promotrice
Mme F. BOUAMRA	Maitre de conférence à l'USTHB Co-Promotrice
Mme O. KITOUS	Docteur à l'ENP Examinatrice

Promotion 2015

Ecole Nationale Polytechnique (ENP)
10, Avenue des Frères Oudek, Hassen Badi, BP. 182, 16200 El Harrach, Alger, Algérie
www.enp.edu.dz

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة الجدوى من وسائل علاج من التلوث الفوسفاتي، الأول هو جهاز في الكتلة الحيوية الحرة، في المجموعة الثانية الكتلة الحيوية ثابتة، وذلك بكتيريا هوائية اختيارية ديفوسفاتية. خلال هذه الدراسة قمنا بتحديد الشروط العملية المثلى (سرعة التدفق، تركيز الفوسفات) من أجل معرفة تأثيرها على أداء إزالة الفوسفور بيولوجيا.

الكلمات المفتاحية : الإزالة البيولوجية للفوسفور، مفاعل دفعة متسلسل، البكتيريا الديفوسفاتية.

Résumé :

L'objectif de ce travail est d'étudier la faisabilité d'un procédé de traitement de la pollution phosphatée, le premier c'est un dispositif en biomasse libre, le second en biomasse fixée et cela avec des bactéries déphosphatantes aérobies facultatives.

Au cours de cette étude nous avons optimisé les paramètres (vitesse d'écoulement et concentration des phosphates) afin de connaître leur influence sur le rendement de déphosphatation biologique.

Mots clés : Déphosphatation biologique, réacteur batch séquentiel, bactérie déphosphatante.

Abstract:

The objective of this work is to study the feasibility of a method of treatment of phosphate pollution; the first is a device in free culture, the second in set and this culture with optional phosphorus removal aerobic bacteria.

During this study we optimized the parameters (speed of flow and concentration of phosphors) in order to know their influence on the biological output of phosphate removal.

Keywords: biological phosphorus removal, sequential batch reactor, phosphorus removal bacteria.

Remerciements

*Je remercie avant tout Allah le tout puissant de m'avoir donné la foi,
la santé et la volonté de mener à bien mon projet.*

*Ce travail a été réalisé à l'Unité de Recherche " Ingénierie et
Environnement" Génie l'Environnement de l'Ecole Nationale
Polytechnique.*

*Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à mes
promotrices Madame **N.ABDI** et Madame **F.BOUAMRA** pour leur
aide très précieuse, leur patience, leur compréhension, ainsi que
leurs conseils, recommandations et remarques constructives qui ont
permis l'aboutissement de ce travail.*

*Mes remerciements s'adressent à Monsieur **M. DROUCHE**
Professeur à l'E.N.P, pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury
de ma soutenance.*

*Je remercie également Madame **O.KITOUS** Docteur à l'E.N.P, qui m'a
fait l'honneur d'examiner ce modeste travail.*

*Ma profonde gratitude à toutes les personnes ayant contribué à ma
formation.*

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

INTRODUCTION GENERALE 1

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LE PHOSPHORE

Introduction 2

I.1. Généralités 2

I.2. Les différentes formes du phosphore 3

I.3. Origine de phosphore dans les eaux résiduaires 5

I.4 Les interactions entre les micro-organismes et le phosphore dans les eaux 5

I.5. Le rôle du phosphore dans la cellule bactérienne 6

I.6. Le phosphore élément indispensable mais néfaste lorsqu'il est en excès 6

I.7. Limite et réglementation des rejets en phosphate 7

CHAPITRE II : TRAITEMENT DE PHOSPHORE

Introduction 8

II.1. Déphosphatation physico-chimique 8

II.2. Les procédés mécaniques de séparation 11

II.3. Déphosphatation biologique 11

CHAPITRE III : DEPHOSPHATATION BIOLOGIQUE PAR UNE BIOMASSE

Introduction 15

III.1 Déphosphatation biologique par une biomasse libre 15

III.2. Application de la déphosphatation biologique par une biomasse libre 15

III.3. Déphosphatation par une biomasse fixée 17

III.4. Avantages de l'épuration par une biomasse fixée par rapport à labiomasse en suspension 18

III.5. Mécanismes bactériens de la déphosphatation biologique 18

III.6. Les microorganismes responsables de l'élimination du phosphore 19

III.7. Procédé biologique à culture libre : le SBR 19

III.8. Facteurs dont dépend le processus de déphosphatation biologique	20
---	-----------

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV: MATERIELS ET METHODES

IV.1. La sélection d'une biomasse déphosphatante dans un SBR	22
IV.1.1. Maquette de laboratoire	22
IV.1.2. Méthodes d'analyse	22
IV.1.3. Alimentation	23
IV.1.4. Mode opératoire	23
IV.1.5. Cycle d'opération du réacteur séquentiel :	23
IV.2. Déphosphatation biologique par une biomasse libre en continu.....	24
IV.2.1. Maquette de laboratoire	24
IV. 2. 2. Méthodes d'analyse	25
IV.2.3. Alimentation	25
IV.2.4. Mode opératoire	25
IV.3. Déphosphatation biologique par une biomasse fixée	27
IV.3.1. Maquette de laboratoire.....	27
IV.3.2. Méthodes d'analyse	29
IV. 3.3. Alimentation.....	29
IV.3.4. Mode opératoire	29
IV.3. 5.1. Lavage du réacteur	29
IV.3.5.2. L'ensemencement du réacteur.....	29
IV.3.5.3. Cycle d'opération du réacteur séquentiel.....	30

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

V.1 : Adaptation de la biomasse	32
V.2 : Déphosphatation biologique par une biomasse libre	32
V.3 Influence de la vitesse d'écoulement sur le rendement de la déphosphatation par une biomasse fixée	35
V.4. Influence de la concentration initiale en phosphore sur le rendement de la déphosphatation par une biomasse fixée	42
Conclusion générale.....	46

Références bibliographiques

Liste des Annexes

Liste des tableaux

Tableau IV.1 : Caractéristique de l'appareillage.	22
Tableau IV.2 : Méthodes d'analyses.	22
Tableau IV.3 : Composition de l'effluent synthétique.	23
Tableau IV.4 : Caractéristiques des appareillages.	25
Tableau IV.5 : Caractéristiques de l'appareillage.....	27
Tableau IV.6 : Caractéristique de la colonne (réacteur).	27
Tableau IV.7 : Caractéristiques du grignon d'olive.....	28
Tableau IV.8 : Méthodes d'analyse.	29
Tableau V.1 : Influence de la vitesse sur les différents rendements dans le réacteur.....	41
Tableau V.2 : Influence de [Pi] sur les rendements dans le réacteur avec $Q= 0,2$ L/h.....	45

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma simplifié des espèces chimiques du phosphore (C.O.R.P.E.N, 1998).....	4
Figure II.1 : Variation de la solubilité des phosphates de Ca, Al et Fe en fonction du pH (Jenkins et al., 1971).	10
Figure II.2 : Modèle biochimique anaérobie simplifié d'une bactérie déphosphatante(Comeau, 1990a)	12
Figure II.3 : Modèle biochimique aérobie simplifié d'une bactérie déphosphatante(Comeau, 1990a).	13
Figure III.1 : Schéma minimal d'un traitement par boues activées : cas d'élimination de la pollution phosphorée. (Technique de l'ingénieur, 1993).	15
Figure IV.1 : Cycle opératoire de SBR pour l'adaptation de la biomasse.	24
Figure IV.2 : Dispositif expérimental de la déphosphatation à biomasse libre	26
Figure IV.3 : Dispositif expérimental de déphosphatation à biomasse fixée.	31
Figure V.1 : Rendement de l'adaptation de biomasse déphosphatante.	32
Figure V.2 : Rendement de déphosphatation	33
Figure V.3 : Evolution de [P], [DCO] en fonction de temps.	34
Figure V.4 : Rendement de déphosphatation de la nouvelle biomasse.	34
Figure V.5.a : Evolution des [P] [NO ₂ ⁻] [NO ₃ ⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur. Q= 0.2 L/h	36
Figure V.5.b : Evolution des [P] [NO ₂ ⁻] [NO ₃ ⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur. Q= 0.35 L/h.....	38
Figure V.5.c : Evolution des [P] [NO ₂ ⁻] [NO ₃ ⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur. Q= 0.1 L/h	39
Figure V.6.a : Rendement du relarguage pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h.....	41
Figure V.6.b : Rendement de la consommation pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h	42
Figure V.6.c : Rendement de la déphosphatation pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h.....	42
Figure V.7.a : Evolution des [PO ₄ ³⁻] [NO ₂ ⁻] [NO ₃ ⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur. Q= 0,2 L/h ; [Pi] = 20 mg/L.....	43
Figure V.7.b : Evolution des [PO ₄ ³⁻] [NO ₂ ⁻] [NO ₃ ⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur. Q= 0,2 L/h ; [Pi] = 40 mg/L.....	44

Liste des abréviations

AGV : Acides gras volatils

bio-P : Bactéries déphosphatantes

DCO : Demande chimique en oxygène

DTS : Distribution de temps de séjour

PAO : Polyphosphate accumulating organisms

PHA : Polyhydroxyalkanoates

PHB : Polyhydroxybutyrate

Poly-P : Polyphosphates inorganiques

PVC : Polychlorure de vinyle

SBR : Réacteur biologique séquentiel

INTRODUCTION
GENERALE

Le phosphore est un élément rare dans la lithosphère mais essentiel pour le vivant. Introduit massivement dans l'environnement depuis la fin de la seconde guerre mondiale sous forme d'engrais phosphatés et d'agents détersifs dans les lessives, il est depuis les années 70 (**Vollenweider, 1968**), désigné comme le principal responsable de l'eutrophisation des lacs mais aussi des rivières.

Ce dysfonctionnement concerne également les zones côtières dont la seule source appréciable de phosphore provient du lessivage des bassins versants et de son transport par les rivières (**Billen and Garnier, 1997; Cugier et al. 2003 soumis; Filippelli, 2002; Garnier et al., 2001a**)

La plupart des scientifiques croient que le phosphore est le nutriment limitant principal et clé dans les systèmes d'eau douce qui est un stimulant pour les algues, les plantes aquatiques et la croissance de micro-organismes photosynthétiques et il devrait être enlevé pour empêcher le phénomène d'eutrophisation (**Olli et al, 2009; Kney et al. , 2004**).

Les problèmes causés par l'eutrophisation y compris la diminution des niveaux d'eau, de l'oxygène, la mort des espèces aquatiques, mène par conséquent à des dommages tels que la destruction de l'écosystème, la réduction de la biodiversité et enfin des dommages économiques (**Yamada et al. 2012**).

La réduction à la source des flux de phosphore véhiculés par les eaux usées ne peut conduire à une diminution suffisante des quantités rejetées au milieu naturel. En effet, le métabolisme humain ne peut être réduit ; un traitement approprié des eaux usées par une filière correctement dimensionnée et exploitée est nécessaire pour réduire les flux rejetés au milieu naturel (**G. Deronzier et al, 2004**).

Le travail présenté dans ce document s'appuie sur l'optimisation des paramètres physico-chimiques et biologiques pour une meilleure déphosphatation biologique. Le mémoire s'articule autour de deux grandes parties, La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique portant sur : des généralités sur le phosphore, le traitement du phosphore et la déphosphatation biologique en présence de biomasse libre.

Dans la seconde partie : matériel et méthodologies, résultats obtenus et leurs discussions.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I :
GENERALITES SUR
LE PHOSPHORE

Introduction :

Le phosphore (P) est un élément chimique non métallique abondant dans la nature. Il est le onzième constituant de la croûte terrestre (0.12%) (**I. Beaudin, 2006**). C'est un élément rare dans l'environnement naturel mais de grande importance écologique (**J. Némery, 2003**).

Il est indispensable pour les organismes vivants : Êtres humains, animaux, plantes et microorganismes, tous dépendent entièrement du phosphore pour vivre et se reproduire. (**J. Laurent 1994**).

Le matériel génétique des organismes vivants est constitué par les acides nucléiques (ADN et ARN) qui contiennent du phosphore. Cet élément entre également dans la composition des protéines (**Guide des analyses en pédologie, 1992**).

En ce qui concerne les plantes, le phosphore intervient comme élément nutritif indispensable à un grand nombre de processus biochimiques tels que la respiration ou la production d'énergie (photosynthèse). Dans le règne animal, le phosphore est également impliqué dans les processus énergétiques (formation et dégradation du glycogène des muscles, synthèse des protéines). Les dents et les os en contiennent beaucoup sous forme de phosphate de calcium.

Ainsi, le phosphore est un élément énergétique et génétique de la matière vivante (**B. Lemerrier, 2003**).

I.1. Généralités :

I.1.1. Historique :

La découverte du phosphore remonte en 1669 par Brandt un alchimiste Allemand de Hambourg. Il tire son nom du grec phos (lumière) et phoron (transporteur) en raison de la luminescence de sa variété blanche (**V. Porres**).

I.2.1. Propriétés :

Le phosphore (P) est un élément de la colonne n° 5 de la classification périodique. Il présente la structure électronique : $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$ et peut se figurer P : faisant apparaître un doublet non apparié et trois électrons libres. La covalence normale de P conduit au degré d'oxydation III, qui apparaît par exemple dans PCl_3 , PH_3 . L'arrangement est pyramidal, l'hybridation de P étant sp^3 .

Le doublet non lié de P peut conduire à des composés de degré d'oxydation V : POCl_3 , PO_4^{3-} (tétraédrique), PCl_5 (bipyramidal) (G. Martin, 1987).

I.2. Les différentes formes du phosphore :

I.2.1. Les formes allotropiques :

Le phosphore élémentaire se présente sous trois formes allotropiques : le phosphore blanc, le phosphore rouge et le phosphore noir. Le phosphore blanc est la forme solide élémentaire la plus dangereuse. Très réactive et extrêmement toxique, l'exposition à cette substance peut causer des brûlures, des nausées, des crampes, de la somnolence et mener à la mort (Lenntech, 1998). Toutefois, sa réaction rapide avec l'oxygène fait en sorte que le phosphore blanc est presque immédiatement transformé en produits moins nocifs.

Dans l'eau, les réactions sont moins rapides et il peut y avoir de l'accumulation dans les organismes aquatiques, comme dans les sols. Chauffé à des températures modérées (200 °C - 300 °C), le phosphore blanc se transforme en phosphore rouge. Cette forme non toxique et relativement stable dans l'air est couramment utilisée comme amorce pour les allumettes.

Le phosphore noir existe quant à lui sous deux formes : cristalline et amorphe. C'est la forme la plus stable on le retrouve généralement sous forme de phosphate (I. Beaudin, 2006).

I.2.2. Les formes chimiques :

Dans l'environnement, le phosphore est présent sous différentes formes. On distingue les formes dissoutes et les formes particulières (J. Rodier, 2009). Et leurs disponibilités

Figure I.1.

a. Le phosphore dissout :

Il est présent dans les eaux usées et la solution du sol. Il comprend des composés minéraux et organiques (J. Haulon, 2008)

Formes minérales : comme les ions orthophosphates (surtout sous forme HPO_4^{2-} et PO_4^{3-}) libres ou associés à la matière organique sous forme de colloïdes, les différents anions de l'acide phosphorique et les polyphosphates.

Formes organiques : Ce sont essentiellement les trioses phosphates, les acides nucléiques, les phospholipides, les acides phosphoriques de sucre et leurs formes dégradées.

b. Le phosphore particulaire :

Il regroupe toutes les formes de phosphore liées aux minéraux, à des débris divers ou incorporées dans les organismes (C. Aubert, 2007).

Le phosphore particulaire minéral peut être lié au calcium (apatite), au fer (strengite), à l'aluminium (variscite), ou encore aux argiles, mais il peut aussi être associé à un grand nombre de minéraux. Sa minéralogie est extrêmement complexe et encore peu connue. Les phytines ou phytates constituent la principale forme de phosphore organique particulaire dans les sols.

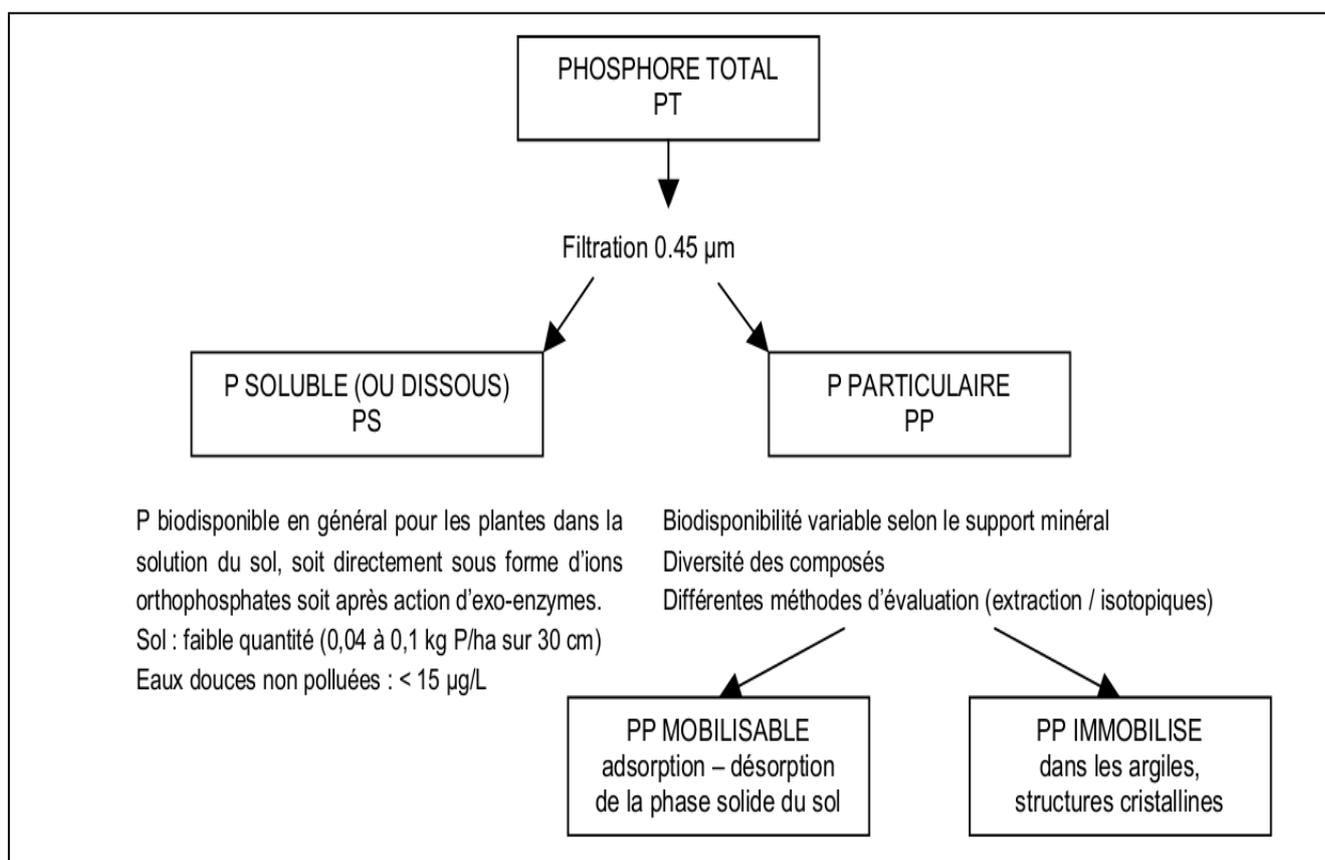


Figure I.1 : Schéma simplifié des espèces chimiques du phosphore (C.O.R.P.E.N, 1998)

I.3. Origine du phosphore dans les eaux résiduaires :

L'origine du phosphore dans les eaux usées est déduite de la connaissance des sources de phosphore naturel et de son utilisation. Elle est multiple (**Villebrun, 1989**). Le phosphore provient :

- du métabolisme humain : un homme excrète entre 1 et 2 grammes de P par jour. Il s'agit de l'apport principal en phosphore dans les cours d'eau (**Dernat et al. 1994**) ;
- des produits lessiviels et de nettoyage : 1 à 2 grammes de P par jour et par habitation (en diminution) ;
- des rejets industriels : les effluents d'industries agro-alimentaires, d'abattoirs, de laveries industrielles, d'industries de traitement de surface et d'industries chimiques spécialisées. Ils véhiculent une quantité de composés phosphorés à peu près équivalente à celle des eaux usées domestiques, pour des régions relativement urbanisées;
- les rejets agricoles ou d'origine naturelle sont retenus dans les sols et ne se retrouvent pas dans les eaux usées. Les eaux de surface peuvent éventuellement en contenir en raison de l'érosion et du ruissellement entraînant des particules de sol dans les cours d'eau.

I.4 Les interactions entre les micro-organismes et le phosphore dans les eaux :

L'action des micro-organismes sur le phosphore des eaux est pour la plupart le résultat des réactions de transfert (**G. Martin, 1987**) :

- Transfert d'une forme insoluble immobilisée à un composé soluble ou mobile, c'est-à-dire solubilisation des phosphates insolubles par voie microbiologique.
- Transfert des formes organiques à des formes inorganiques c'est-à-dire minéralisation du phosphore organique.

La solubilisation : Les micro-organismes responsables de la dissolution microbiologique des phosphates appartiennent à des genres très divers : *Azotobacter chroococcum*, *Bacillus* spp. *Brady rhizobium* spp. *Enterobacter agglomerans*, *Pseudomonas putida* et *Rhizobium* spp (**Khan et al. 2009**)

Ces micro-organismes produisent des acides organiques provoquant la solubilisation des phosphates insolubles. Par la suite le phosphore inorganique sera assimilé par les micro-organismes sous formes de composés phosphorés organiques.

La minéralisation : La minéralisation du phosphore organique s'effectue par les enzymes type phosphatases. De nombreux micro-organismes, bactéries et champignons, produisent ces enzymes qui libèrent les phosphates inorganiques à partir des composés organiques phosphorés.

I.5. Le rôle du phosphore dans la cellule bactérienne :

Le phosphore est un élément indispensable à la bactérie comme à tout organisme vivant. Il joue un double rôle chez les micro-organismes :

- D'une part un rôle plastique car il est nécessaire à l'édification de l'organisme au niveau de sa membrane et de ses parois ainsi que de son matériel génétique.
- D'autre part un rôle énergétique puisque l'essentiel des métabolismes repose sur ces mécanismes de phosphorylation - déphosphorylation pour fournir à la cellule l'énergie nécessaire à la vie. Il n'est donc pas étonnant de trouver une activité déphosphatante lors du traitement biologique des eaux usées

I.6. Le phosphore élément indispensable mais néfaste lorsqu'il est en excès :

Le phosphore n'est pas toxique intrinsèquement pour la faune et la flore terrestre et aquatique. Par contre, l'eutrophisation est la conséquence directe majeure d'un excès de phosphore dans le milieu et ses effets sont très préoccupants à de nombreux niveaux. Une concentration en phosphore supérieure à 0.1mg/L est suffisante pour y déclencher la marée verte. (**A. E Durrant, 1999**). Ce phénomène se traduit par le développement excessif d'algues qui agissent par plusieurs mécanismes sur l'équilibre biologique du milieu, en limitant le passage de la lumière et en consommant de grandes quantités d'oxygène. Ces algues ont une durée de vie assez courte et se décomposent rapidement. Cette décomposition organique se traduit par une forte demande en oxygène du milieu. Leur dégradation augmente la teneur en matière organique de l'eau, favorisant le développement de microorganismes produisant des toxiques, tels que les cyanobactéries, qui sont capables de détruire presque totalement l'écosystème du plan d'eau contaminé. (**Marie-Line Daumer, 2007**)

Le déficit en oxygène crée des conditions anaérobies dont les premières conséquences sont :

- Le dégagement d'odeur nauséabonde.
- Le colmatage progressif du milieu récepteur, ce qui conduit à son asphyxie.
- La mort des poissons. (DUCHEMIN J et al., 1988)

C'est pourquoi la nécessité d'éviter le rejet incontrôlé de phosphore dans les effluents est maintenant intégrée dans la démarche de la plupart des utilisateurs du phosphore : industriels, industriels spécialisés dans le traitement des eaux, agriculteurs et même particuliers.

I.7. Limite et réglementation des rejets en phosphates :

Tout effluent traité, pour pouvoir être rejeté dans un milieu récepteur (cours d'eau, lacs, étangs et mer) doit respecter les normes de rejets.

Le niveau de rejet du phosphore dans les eaux naturelles est fixé selon la sensibilité du milieu receveur. La température des effluents rejetés doit être inférieure à 30 °C, un écart de 5°C est toléré et leur pH doit être compris, entre 5,5 et 9,5. Le débit maximal journalier autorisé dépasse le 1/10^{ème} du débit nominal du cours d'eau ou s'il est supérieur à 100 m³/j, un arrêté d'autorisation fixe une limite au débit journalier ainsi qu'une valeur limite instantanée.

La valeur limite à ne pas dépasser est de 2 mg/L selon les normes Algériennes (**Journal Officiel Algérien, 1993**), et comparées aux normes Françaises (**Journal Officiel Français, 1997**), c'est 1 mg/L, si le flux journalier max est supérieur à 15 kg/j.

CHAPITRE II :
TRAITEMENT
DE PHOSPHORE

Introduction :

Le déversement du phosphore dans les cours d'eau provoque leur eutrophisation. Bien qu'elle soit causée aussi par le carbone et l'azote, le phosphore est l'élément limitant. Ainsi, il est important de le contrôler.

Trois grands types de procédés sont développés pour concentrer le phosphore dans la fraction solide (**Maurer et Boller, 1998**).

- Les procédés physico-chimiques qui consistent à précipiter le phosphore par modification des conditions du milieu (pH) et/ou par ajout de réactifs,
- Les procédés biologiques qui consistent à créer les conditions favorables à la croissance de micro-organismes capables d'accumuler le phosphore au-delà de leurs stricts besoins de croissance,
- Les procédés mécaniques de séparation.

La combinaison de deux ou trois de ces possibilités permet d'atteindre des objectifs de qualité des rejets élevés (**Deronzier et Choubert, 2004**).

II.1. Déphosphatation physico-chimique :

La mise en liaison d'espèces chimiques conduit au développement de structures tridimensionnelles (néoformation de minéraux diversement cristallisés) (**Sposito, 1984**). L'abattement de la pollution phosphatée par cette technique consiste donc à faire réagir le phosphore dissous des eaux usées avec des sels de fer, d'aluminium, du calcium ou de magnésium pour obtenir des formes particulières qui seront ensuite séparées des eaux par filtration (**Jenkins et al., 1971**). Le traitement du phosphate par précipitation chimique peut être utilisé séparément ou en complément des techniques biologiques.

Dans la chaîne, au niveau du traitement tertiaire, les quantités de réactifs varient d'une station à l'autre, elles dépendent de la concentration en phosphates de l'effluent mais aussi des conditions physico-chimiques du milieu (pH, alcalinité, espèces organiques dissoutes, etc.), et des conditions de brassage (**Maurer et Boller, 1999**). Par ailleurs, la distribution des formes phosphatées et donc leur précipitation est gouvernée par le pH, (**figure II.1**), tout comme la solubilité des précipités.

II.1.1. Précipitation par les sels de fer :

Parmi les sels métalliques à base de fer, on distingue ceux associés au fer ferrique (fer III ou Fe^{3+}), et ceux associés au fer ferreux (fer II ou Fe^{2+}). La réaction mise en jeu a besoin de beaucoup d'oxygène, les ions ferreux et ferriques assurent une bonne efficacité d'élimination à différents pH (ferriques plutôt à pH acide, et ferreux plutôt à pH alcalin). Dans tous les cas une bonne efficacité d'élimination est obtenue à pH égale à 7 (qui est le pH des eaux usées) (F.Cabanes, 2006). Les ions Fe sont ajoutés en excès en solution à cause des réactions de compétition en fonction de la composition de l'eau (A. Durrant, 1999).

II.1.2. Précipitation par les sels d'aluminium

L'ion aluminium utilisé pour la précipitation du phosphore est combiné avec les ions sulfates, sodiums, chlorures ou hydroxydes au sein des réactifs (G. Deronzier et al, 2004). La plupart du temps l'aluminium est ajouté dans la solution sous forme de sulfate d'aluminium. La réaction de base décrivant le phénomène peut s'écrire : (V. Pambrun, 2005)

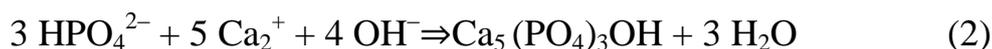


Dans les conditions de stœchiométrie, l'ion aluminium (Al_3^+) réagit avec un ion phosphate (PO_4^{3-}). En réalité, le dosage à appliquer est un dosage en excès d'Al pour les mêmes raisons que le fer. Le pH de l'effluent à traiter est d'une importance particulière pour la précipitation de l'aluminium. L'efficacité maximale du sulfate d'aluminium se situe aux alentours de pH 5,5 à 6,5.

Cependant, pour une élimination plus efficace, le pH de la solution doit être légèrement supérieur pour anticiper une baisse de pH causée par un excès de sel d'aluminium (F.Cabanes, 2006).

II.1.3. Précipitation par les sels de calcium

On citera l'utilisation dans de très rares cas de la chaux seule (CaO) comme réactif de précipitation du phosphore. L'addition de chaux dans une eau résiduaire précipite les orthophosphates principalement sous forme d'hydroxyapatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$:



La solubilité de l'hydroxyapatite diminue avec l'augmentation du pH et par conséquent l'élimination du phosphore croît avec le pH. Les doses de fer employées sont généralement comprises entre 10 et 120 g Fe par m³d'eau brute, légèrement inférieures pour l'aluminium, et jusqu'à 10% de la masse brute pour le calcium (A. Guivarch, 2001).

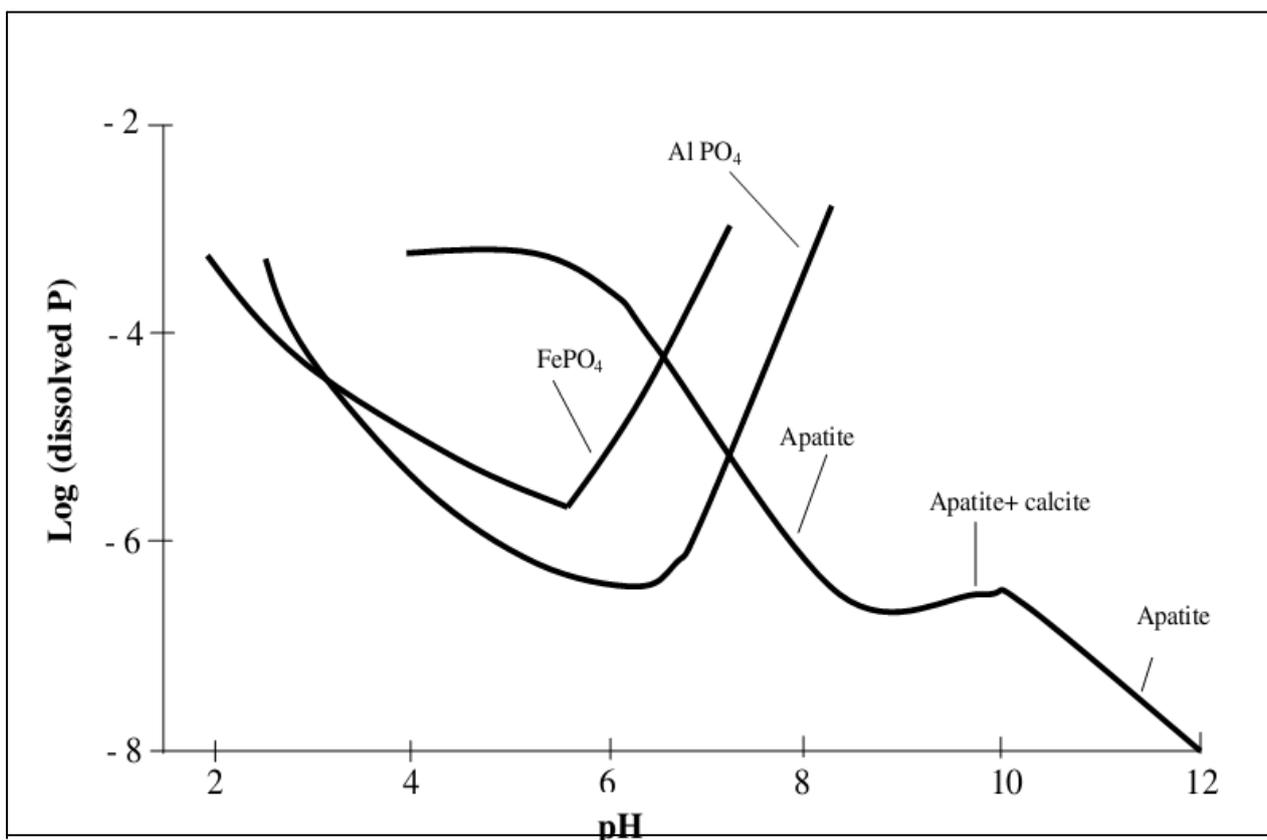


Figure II.1 : Variation de la solubilité des phosphates de Ca, Al et Fe en fonction du pH (Jenkins et al. 1971).

II.1.4. Rendement de la déphosphatation physico-chimique :

L'un des enjeux de la déphosphatation physico-chimique réside à présent dans le développement de procédés fiables, économiques et applicables à grande échelle dans des stations d'épuration, permettant la formation de sels de phosphates non métalliques.

Deux pistes sont à ce jour explorées:

- La formation de phosphates de calcium : ces molécules sont les mêmes que celles qui se trouvent dans les minerais, et sont donc utilisables par l'industrie des phosphates.
- La formation de struvite : ce sont des phosphates ammoniacaux de potassium ou de magnésium. Ces molécules contiennent de l'azote ammoniacal et sont donc bien adaptées à la production d'engrais (**V. Pambrun, 2005**).

II.2. Les procédés mécaniques de séparation :

Les procédés mécaniques permettent d'extraire le phosphore particulaire de l'effluent soit par décantation, soit à l'aide d'une filtration sous vide. Ils contribuent de façon marginale au traitement du phosphore des eaux usées urbaines du fait de la forte proportion de phosphore dissous dans ce type d'effluent. En revanche, ils sont efficaces pour des effluents dans lesquels le phosphore particulaire est majoritaire.

II.3. Déphosphatation biologique :

Processus d'élimination biologiques du phosphore sont très efficaces et plus économiques par rapport aux processus physico-chimiques qui sont peu stables et également très chers, (**Huang et al. 2008**).

La déphosphatation biologique est basée sur la capacité de certains micro-organismes à accumuler le phosphore au-delà de leur besoin métabolique. Ce métabolisme est connu sous le nom d'EBPR en l'anglais: « Enhanced Biological Phosphate Removal» (**M. Daumer, 2007**).

Deux conditions principales donc sont nécessaires pour assurer ce processus :

- L'exposition de la biomasse à une alternance anaérobie/aérobie (ou anaérobie/anoxie) pour créer un stress bactérien (**A. Durrant, 1999**).
- La présence de substrats organiques simples, particulièrement les acides gras volatils (AGV), pendant la phase anaérobie (**T. Baljic et al, 2002**).

Lors de la phase anaérobie, les acides gras volatils (AGV) présents (provenant d'un fermenteur ou par ajout) dans la solution que l'on veut déphosphater sont assimilés par la bactérie déphosphatante et stockés sous forme de poly-hydroxy-alkanoates ou PHA. La dégradation des polyphosphates présents dans le matériel cellulaire des bactéries

déphosphatantes en phosphates inorganiques fournit une partie de l'énergie nécessaire pour la transformation des AGV en PHA. Le reste de l'énergie est fourni par le glycogène présent dans la cellule. Comme la représente la (figure II.2), les phosphates inorganiques produits lors de la dégradation des polyphosphates sont alors expulsés hors de la cellule. Suite à ce relargage, la concentration de phosphore dans la solution augmente.

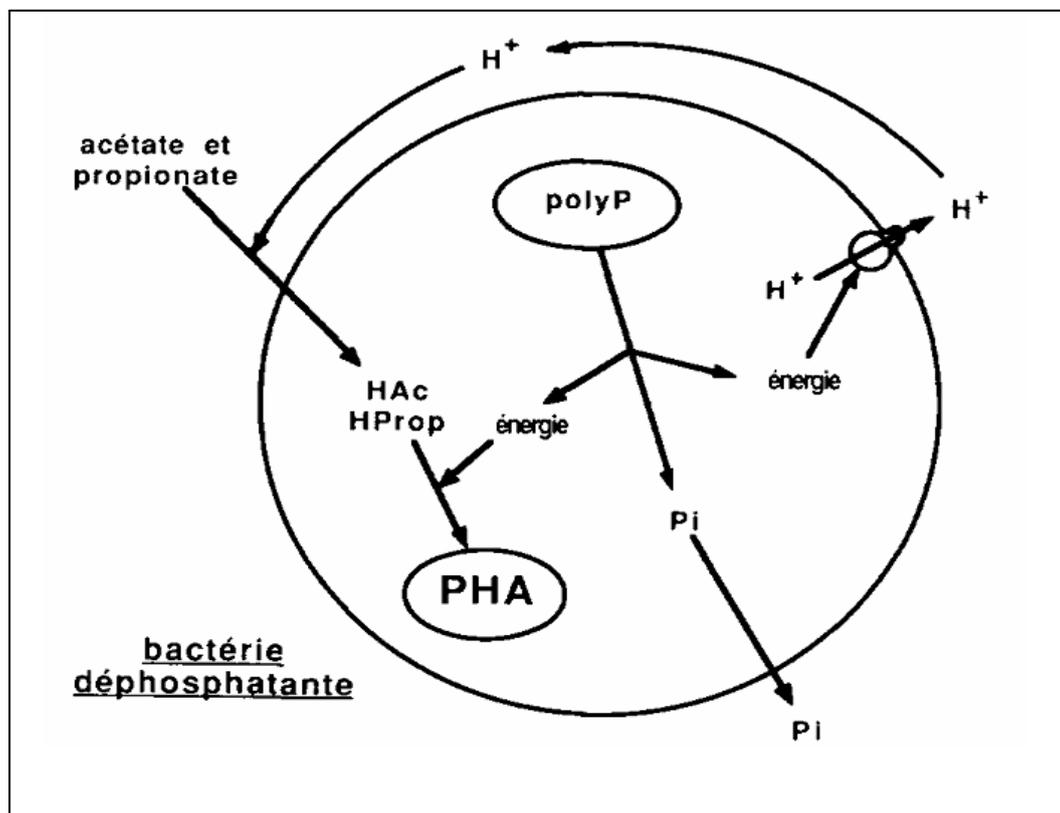


Figure II.2 : Modèle biochimique anaérobie simplifié d'une bactérie déphosphatante (Comeau, 1990a)

La phase aérobie permet ensuite d'abaisser la concentration de phosphore dans la solution à une valeur inférieure à la concentration initiale. En effet, les conditions favorables à la croissance reviennent avec l'aération. Le phosphore est ainsi réassimilé par la bactérie pour ses besoins de croissance. L'énergie pour retransformer le phosphore en polyphosphates provient en partie des réserves de PHA ainsi que représenté sur la (figure II.3), la bactérie ayant accumulé une quantité importante de PHA lors de la phase anaérobie, il en résulte une surconsommation de phosphore, d'où une concentration de phosphore en solution inférieure à celle précédant le cycle (anaérobie/aérobie).

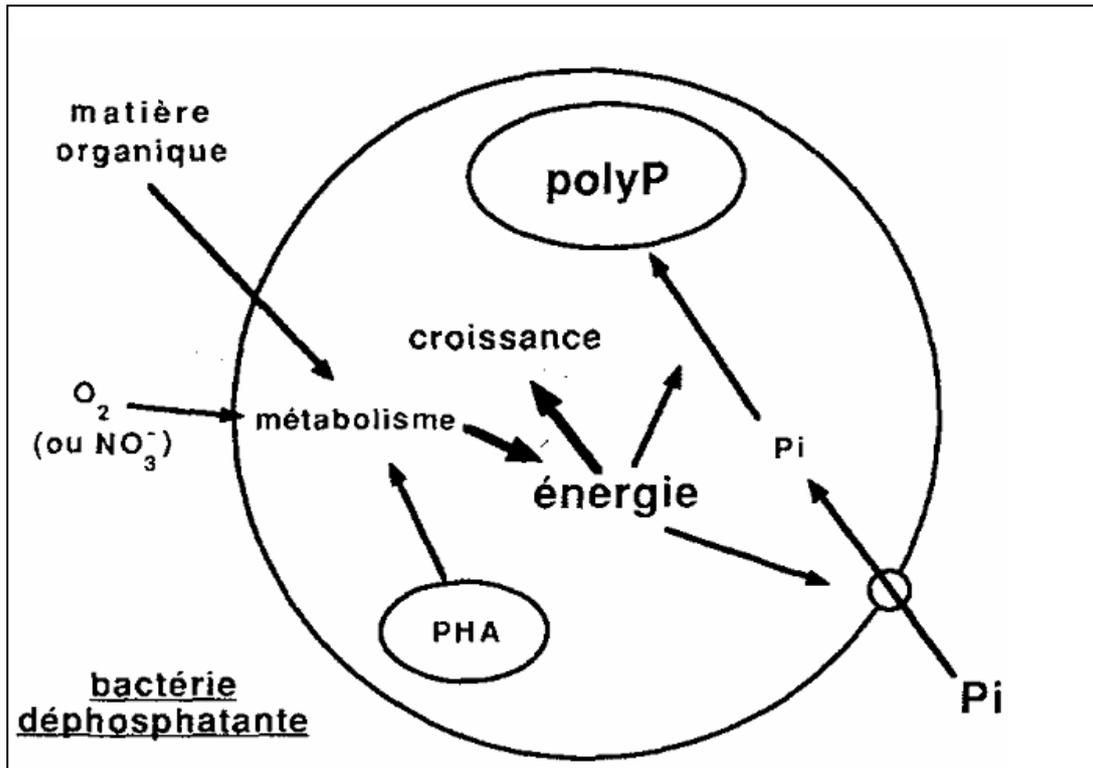


Figure II.3 : Modèle biochimique aérobie simplifié d'une bactérie déphosphatante (Comeau, 1990a).

Différents modèles métaboliques ont été développés pour expliquer de façon poussée ce qui se passe réellement lors de ce phénomène. Comeau (1990a) ; Smolders et al. (1994a, 1994b, 1995) peuvent être consultés pour en savoir plus sur le métabolisme des micro-organismes déphosphatants.

La présence de nitrates doit faire l'objet d'une attention particulière afin d'assurer le bon fonctionnement de cette méthode. En effet, deux types de bactéries déphosphatantes doivent être distingués: les déphosphatantes dénitrifiantes et les déphosphatantes non-dénitrifiantes (Comeau, 1990a). Cette distinction prend son sens lorsqu'on considère la présence des nitrates dans la phase anaérobie du procédé de déphosphatation biologique. En effet, lorsque des nitrates se retrouvent dans la zone anaérobie, on parle plutôt d'une zone anoxie. Les déphosphatantes dénitrifiantes ont alors un métabolisme aérobie puisque les nitrates remplacent l'oxygène comme accepteurs d'électrons à la chaîne de transport d'électron (Kuba et al., 1996, 1997a). Par contre, les déphosphatantes non-dénitrifiantes conservent un métabolisme anaérobie puisqu'elles sont incapables d'utiliser les nitrates comme accepteurs d'électron. Il s'ensuit que les dénitrifiantes consomment des phosphates en solution alors que les non-dénitrifiantes en

relarguent. L'efficacité du système dépend alors de la quantité de chaque type de bactéries déphosphatantes présentes dans la solution.

Les bactéries dénitrifiantes non-déphosphatantes viennent s'ajouter aux déphosphatantes dénitrifiantes et aux déphosphatantes non-dénitrifiantes. Lorsqu'elles sont présentes dans la zone anaérobie et que des nitrates s'y trouvent, les dénitrifiantes non-déphosphatantes entrent en compétition directe avec les déphosphatantes pour la matière organique disponible (l'acétate). Le fait de consommer la matière organique sans pouvoir subséquemment accumuler les phosphates (comme le feraient les déphosphatantes dénitrifiantes lors de la phase aérobie), laisse moins de substrat aux déphosphatantes qui l'accumulent sous forme de PHA. En ayant moins de PHA, une moins grande quantité de phosphates en solution est assimilée par les déphosphatantes non-dénitrifiantes lors de la phase aérobie ou par les déphosphatantes dénitrifiantes lors d'une phase anoxie.

La présence de nitrates a donc un effet néfaste sur la déphosphatation puisqu'elle encourage la consommation par les dénitrifiantes du substrat disponible pour le stockage en PHA par les déphosphatantes. Lorsque les nitrates sont absents et que des bactéries dénitrifiantes non déphosphatantes sont présentes, les déphosphatantes ne semblent pas souffrir de la compétition si le seul substrat disponible est l'acétate (**Cech et al., 1993**).

CHAPITRE III :
DEPHOSPHATATION
BIOLOGIQUE PAR UNE
BIOMASSE

Introduction :

Le système de traitement par boues activées a été mis en point pour la première fois au début du XX^{ème} siècle à Manchester (Angleterre). Il a été employé de façon empirique pour l'épuration des eaux usées en utilisant l'oxygène afin de dégrader la matière polluante. Tous les fondements de la théorie de ce procédé ont été développés au cours des années suivantes et ce très lentement.

Au fil du temps, le processus de traitement par boue activées a subi des modifications par rapport à son application originale, afin d'augmenter sa performance dans l'optique d'avoir un rejet final de meilleure qualité. Au-delà de l'élimination de la pollution carbonée ce procédé est actuellement utilisé pour la dégradation simultanée des nutriments, surtout celle de l'azote.

III.1 Déphosphatation biologique par une biomasse libre :

Cette méthode exige de mettre en place un bassin biologique possédant deux zones qui se succèdent, la première en anaérobiose (absence d'oxygène dissous) et la seconde en aérobie. En pratique, la recirculation des boues en tête du bassin biologique permet de placer les bactéries en conditions de stress. Elles ont alors tendance à sur-accumuler le phosphore dans le compartiment aérobie (C. Delmare et all, 2010).

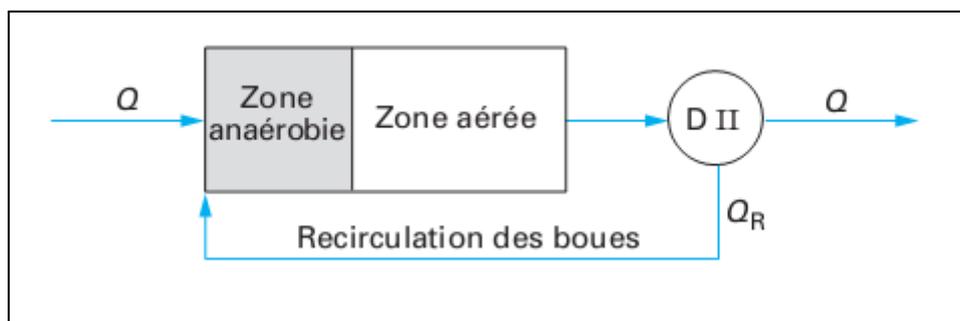


Figure III.1 : Schéma minimal d'un traitement par boues activées dans l'élimination de la pollution phosphorée. (Technique de l'ingénieur, 1993).

III.2. Application de la déphosphatation biologique par une biomasse libre :

Les différents systèmes de traitements du phosphore par boues activées cités dans la littérature sont les suivants :

a. Procédé Bardenpho :

C'est le premier procédé du type dénitrification-déphosphatation (1973). Il comporte une zone d'anoxie, un réacteur aérobie, une seconde zone d'anoxie où se réalise la dénitrification endogène et enfin une zone aérobie de réactivation (**J. Laurent, 1994**).

Des mesures de la concentration en phosphore dans les différents compartiments ont montré un relargage massif de phosphore dans le troisième bassin, dans la mesure où celui-ci ne contenait pas de nitrates. Ce fut la première mise en évidence du rôle néfaste des nitrates sur le relargage des orthophosphates. (**G. martin, 1997**).

b. Procédé Phoredox :

Barnard (1976) plaça une zone anaérobie en tête du traitement pour créer le stress bactérien nécessaire à la déphosphatation. Ce procédé fut appelé Phoredox (**G. martin, 1997**). Dans le bassin anaérobie sont introduits l'eau brute et le recyclage des boues issues du clarificateur. La liqueur mixte venant du bassin d'aération est recyclée dans la zone anoxie. Dans la mesure où les boues venant du clarificateur ne contiennent que peu de nitrates, les conditions d'anaérobiose stricte sont plus faciles à tenir que dans la configuration Bardenpho.

c. Procédé Phoredox modifié :

Il s'agit d'une simplification du système Phoredox dans lequel on a supprimé la seconde zone d'anoxie et la zone de réaération dans l'optique d'une réduction des coûts d'investissement (**J. Laurent, 1994**).

d. Procédé UCT :

Pour minimiser l'effet des nitrates, (**Marais et Coll. 1980**), proposent le procédé UCT (University of Cap Town). Les boues secondaires sont recirculées dans le bassin anoxique et non dans le bassin anaérobie. Une nouvelle boucle de recirculation est introduite entre ces deux bassins anaérobies. En maintenant un taux de recirculation approprié, il est possible d'obtenir une concentration en nitrates, nulle dans le bassin anoxique et, par conséquent, aucun nitrate n'est recyclé dans le bassin anaérobie (**G.martin, 1987**). Ce système a été modifié par les chercheurs de l'Université de Cap Town pour réduire les rapports NTK/DCO très élevés.

e. Procédé A/O et A2/O :

Le procédé A/O, développé aux Etats-Unis (1980), est composé d'un bassin anaérobie suivi d'un bassin aéré. Son originalité réside dans le fait qu'il est modulable, c'est-à-dire que le bassin de boue activées est divisé en modules que l'on peut aérer ou non, d'où sa souplesse de fonctionnement. La mise en place de la nitrification-dénitrification modifie ce procédé qui devient procédé A2/O, identique au phoredox modifié (**G. martin, 1987**).

III.3. Déphosphatation par une biomasse fixée :

Les procédés biologiques d'épuration par une culture fixée s'inspire de méthodes mises à l'épreuve dans l'épuration par le sol (**C. Gomella et al, 1983**). Ce concept est à la base de plusieurs procédés dont les plus répandus sont les lits bactériens, les disques biologiques et plus récemment les biofiltres immergés (**G. Grosclaude, 1999**).

Le principe de fonctionnement d'un lit bactérien consiste à faire ruisseler l'eau à traiter sur une masse de matériaux poreux ou caverneux, accumulés sur une hauteur convenable, qui sert de support aux micro-organismes épurateurs. Cette culture bactérienne colonise la surface du support solide en formant un biofilm (**M. Séguret, 1998**). Il s'agit d'une couche dense de bactéries, qui ont la capacité de produire des polymères leur permettant de former un film et d'adhérer à un support (**L. Julien, 2006**).

Le matériau de support sur lequel s'accroche le biofilm est l'élément essentiel du système. Il doit répondre à un double impératif : la fixation de la biomasse et la rétention physique des matières en suspension. À cette fin on peut utiliser des supports naturels comme du gravier et des pierrailles concassées dans le lit bactérien ou encore, des matériaux synthétiques pour les systèmes plus modernes. Plus récemment, sont apparus les supports plastiques, très légers, sans volume mort, et autoportants.

On pourra observer trois couches dans le biofilm, de l'extérieur vers l'intérieur (**F.Edeline, 1980**):

- Une couche aérobie en croissance, recevant du substrat.
- Une couche aérobie ne recevant pas de substrat, non en croissance, mais en respiration endogène.
- Une couche anaérobie ne recevant ni oxygène, ni substrat, qui opère en fermentation gazeuse.

III.4. Avantages de l'épuration par une biomasse fixée par rapport à la biomasse en suspension :

La capacité des cellules à se développer sous forme de biofilm leur confère des avantages décisifs par rapport aux cellules en suspension. Ces avantages comprennent **(D. Nicolas, 2008)** :

- Une accumulation élevée de biomasse dans le réacteur.
- Une plus grande stabilité, notamment aux variations subites (chocs) de la charge

(E. Cook et al, 1978).

- La biomasse en suspension peut être éliminée par l'écoulement liquide, alors que les bactéries du biofilm sont davantage protégées de ce phénomène de lessivage **(O. Wanner et al, 2006).**
- Le biofilm joue un rôle de barrière, aussi bien pour les composés néfastes à la croissance bactérienne que pour les substrats.
- Il y a indépendance entre le temps de rétention hydraulique et le temps de rétention de la biomasse sur les supports ce qui confère à cette technologie une flexibilité opérationnelle et donc une facilité d'opération exceptionnelle.
- Les biomasses immobilisées ont tendance à mieux décanter que les biomasses en suspension.
- Une sensibilité moindre aux basses températures.

III.5. Mécanismes bactériens de la déphosphatation biologique :

De nombreux travaux de recherche ont permis de comprendre le mécanisme d'élimination biologique du phosphore des eaux usées par suraccumulation des phosphates **(Y. Comeau, 1997)**. Dans une boue activée classique, la teneur en phosphore organique est de l'ordre de 2 % par gramme de biomasse (exprimée en matière volatile en suspension), dans une boue activée déphosphatante la teneur en phosphore organique peut atteindre 8 à 10 % par gramme de biomasse.

Les principaux groupes microbiens responsables de l'épuration des eaux usées se divisent en microorganismes :

- autotrophes (source de carbone inorganique : CO₂)
- hétérotrophes (source de carbone organique).

Parmi les hétérotrophes se trouvent les microorganismes supérieurs aérobies strictes tels les protozoaires et rotifères et la plupart des bactéries.

III.6. Les microorganismes responsables de l'élimination du phosphore :

Les bactéries impliquées dans la déphosphatation (bio-P) sont (**M. Wagner, 2002**) :

- Les PAO (polyphosphate accumulating organisms) : Ce sont des organismes capables de stocker des PHA (poly-hydroxy-alcanoates) en anaérobiose en utilisant de l'énergie issue de l'hydrolyse des phosphates et de consommer les orthophosphates en condition aérobie en hydrolysant les PHA.

Les travaux de (**Seviour et al. 2003**) montrent que les principales bactéries appartenant au groupe des PAO sont: *Acinetobacter* spp, *B-Proteobacteria*, *Actinobacteria* et *Rhodocyclus*.

On trouve parmi les espèces bactériennes responsables du phénomène de déphosphatation biologique, majoritairement, le genre *Acinetobacter* spp. C'est un coccobacille aérobie strict, gram négatif, utilisant comme substrat carboné : l'acétate, l'éthanol et le succinate mais en aucun cas le glucose et le lactose (**D. Pandolfi, 2006**).

III.7. Le procédé biologique à culture libre : le SBR

Les réacteurs discontinus séquentiels, communément appelés SBR (Sequencing Batch Reactor) regroupent des procédés dans lesquels les phases de réactions biologiques et les processus de décantation sont effectués au sein d'un bassin unique. Ces procédés, dont les premières implantations sont antérieures aux systèmes à boues activées, ont gagné un regain d'attractivité du fait de leurs avantages reconnus : efficacité, modularité, adaptabilité, automatisation possible.

De plus, le procédé SBR, en comparaison avec un procédé continu, exerce une pression de sélection en jouant sur les différentes cinétiques de croissance relativisant la présence de l'une ou l'autre des espèces de micro-organismes. La conséquence est la minimisation de l'apparition de bactéries filamenteuses par l'application de conditions d'alimentation et de non alimentation. D'autre part, le procédé SBR présente un intérêt par rapport aux procédés continus en relation avec les cinétiques de réactions : à la fin du remplissage les concentrations en substrat et donc les vitesses sont maximales. Autre raison de son usage

répandu qui est les frais financiers et opérationnels plutôt faibles que d'autres procédés d'élimination de nutriments communs (Kargi et Uygur, 2003; 2004).

III.8. Facteurs dont dépend le processus de déphosphatation biologique :

a. La charge organique :

La source de carbone utilisable par les bactéries déphosphatantes est la DCO facilement biodégradable. Elle est composée essentiellement d'acides gras volatils comme l'acide acétique (ou acétate de...), l'acide propionique (ou propionate de...), l'acide butyrique (ou butyrate de...). Les acides volatils présents dans les eaux usées sont généralement issus du processus de fermentation de molécules de plus grande taille. Afin d'assurer une déphosphatation efficace, les eaux usées doivent contenir une quantité minimale d'AGV comprise entre 25 et 100 mg/L pour chaque mg de P à éliminer (G. Deronzier et al, 2004).

b. Le pH :

Le pH est un facteur important régissant la déphosphatation biologique et intervient précisément au cours de la phase d'anaérobiose. Un pH bas entraîne une diminution du ratio phosphore relargué /acétate absorbé. En effet, l'augmentation du pH, de part et d'autre de la membrane cellulaire des bactéries, nécessite une énergie supplémentaire pour le transport de l'acétate. Une partie de l'énergie induite par l'hydrolyse des polyphosphates est donc dédiée à cette tâche alors que, dans des conditions de pH optimal, elle sert au stockage de PHB. Un pH de $6,8 \pm 0,7$ constitue une gamme acceptable (Liu et al, 1996).

c. La température :

Une augmentation de la température favorise l'élimination biologique du phosphore. Cela peut être expliqué comme suit :

- L'augmentation des vitesses de (relarguage/réabsorption) de phosphore, de consommation de substrat et de croissance bactérienne. Les mécanismes d'absorption et de relarguage de phosphore pouvant être ralentis à faible température (8-10 °C).
- L'augmentation substantielle de la quantité de substrats rapidement biodégradables (AGV) avec la température.

- L'amélioration de l'efficacité des processus de nitrification/dénitrification, ayant une répercussion positive sur la déphosphatation.

d. L'âge des boues :

Pour un âge de boues supérieur à 35 jours, la déphosphatation biologique n'est plus efficace (**Ekama et al, 1983**). La capacité d'accumulation de phosphore de la biomasse est alors saturée et le relargage dû à l'activité endogène augmente. Lorsque les boues sont plus jeunes, la vitesse de réaction est plus rapide. Un âge de boues d'environ 20 jours est compatible avec un bon rendement de déphosphatation biologique.

e. Présence d'oxygène et de nitrate dans la zone anaérobie :

En phase d'anaérobiose, l'oxygène qui peut être apporté par les eaux usées ou par les retours de boue, réduit, voire inhibe le phénomène de relargage. Il en est de même pour les nitrates, car le sous-groupe des bactéries déphosphatantes aérobies facultatives (intervenant dans le processus de dénitrification) oxyde les acides gras à l'aide des nitrates, au lieu de les transformer en PHA.

PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV :
MATERIEL
ET METHODES

IV.1. La sélection d'une biomasse déphosphatante dans un SBR :

IV.1.1. Maquette de laboratoire :

Dans le cadre de l'adaptation de la biomasse déphosphatante, le dispositif expérimental comprend :

- Un agitateur magnétique.
- Une pompe à air assurant l'aération en phase aérobie.
- Un réacteur discontinu avec un volume de travail de 1L

Les caractéristiques de l'appareillage utilisé sont mentionnées dans le **Tableau IV.1**

Tableau IV.1 : Caractéristiques de l'appareillage.

Appareil	Caractéristiques
Spectrophotomètre (UV- Visible)	PRIMLIGHT SECOMAM
Pompe à air	AQUARIUM AIR PUMP 220-240 VOLTS A.C
Agitateur magnétique	IKA ® RH basic 2

IV.1.2. Méthodes d'analyse :

Les différents paramètres suivis durant la sélection sont : les concentrations en phosphates, et en DCO.

Nous avons porté sur le **Tableau IV.2** les méthodes d'analyse utilisées et les normes correspondantes.

Tableau IV.2 : Méthodes d'analyses.

Paramètre	Méthode d'analyse	Norme
DCO	Colorimétrique	(Standard methods) Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Phosphates	Colorimétrique	ISO N° 6878

IV.1.3. Alimentation :

Pour l'étape de la sélection, nous avons préparé une l'alimentation (YUAN L, 2007) contenant de l'acétate de sodium, du chlorure d'ammonium et dihydrogénophosphate de potassium dans de l'eau de robinet.

La composition de l'effluent synthétique est donnée dans le **Tableau IV.3** :

Tableau IV.3 : Composition de l'effluent synthétique.

Alimentation
$P-PO_4^{3-} (KH_2PO_4) = 10mg.L^{-1}$
$N-NH_4^+ (NH_4Cl) = 10mg.L^{-1}$
$DCO = 350 mg.L^{-1}$

IV.1.4. Mode opératoire :

La boue acitvée provient du bassin aérobie de la station d'épuration de de Beni Messous.

Un volume de 0.5L a été prélevé, rincé , versé dans un erlen puis complétéà 1L avec de l'eau usée synthétique préparé préalablement.

Le remplissage avec l'eau synthétique est fait manuellement pour chacun des cycles, le pH ainsi que la température ont été contrôlés. Le pH est de 7,5 la durée d'un cycle est de 16h.

IV.1.5. Cycle d'opération du réacteur séquentiel :

Le fonctionnement séquentiel retenu pour notre étude est le suivant :

1. Phase anaérobie : le réacteur fonctionne en anaérobie pendant 8h.
2. Phase aérobie : Le réacteur fonctionne en aération pendant 8h.

Le cycle opératoire est représenté sur la **Figure IV.1**.

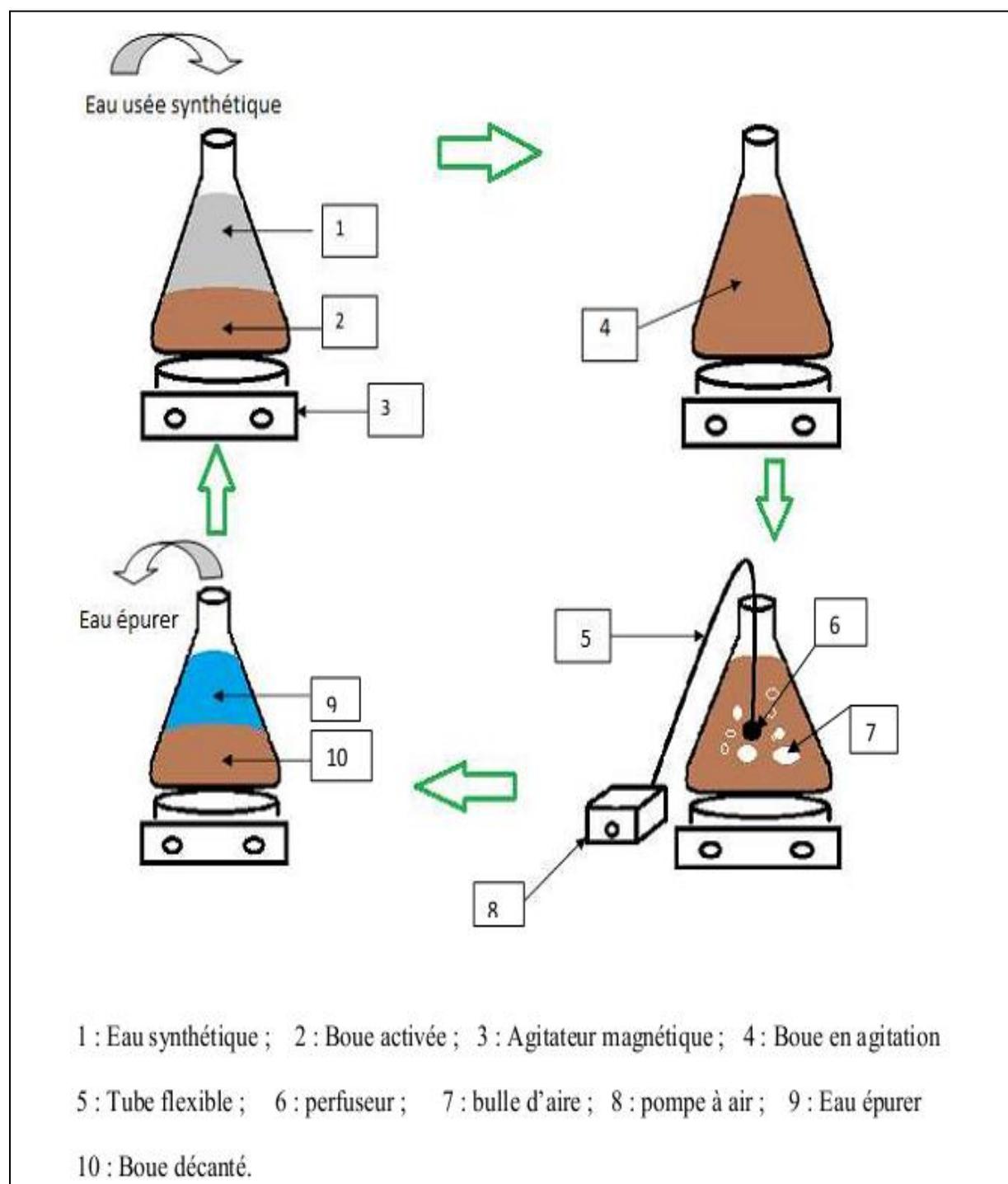


Figure IV.1 : Cycle opératoire de SBR pour l'adaptation de la biomasse.

IV.2. Déphosphatation biologique par une biomasse libre en continu

IV.2.1. Maquette de laboratoire :

Dans le cadre de la déphosphatation biologique par une biomasse libre, le dispositif expérimental utilisé comprend :

- Un réacteur d'anaérobie de 1L.

- Un réacteur d'aérobie de 1 L
- Un décanteur
- Une pompe péristaltique à 4 canaux
- Une pompe à air
- 2 agitateurs magnétiques
- Tube flexible assurant la conduite de la biomasse.

Les caractéristiques de l'appareillage utilisé sont mentionnées dans le **Tableau IV.4** :

Tableau IV.4 : Caractéristiques des appareillages.

Appareil	Caractéristiques
Pompe péristaltique	J.P.SELECTA, S.A. PR 2003
Pompe à air	AQUARIUM AIR PUMP 220-240 VOLTS A.C
Agitateur magnétique	IKA ® RH basic 2

IV. 2. 2. Méthodes d'analyse :

Les différents paramètres suivis durant la déphosphatation biologique en continu sont : les concentrations en phosphates et en DCO.

Les méthodes d'analyses utilisées et les normes correspondantes sont les mêmes que celles citées précédemment et figurent sur le **Tableau IV.2**.

IV.2.3. Alimentation :

L'alimentation en eau usée synthétique adoptée pour cette partie est la même que celle utilisée en adaptation

IV.2.4. Mode opératoire :

L'adaptation de la biomasse a duré 21 Jours. Une quantité bien déterminée a été transférée dans le réacteur anaérobie, le fonctionnement en continu du procédé a été possible en connectant le réacteur anaérobie avec le réacteur aérobie, le décanteur et l'alimentation selon le schéma de la **Figure IV.2**.

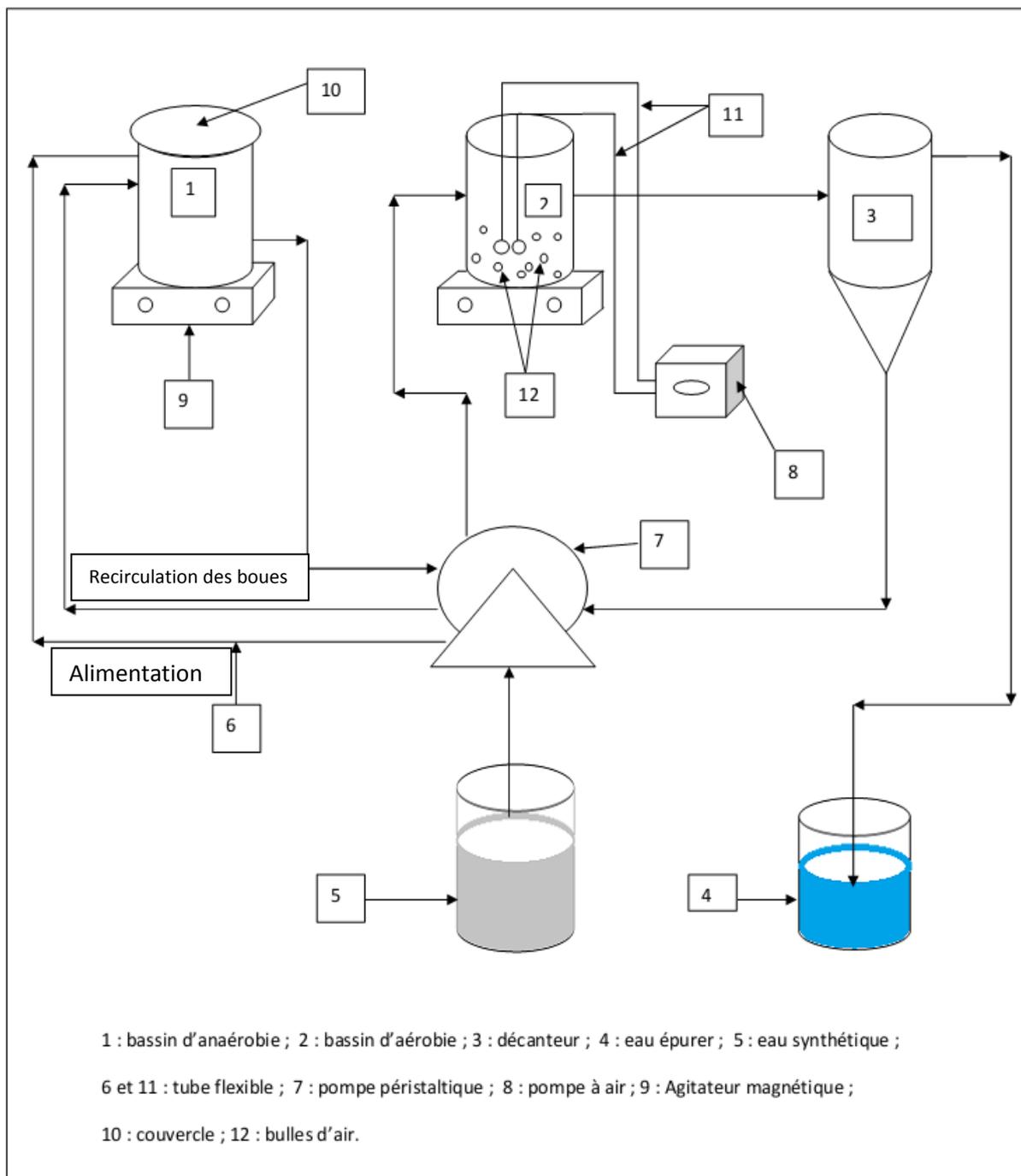


Figure IV.2 : Dispositif expérimental de la déphosphatation par une biomasse libre.

IV.3. Déphosphatation biologique par une biomasse fixée.

IV.3.1. Maquette de laboratoire

Dans le cadre de la déphosphatation biologique par une biomasse fixée, le dispositif expérimental utilisé comprend :

- Un bassin d'alimentation contenant l'effluent synthétique.
- Un bassin contenant le concentrât.
- Une colonne en PVC remplie de grignon d'olives (réacteur), équipée de différents points de prélèvements permettant de suivre l'évolution des paramètres à différents niveaux du lit.
- Une pompe péristaltique permettant de faire varier le débit et par conséquent la vitesse de passage dans la colonne.
- Une pompe à air assurant l'aération en phase aérobie.

Les caractéristiques de l'appareillage utilisé sont mentionnées dans le **Tableau IV.5** :

Tableau IV.5 : Caractéristiques de l'appareillage.

Appareillage	Caractéristique
Pompe péristaltique	Master Flex L/S Model N: 75 – 00
Spectrophotomètre UV- visible	PRIMLIGHT, SECOMAM
Pompe à air	AQUARIUM AIR PUMP 220-240 VOLTS A.C

Le réacteur sur lequel nous avons travaillé est une colonne en PVC qui présente des caractéristiques figurant sur le **Tableau IV.6**.

Tableau IV.6 : Caractéristiques de la colonne (réacteur).

Hauteur de la colonne (m)	0,935
Section de la colonne (m ²)	10,17×10 ⁻⁴
Volume de la colonne (m ³)	0,95× 10 ⁻²

Le réacteur a été rempli par un matériau ligno-cellulosique : le grignon d'olive dont les principales caractéristiques sont données dans le **Tableau IV.7** :

Tableau IV.7 : Caractéristiques du grignon d'olive.

Composés	Teneurs en % (poids/poids)
Humidité	47,70
Cendres	2,07
Matières volatiles	27,63
Matières azotées	2,71
Matières grasses	7,92
Protéines	4,02
Sucres totaux	1,00
Cellulose	18,03
Hémicellulose	8,05
Potassium	0,52
Phosphore	0,10
Lignine	10,50

La composition chimique du grignon d'olive brut indique que la fraction carbone hydratée (cellulose et hémicellulose) représente le principal composant du grignon d'olive. La cellulose est un biopolymère, de nature fibrillaire synthétisé dans le cytoplasme des cellules végétales, qui est déposé à l'extérieur de la membrane plasmidique, participant ainsi au maintien de la rigidité du tissu (**A. Mouranche et al. 1985**) (**S.Pilet, 1971**).

L'hémicellulose est un hétéropolysaccharide, associé à la cellulose par des liaisons hydrogène.

Les principaux constituants des hémicelluloses sont essentiellement des sucres en C5 (xylose et arabinose) ; le glucose est toujours présent. (**A. Mouranche et al. 1985**) (**R. W. William et al., 1987**)

La présence de lignine dans le résidu brut (10,5 %) acquiert une résistance biologique très élevée ; les micro-organismes capables de dégrader la cellulose et l'utiliser comme source de carbone, perdent cette capacité par la présence de la lignine. De ce fait le grignon d'olive est dans ce cas utilisé comme support bactérien et non comme source de carbone.

IV.3.2. Méthodes d'analyse

Les différents paramètres suivis le long de la colonne sont : les concentrations en nitrates en nitrites et en phosphates.

Sur le **Tableau IV.7** sont portées les méthodes d'analyses utilisées et les normes correspondantes.

Tableau IV.8 : Méthodes d'analyse.

Paramètres	Méthode d'analyse	Normes
Phosphates	Colorimétrique	ISO N° 6878
DCO	Colorimétrique	(Standard methods) Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
NO ₃ ⁻	Colorimétrique	Norme AFNOR NF T 90 102
NO ₂ ⁻	Colorimétrique	Norme AFNOR NF T 90 013

IV. 3.3. Alimentation

Selon (**G. Deronzier et al., 2004**) la quantité d'AGV est comprise entre 25 et 100 mg L⁻¹ pour chaque mg de P à éliminer.

Dans le cadre de ce travail nous avons opté pour une alimentation de 25 mg L⁻¹ d'acétate pour chaque mg de P à éliminer (**YUAN L, 2007**), une concentration en phosphore de 10 mg L⁻¹ P-PO₃³⁻ (KH₂PO₄) et une concentration en nitrate équivalente à 100 mg L⁻¹ en NO₃³⁻.

IV.3.4. Mode opératoire :

IV.3. 5.1. Lavage du réacteur

Après le remplissage de la colonne avec le grignon d'olive, nous avons procédé au lavage à faible vitesse pour éliminer les éléments indésirables retenus entre les grains du grignon. Ce lavage effectué avec de l'eau de robinet (pendant 48 heures) à une faible vitesse.

IV.3.5.2. L'ensemencement du réacteur

La colonne a étéensemencée par une biomasse déphosphatante préalablement sélectionnée en mode batch. La fixation des microorganismes a été réalisée par le passage, en circuit fermé et à faible vitesse, d'une quantité de cette biomasse représentant 2% du volume total du réacteur.

Une fois que la biomasse colonise les supports et développe un biofilm, le réacteur fonctionne en continu.

IV.3.5.3. Cycle d'opération du réacteur séquentiel

Le réacteur est alimenté à l'aide de la pompe péristaltique opérant en flux ascendant afin d'éviter la formation de poche de gaz. Le fonctionnement séquentiel retenu pour notre étude est le suivant :

1. Phase anaérobie : le réacteur fonctionne en anaérobie,
2. Phase aérobie : L'effluent sortant de la colonne durant la phase anaérobie est recueilli dans un bassin. Ce concentrât est aéré et sert d'alimentation à la colonne durant la phase aérobie.

Le dispositif expérimental est représenté sur la **Figure IV.3**

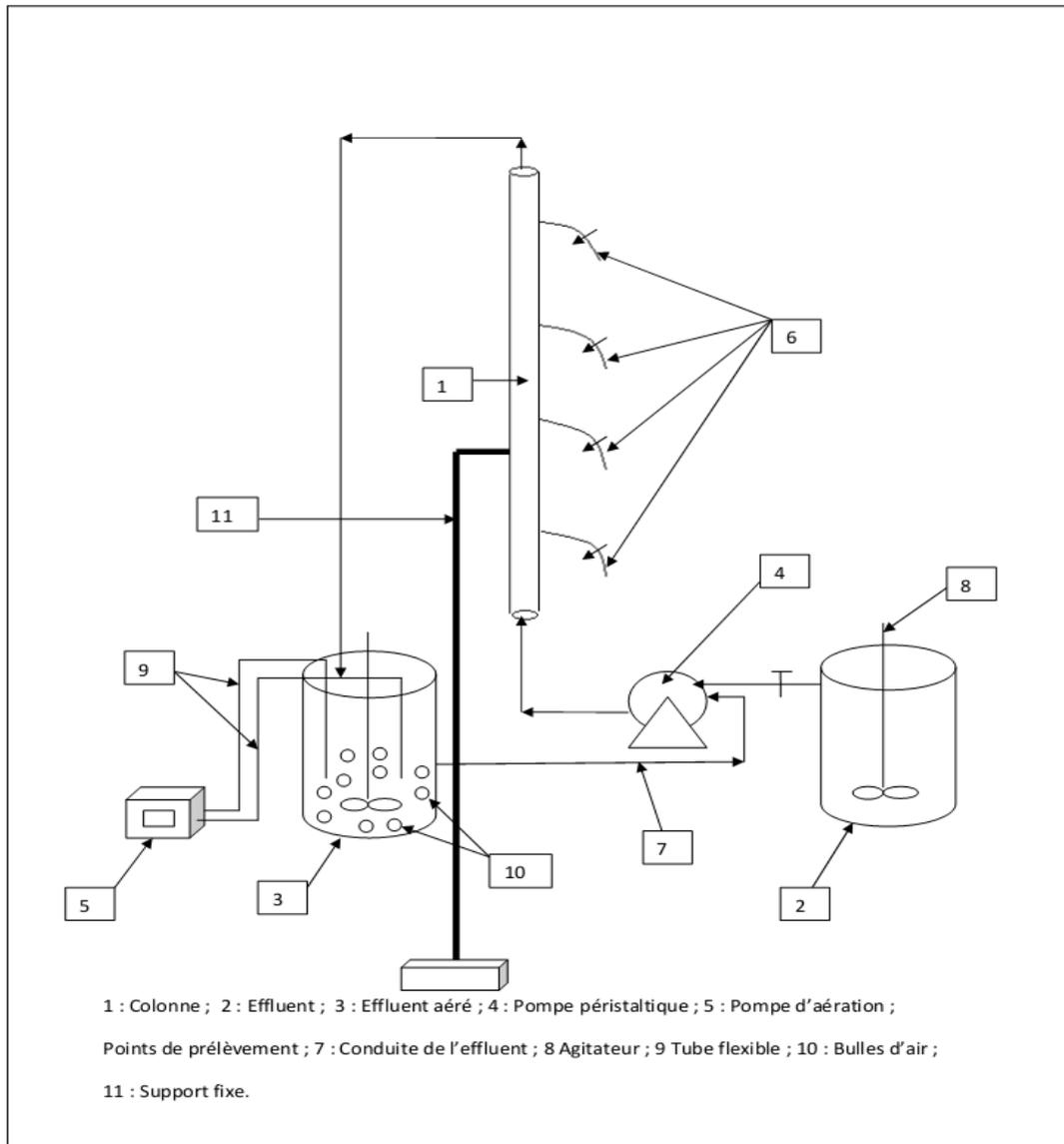


Figure IV. 3 : Dispositif expérimental de déphosphatation à biomasse fixée.

CHAPITRE V :
RESULTATS
ET DISCUSSION

V.1 : Adaptation de la biomasse :

La sélection de la biomasse a été effectuée dans un réacteur SBR, un certain nombre de cycles a été réalisé. Nous avons représenté l'évolution du rendement de consommation des phosphates en fonction du nombre de cycles sur la **Figure V.1**.

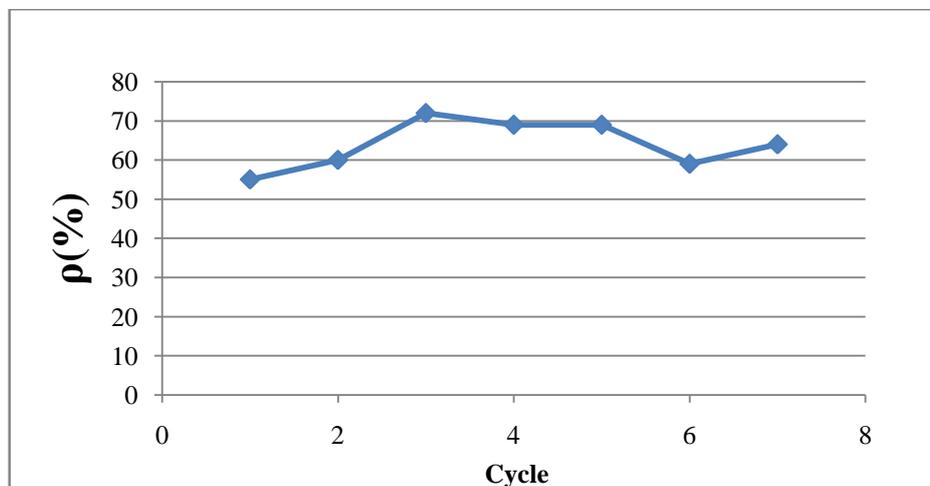


Figure V.1 : Rendement de l'adaptation de la biomasse déphosphatante.

Nous remarquons un début d'activité déphosphatante dès le premier cycle, le maximum a été atteint au bout du troisième cycle (72%). L'activité a commencé à diminuer durant les cycles suivants. Nous pouvons argumenter par le fait qu'à partir de ce troisième cycle, la manipulation a été arrêtée, la boue a été congelée durant une semaine. La manipulation a été reprise mais l'activité n'a pas suivi, notons toutefois que le rendement de consommation n'est pas descendu au dessous de 60%.

V.2 : Déphosphatation biologique par une biomasse libre :

Nous avons souhaité améliorer l'adaptation par un dispositif en continu, avec la biomasse sélectionnée en batch. Le dispositif a été mis en route en continu, la biomasse séjourne dans le bassin anaérobie, puis passe dans le bassin aérobie et enfin arrive au bassin de décantation, avec recirculation partielle des boues, et évacuation du filtrat. Les résultats du fonctionnement de l'adaptation en continu ont été représentés par la figure **Figure V.2**.

Nous avons procédé à l'étude de la cinétique de la déphosphatation, en prélevant une quantité de biomasse du bassin d'aération, que nous avons introduite dans un erlen de 1L, l'alimentation fournie est composée de phosphates, d'acétate de sodium et de chlorure d'ammonium. Les résultats de la cinétique sont représentés sur les **figure V.3** :

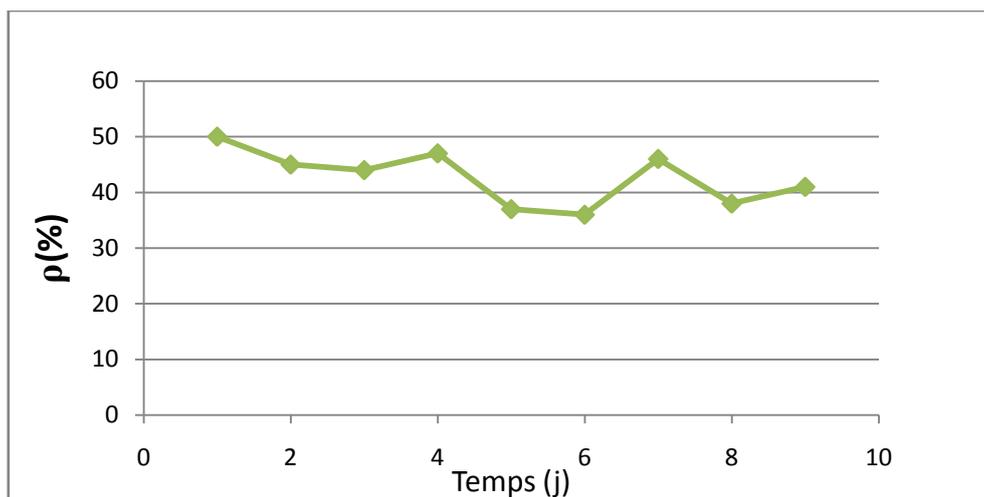


Figure V.2 : Rendement d'adaptation en continu.

A l'issu du fonctionnement du dispositif en continu durant plus d'une semaine, nous constatons à partir de la **figure V.2**, que le rendement de déphosphatation n'a fait que diminuer et s'est stabilisé autour d'une moyenne de 40%. Ce n'était pas le résultat attendu, en effet cette diminution peut être expliquée par des problèmes de mise en œuvre qui étaient survenus durant la manipulation à savoir une difficulté d'assurer un débit uniforme dans les deux réacteurs (anaérobie et aérobie) et une difficulté d'assurer la recirculation partielle des boues dans le réacteur anaérobie.

L'étude de la cinétique de la déphosphatation a été réalisée, en prélevant une quantité de biomasse du bassin d'aération, que nous avons introduite dans un erlen de 1L. L'alimentation fournie est composée de phosphates, d'acétate de sodium et de chlorure d'ammonium

Les résultats obtenus de la cinétique de la déphosphatation en continu sont représenté sur la **figure V.3 :**

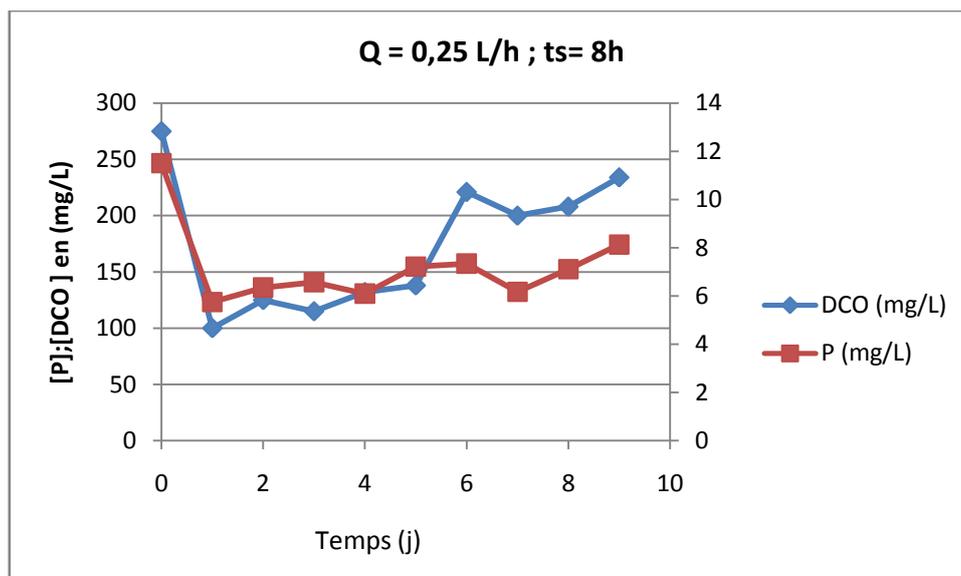


Figure V.3 : Evolution de [P], [DCO] en fonction de temps.

Nous observons, à partir de la **figure V.3**, que la consommation a eu lieu durant le premier jour, elle est évaluée à 5,75 mg/L, ce qui correspond à un taux de 50%. Une consommation importante de DCO est également observée et évaluée à un taux de 63%. A partir du troisième jour, la biomasse n'arrive plus à consommer le phosphore, au contraire, elle a relargué pendant les jours qui ont suivi. Nous pensons que d'une certaine manière, la biomasse a été perturbée par les problèmes que nous avons cités précédemment.

A partir de ces résultats, nous avons décidé d'adapter une boue fraîchement récupérée de la station d'épuration. Les résultats d'adaptation ont donné le graphe représenté par la **figure V.4** :

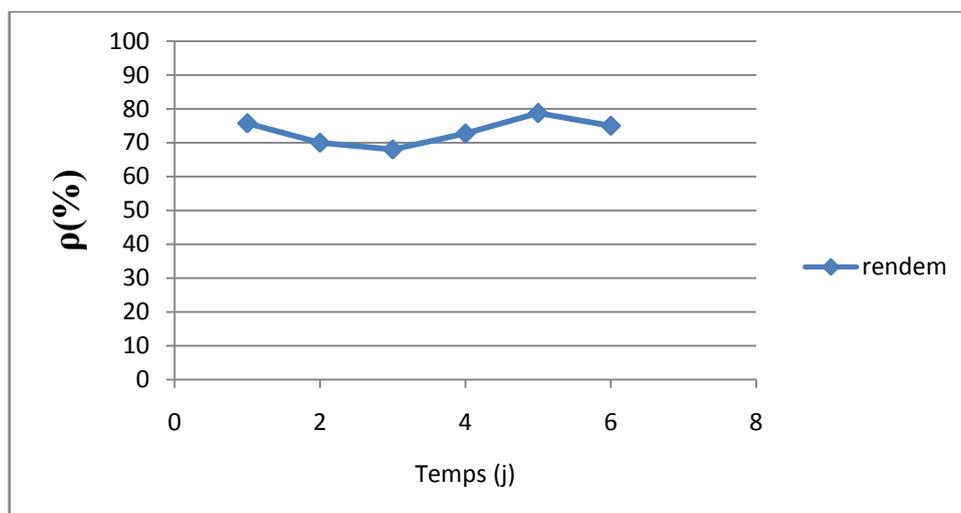


Figure V.4 : Rendement de déphosphatation de la nouvelle biomasse.

Nous remarquons à partir de la **figure V.4**, que le rendement atteint 79% au bout du cinquième jour. Il a atteint un taux moyen de 70% dès qu'une semaine s'est écoulée. Nous pouvons conclure que notre biomasse déphosphatante s'est bien adaptée, nous pourrions dire aussi que la biomasse a atteint son seuil maximal d'adaptation et est prête à être utilisée pour ensemercer la colonne et procéder à son fonctionnement.

V.3 Influence de la vitesse d'écoulement sur le rendement de la déphosphatation sur lit fixe

Dans le but de d'optimiser la vitesse de circulation de l'alimentation dans la colonne, nous avons sélectionné trois débits à savoir : 0.1 L/h ; 0.2 L/h ; 0.35 L/h.

Le fonctionnement du réacteur se fait en continu, nous avons suivi l'évolution des paramètres suivants à savoir :

- La concentration en orthophosphates,
- La DCO ; le suivi de ce paramètre a été réalisé pendant les deux phases (anaérobie/aérobie),
- Les nitrates et les nitrites n'ont été suivis que durant la phase anaérobie.

Les résultats obtenus sont représentés sur les graphes des Figures suivantes : **figure V.5.a (vitesse 0.2L/h); figure V.5.b (vitesse 0.35L/h); figure V.5.c (vitesse0.1L/h):**

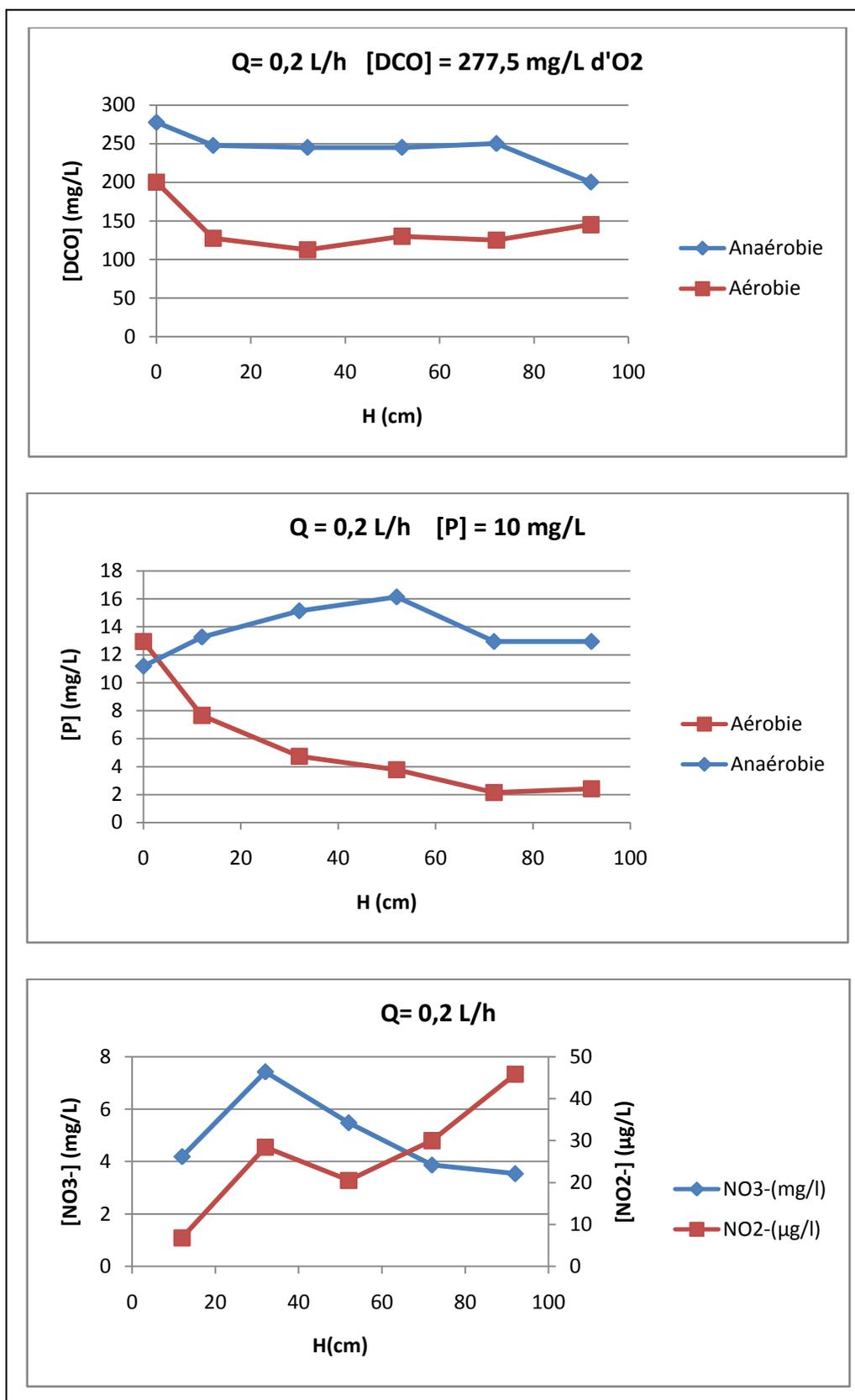


Figure V.5.a : Evolution des [P] [NO₂⁻] [NO₃⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur.
Q= 0.2 L/h

Nous remarquons à partir de la **figure V.5.a** que la concentration en phosphate augmente jusqu'à une hauteur de 52 centimètres pour la phase anaérobie, ce relargage peut être expliqué par la présence des bactéries déphosphatantes non dénitrifiante. En effet, les déphosphatantes non dénitrifiantes conservent un métabolisme anaérobie puisqu'elles sont incapables d'utiliser les nitrates comme accepteur d'électrons, et sont donc responsables du relargage observé des phosphates. (Comeau ; 1999).

La présence des nitrates observés en phase anaérobie, à partir des 12 cm est probablement due à une réaction de nitrification après transformation de l'azote ammoniacal en nitrites puis en nitrates. Durant cette phase la présence des nitrates dans la colonne confirme que le groupe de bactérie concernés est celui des déphosphatantes non dénitrifiantes qui sont incapables d'utiliser les nitrates comme accepteur d'électrons. Ces bactéries majoritaires seraient responsables du relargage observé des phosphates

La consommation de la DCO le long des 12 cm de la colonne est observée durant les deux phases, elle est plus importante en aérobie qu'en anaérobie. Les bactéries déphosphatante non dénitrifiantes ont besoin de stocker la matière organique pour relarguer le phosphore en anaérobiose (M. Silva ; 2008) ce qui en accord avec ce que nous avons mentionné précédemment. La consommation des AGV en anaérobie est resté constante au delà des 12 cm, nous pouvons à ce stade dire qu'il y'a une forte activité bactérienne sur cette hauteur comparée au reste de la colonne.

En phase aérobie, nous observons une nette diminution de la concentration en phosphates tout le long de la colonne. Nous pensons que les bactéries déphosphatantes non dénitrifiantes sont prédominantes, elles réassimilent le phosphore pour les besoins de croissance, en partie et au-delà de leurs besoins métaboliques qui sont la suraccumulation, nous obtenons un taux de 83 %, ce qui justifie la consommation importante de la DCO.

Le fait de soumettre la biomasse à une séquence anaérobie/aérobie s'avère essentiel pour la déphosphatation biologique. Sans la présence de cette alternance on doit s'attendre à une très faible efficacité d'enlèvement du phosphore par la biomasse fixée.

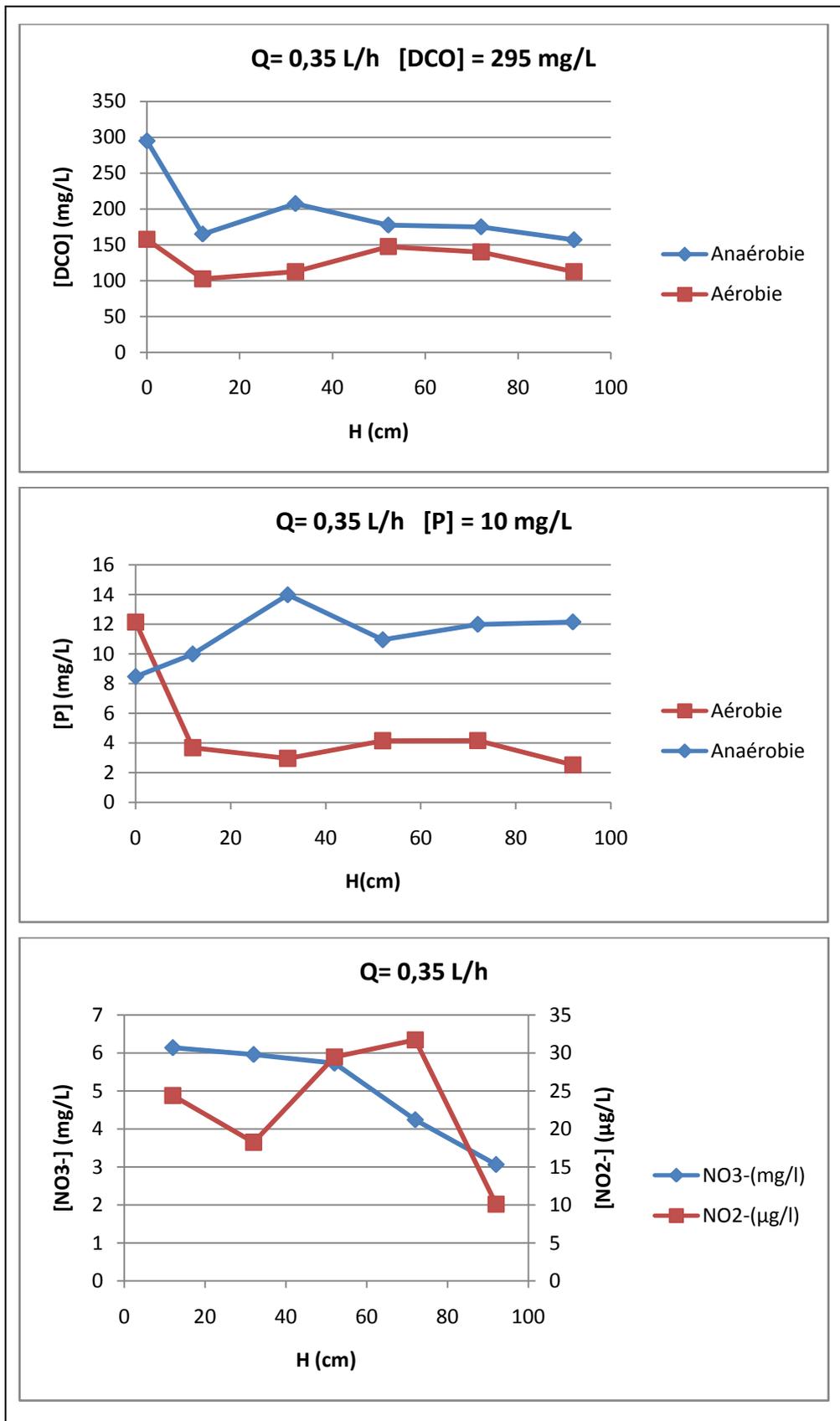


Figure V.5.b : Evolution des [P] [NO₂⁻] [NO₃⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur.
Q= 0.35 L/h

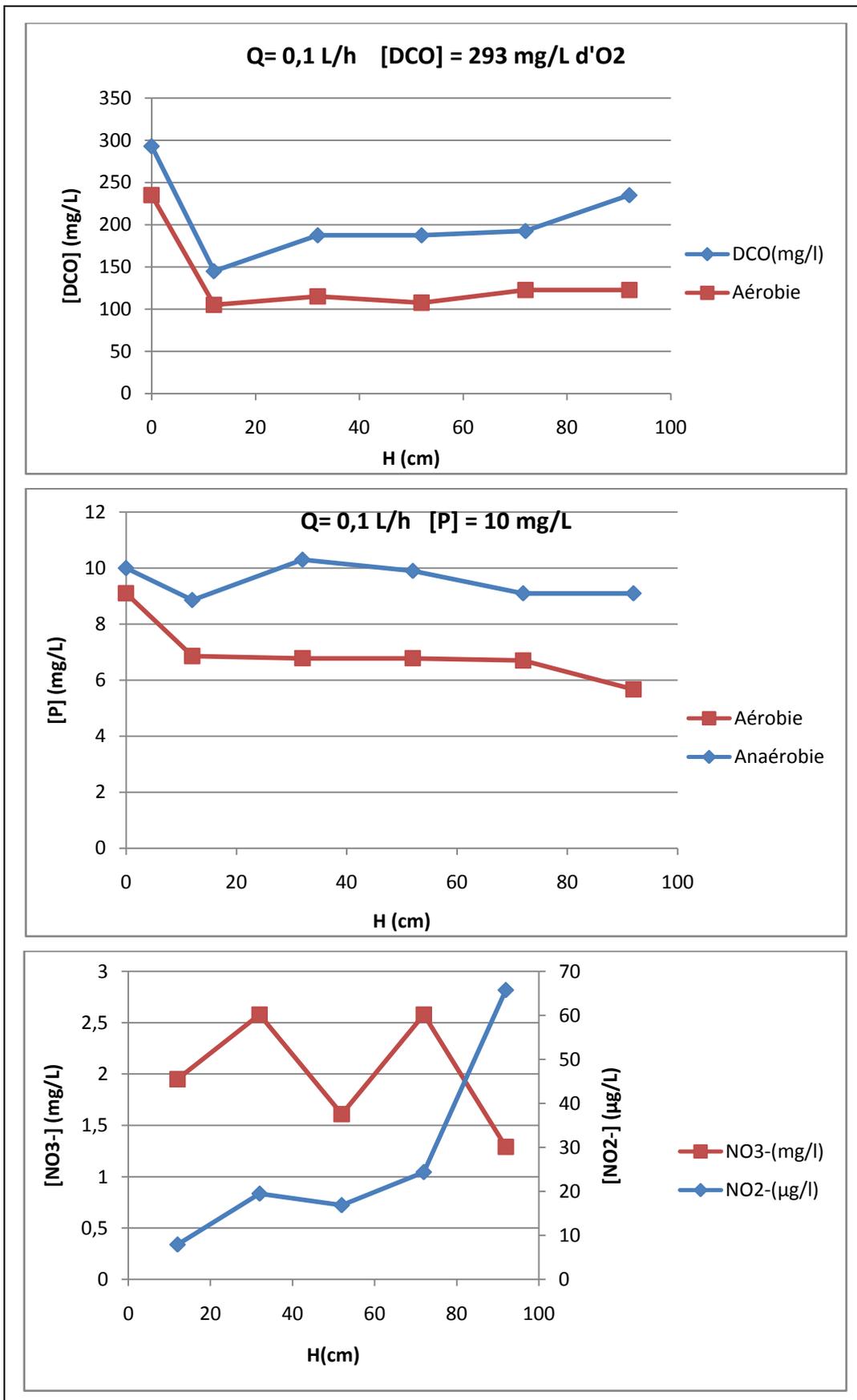


Figure V.5.c : Evolution des [P] [NO₂⁻] [NO₃⁻] et [DCO] en fonction de la hauteur.
Q = 0.1 L/h

On observe dans la **Figure V.5.b**, un relarguage légèrement moins important que précédemment sur une hauteur de 32 cm atteignant une valeur de 3.68 mg/L qui correspond à 35 %, le relarguage obtenu en **Figure V.5.a**, a atteint une valeur de 44 %.

En phase aérobie de la **Figure V.5.b**, et avec une vitesse de 0,35 L/h, nous constatons une forte diminution de la concentration en phosphates, cette accumulation a atteint une valeur de 9,03 mg/L qui correspond à un taux d'élimination de 79%, sur une hauteur de 12cm, puis l'accumulation demeure constante le long de la colonne. Cette consommation peut être interprétée par la présence du même groupe de bactéries que celles citées précédemment.

Nous observons à partir de **Figure V.5.b** le même profil que précédemment concernant la demande chimique en oxygène (DCO), durant des deux phases à savoir une diminution de la DCO, cette diminution est due aux bactéries déphosphatantes non dénitrifiantes qui ont consommé une importante quantité des acides gras volatils (AGV) assimilés et stockés sous forme de PHA dans la phase anaérobie, servant de source d'énergie suffisante pour suraccumuler du phosphore durant l'aérobie.

L'allure du graphe des nitrates et nitrites en **Figure V.5.b**, est similaire à celui observé en **Figure V.5.a**, nous pouvons réitérer les mêmes remarques.

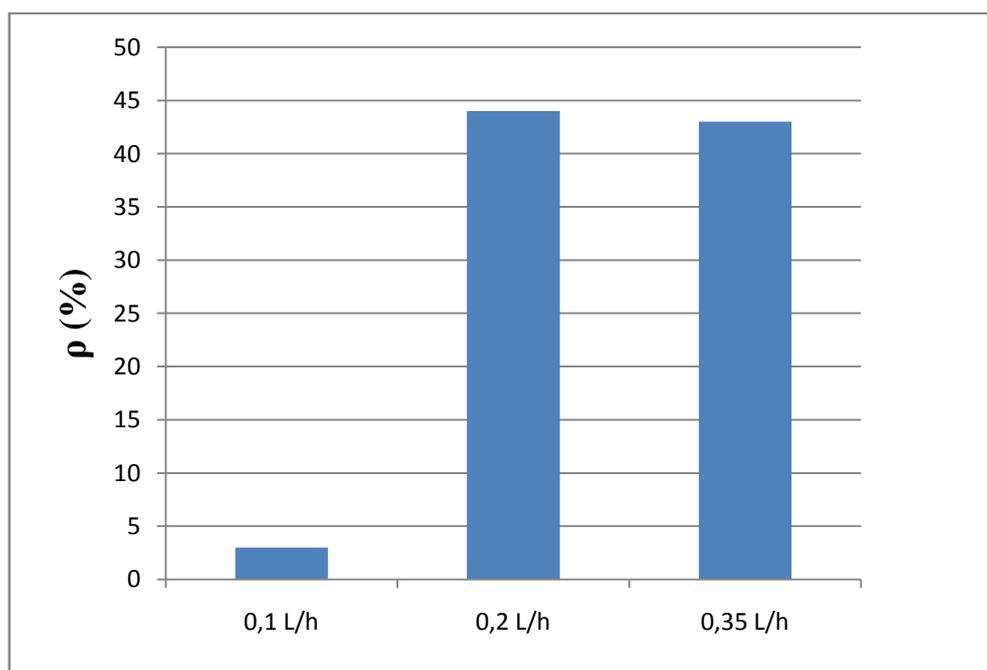
L'étude de la **Figure V.5.c**, nous permet de constater, que le relarguage et la consommation ont eu lieu même s'ils sont moins intenses que ceux observés en **Figure V.5.a**, et **Figure V.5.b**.

Nous avons procédé au calcul des rendements en phosphates lors des phases de relarguage et de consommation pour les trois débits, les valeurs des rendements de déphosphatation calculés figurent sur le **Tableau V.1**,

Tableau V.1 : Influence de la vitesse sur les différents rendements dans le réacteur

	Rendement de relarguage		Rendement de consommation		Rendement de déphosphatation	
	(mg /L)	(%)	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)
Q= 0,1 L/h	0,03	3	3,43	37	4,33	43
Q= 0,2 L/h	4,95	44	10,79	83	9,03	81
Q = 0,35 L/h	3,68	35	9,03	79	5,95	70

Les rendements de déphosphatation obtenus pour les débits de 0.2 et 0.35 L/h sont élevés et atteignent respectivement 81 et 70 %, le troisième débit de 0.1L/h n'a atteint que 43%. Ces résultats ont été tracés sous forme d'histogramme et sont représentés en figure **Figure V.6.a**, **Figure V.6.b**, **Figure V.6.c**.

**Figure V.6.a** : Rendement du relarguage pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h

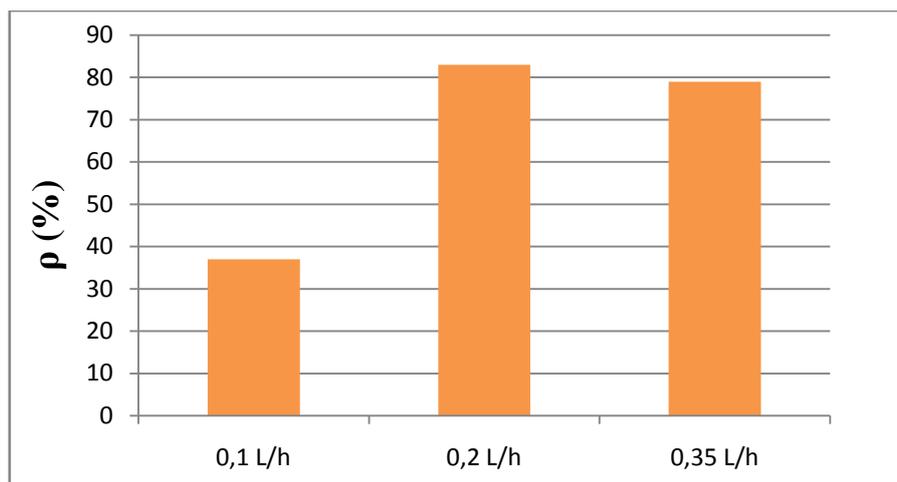


Figure V.6.b : Rendement de la consommation pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h

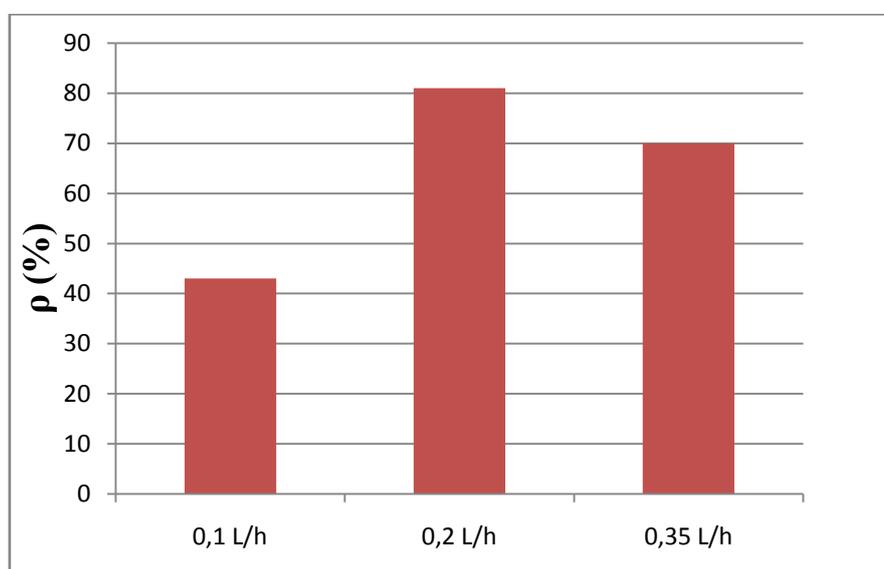


Figure V.6.c : Rendement de la déphosphatation pour les débits (0,1 / 0,2 / 0,35) L/h

V.4. Influence de la concentration initiale en phosphore sur le rendement de la déphosphatation :

Le débit ayant été optimisé, nous avons poursuivi l'étude avec un débit de 0.2L/h, nous avons fait varier la concentration en phosphates et voir son influence sur le processus de déphosphatation.

Pour ce faire, nous avons fait circuler à flux ascendant une alimentation à différentes concentrations en orthophosphates (20 mg/L et 40 mg/L), les concentrations en acétate de sodium : 10 g/L, et en chlorure d'ammonium : 10 mg/L sont maintenues constantes. Les résultats obtenus ont été représentés par les figures **Figure V.7.d**, **Figure V.7.e**, Les

différents rendements atteints pour le relargage et la consommation ainsi que ceux obtenus pour la déphosphatation figurent sur le **Tableau V.2**.

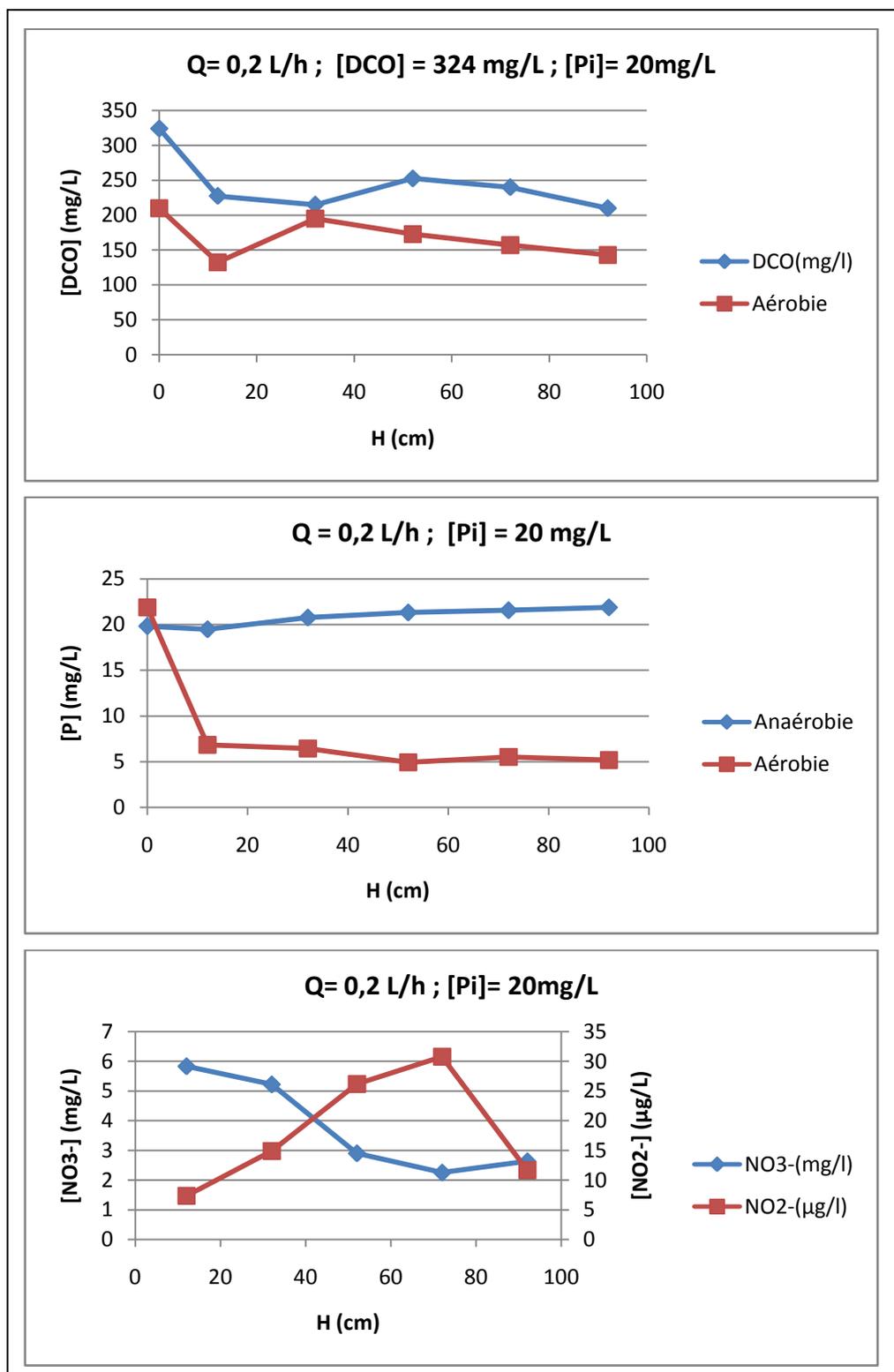


Figure V.7.a : Evolution des $[PO_4^{3-}]$ $[NO_2^-]$ $[NO_3^-]$ et $[DCO]$ en fonction de la hauteur.
 $Q= 0,2 \text{ L/h}$; $[Pi] = 20 \text{ mg/L}$

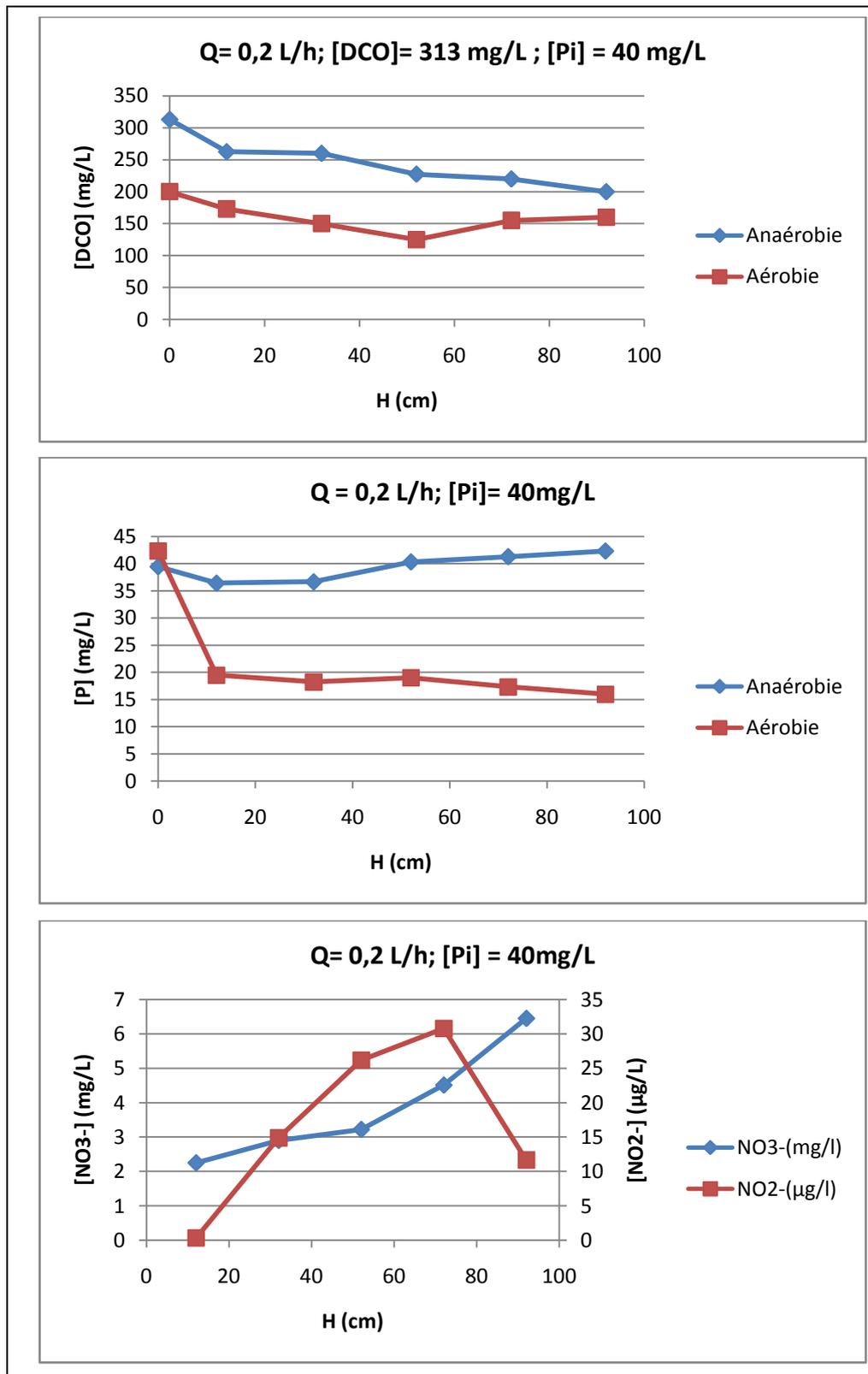


Figure V.7.b : Evolution des $[PO_4^{3-}]$ $[NO_2^-]$ $[NO_3^-]$ et $[DCO]$ en fonction de la hauteur.
 $Q= 0,2 \text{ L/h}$; $[Pi] = 40 \text{ mg/L}$

Tableau V.2 : Influence de [Pi] sur les rendements dans le réacteur avec Q= 0,2 L/h

	Rendement de relarguage		Rendement de consommation		Rendement de déphosphatation	
	(mg /L)	(%)	(mg/L)	(%)	(mg/L)	(%)
[Pi] = 10 mg/L	4,95	44	10,79	83	9,03	81
[Pi] = 20 mg/L	3,05	10	16,69	76	14,64	73,8
[Pi] = 40 mg/L	2,88	7	26,36	62,3	23,48	59,5

Commentaires :

Nous pouvons constater à partir des **figures : V.7.a ; V.7.b** que durant les deux phases, les phénomènes de relarguage et de consommation ont eu lieu pour les différentes concentrations initiales en phosphates.

Les rendements obtenus, récapitulés sur le **Tableau V.2**, diminuent lorsque la concentration initiale en phosphates augmente.

Conclusion :

L'objectif de l'étude est d'évaluer les possibilités de l'élimination biologique des phosphates dans une colonne à biomasse fixée sur un support naturel inerte.

Au cours de ce traitement, la biomasse déphosphatante a montré une bonne efficacité d'enlèvement des phosphates.

Les rendements de déphosphatation ont atteint 81% pour une concentration de 10mg/L, 60% pour une concentration de 40mg/L et 74% pour 20mg/L et ce pour un débit fixé à 0.2 L/h.

Le faible rendement obtenu pour une concentration initiale élevée en phosphates était attendu. En effet, l'assimilation d'un apport en phosphore excessif n'a pas été possible par la biomasse formée probablement encore insuffisante, à ce stade de fonctionnement de la colonne.

Au vu des résultats obtenus, nous pouvons dire que la déphosphatation sur une colonne à bactéries fixée avec un rejet phosphaté synthétique a donné des résultats satisfaisants.

CONCLUSION
GENERALE

L'objectif de ce travail est l'étude de la faisabilité d'un procédé de déphosphatation biologique par une biomasse libre et une biomasse fixée.

Pour cela, nous avons dans un premier temps sélectionné d'une biomasse déphosphatante. Ensuite nous avons réalisé une déphosphatation en continu par une biomasse en suspension et nous n'avons pas pu optimiser nos résultats suite à des perturbations sur la biomasse ; cette dernière qui avait perdu ses propriétés de déphosphatation. Pour y remédier, nous avons d'adapté une nouvelle boue fraîche, cette dernière nous à donner une bonne capacité de relargage.

Les essais effectués sur pilote de laboratoire avec un effluent synthétique à différentes vitesses (0,1 ; 0,2 et 0,35 L/h) et à différentes concentrations initiales (20 mg/L et 40 mg/L) ont permis d'avoir des rendements moyens de déphosphatation, le meilleur rendement est pour 0,2L/h et une concentration initiale de 10 mg/L avec un taux de 81 %.

Donc le fait de soumettre la biomasse à une séquence anaérobie/aérobie s'avère essentiel pour la déphosphatation biologique et les résultats obtenus montrent que l'élimination biologique du phosphore sur biofilm est possible, pour une déphosphatation optimale il est primordial d'adapté la biomasse jusqu'à un relargage maximal en phosphate.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

A. E Durrant., M. D. Scrimshaw, I. Stratful, J. N. Lester (1999) : Review of the feasibility of Recovering Phosphate from Wastewater for use as a raw material by the Phosphate Industry, *Journal of Environmental Technology*, 20, p749-758

A. Mouranche, C. Costes (1985) : Hydrolases et dépolymérasés. Ed Gauthier-Villard, Paris.

Armel Guivarch (2001) : Valeur fertilisante à court terme du phosphore des boues de stations d'épuration urbaines, thèse de doctorat d'institut national de la recherche agronomique de Bordeaux, p 29-30.

Billen, G., Garnier, J., (1997). The Phison River Plume: coastal eutrophication in response to changes in land use and water management in the watershed. *Aquatic Microbial Ecology* 13, 3–17.

Blandine Lemercier (2003) : La pollution par les matières phosphorées en Bretagne : sources, transfert et moyens de lutte, rapport de la direction régionale de l'environnement, p 4-6.

Cabanes, F., Déphosphatation des effluents : précipitation et valorisation du phosphore., thèse INP Toulouse (2006).

Claire Delamare, Delphine Faugoux, Emmanuelle Goussot, Min Zhou (2010) : Adaptation de la station d'épuration Envermeu au traitement du phosphore, *AgroParisTech*, p21-22.

Cech JS & Hartman P (1993): Competition between polyphosphate and polysaccharide accumulating bacteria in enhanced biological phosphate removal systems. *Wat. Res.* 27: 1219–1225

(C.O.R.P.E.N., 1998). Programme d'action pour la maîtrise des rejets de phosphore provenant des activités agricoles. 85 p.

Claire Delamare, Delphine Faugoux, Emmanuelle Goussot, Min Zhou (2010) : Adaptation de la station d'épuration Envermeu au traitement du phosphore, *AgroParisTech*, p21-22.

Claude Aubert (2007) : Le phosphore : élément essentiel à la vie mais avec un impact sur l'environnement lié aux activités humaines, *Tema n° 1*, p 10-11.

Comeau Y. (1990a) La déphosphatation biologique : Métabolisme microbien. *Sciences et techniques de l'eau* 23(1) : 47-60.

Comeau Y., Roberge F., Auberth M., Hade C. et Samson R (1999). Enlèvement du phosphore d'un effluent industriel par adsorption-récipitation dans un lit mullaire à écoulement vertical. 12e congrès annuel de l'Association ProfdonneUe des Géologues et Géophysiciens du Québec, Rouyn-Noranda.

Cugier Ph., Billen G., Guillaud, J.F., Garnier, J. & Ménesguen A. (2003) (This volume, submitted). Modelling the eutrophication of the Seine Bight (France) under historical, present and future riverine nutrient loading. *J. Hydrol.*

Cyril Gomella, Henri Guerrée (1983) : Les eaux usées dans les agglomérations urbaines ou rurales II. Traitement, Edition Eyrolles, p 84-85.

Denis Pandolfi (2006) : Caractérisation morphologique et physiologique de la biomasse des boues activées par analyse d'images, thèse de doctorat l'institut national polytechnique de Lorraine, p 15-16.

Derlon Nicolas (2008) : Analyse de la compétition microbienne entre bactéries autotrophes et hétérotrophes au sein d'un biofilm éliminant l'azote, thèse de doctorat de l'université de Toulouse, p 12-13.

Dernat M, Elmerich P, Pouillot M. (1994). Vers une optimisation de la déphosphatation

Physico-chimique, L'Eau, l'Industrie, les Nuisances 182.

Duchemin J, Dufis J, Paris M (1988) : Nitrates et eaux d'alimentation, TSM, N°4,

page181-191

EE. Cook, LP.Herning (1978) : Shock load attenuation trickling filter. *J. Environ. Eng. Div. ASCE* 104:461-469.

F.Edeline (1980) : L'épuration biologique des eaux résiduaires (théorie et technologie), Édition

Frédéric Cabanes (2006) : Déphosphatation des effluents : précipitation et valorisation du phosphore, thèse de doctorat l'institut national polytechnique de Toulouse, p 30-31.

G. A.Ekama, I. P.Siebritz, G. V. R.Marais (1983) : Considerations in the process design of nutrient removal activated sludge processes, *Wat. Sci. Tech.*, 15 283-318.

G. Deronzier, J.-M. Choubert (2004) : Traitement du phosphore dans les petites stations d'épuration à boues activées. Antony: Cemagref Editions, p 30-40.

Gérard Grosclaude (1999) : L'eau : usage est polluant, p 184. .

G.martin (1987) : Point sur l'épuration et le traitement des effluents (eau air), volume 3, p 245-249, (technique et documentation (Lavoisier) France).

Garnier J., Dufayt O., Billen G. & Roulier M. (2001). Eutrophisation et gestion des apports de phosphore dans le bassin de la Seine. Colloque "Scientifiques & Décideurs : agir ensemble pour une gestion durable des systèmes fluviaux". Lyon (France), 2001. CD-ROM. 8 p

Guide des analyses en pédologie (1992) : 2^{ème} édition revue et augmentée, p 126128.

Isabelle Beaudin (2006) : La mobilité du phosphore, rapport du centre de référence en agriculture et agroalimentaire du Québec.

Jean Rodier (2009) : L'analyse de l'eau, 9^e Édition, p 336-337.

Jenkins D., Ferguson J. F., Menar A. B. (1971) Chemical processes for phosphorus removal. *Wat. Res.*, 5 : 369-389.

Journal Officiel Algérien, (1993)

Journal Officiel Français, (1997)

Julien Némery (2003) : Origine et devenir du phosphore dans le continuum aquatique de la seine des petits bassins amont à l'estuaire : Rôle du phosphore échangeable sur l'eutrophisation, thèse de doctorat de l'université Paris VI, p 6-10.

Kargi F, Uygur A (2003). "Effect of carbon source on biological nutrient removal in a sequencing batch reactor." *Bioresource technology* 89(1): 89-93.

Khan. A., G. Jilani, M.S. Akhtar., S. M. S. Naqvi, et M. Rasheed. (2009). Phosphorus Solubilizing Bacteria: Occurrence, Mechanisms and their role in crop production. *J. agric. biol. sci.* 11: 48-58

KUBA T, VAN LOOSDRECHT MCM and HEIJNEN JJ., (1996): Effect of cyclic oxygen exposure on the activity of denitrifying phosphorus removing bacteria. *Proc.18th IAWQ Bienn. Int. Conf. & Exhib.*, Singapore, Book 1 32-39.

Laurent Julien (2006) : Etude du fonctionnement d'un réacteur à lit fluidisé et à alimentation séquentielle, thèse de doctorat de l'université de Limoges, p 2-3.

Lenntech Purification et traitement de l'eau Holding B.V : (1998,2009), "Phosphore_P Propriétés chimiques - Impact du phosphore sur la santé - Impact du phosphore sur l'environnement." Site internet consulté en ligne en 2011 à l'adresse: <http://www.lenntech.com/fran%20C3%A7ais/data-perio/P.htm>

Liu, W. T., Mino, T., Matsuo, T., Nakamura, K., (1996): Biological phosphorus removal processes effect of pH on anaerobic substrate metabolism, *Wat. Sci. Tech.* 34 (1-2) 25-32.

Marie-Line Daumer (2007) : Analyse des transformations du phosphore lors du traitement biologique et physico-chimique des lisiers de porc en vue d'un recyclage, thèse de doctorat de l'institut national des sciences appliquées de Toulouse, p 22-25.

M. Frédéric SÉGURET (1998) : Etude de l'hydrodynamique des procédés de traitement des eaux usées à biomasse fixée : Application aux lits bactériens et aux biofiltres, p 55-56.

M. Maurer, M. Boller (1998) : Modelling of phosphorus precipitation in wastewater treatment plant with enhanced biological phosphorus removal. 4th Kollekolle seminar on activated sludge modelling, Denmark, p 16-18.

M. Wagner, A. Loy, R. Nogueira, U. Purkhold, N. Lee, H. Daims (2002) ; Microbial community composition and function in wastwatertreatment plants, Antonie Van Leeuwenhoek, 81:665-680

Olli G, Darracq A, Destouni G (2009). "Field study of phosphorous transport and retention in drainage reaches." Journal of Hydrology 365(1): 46-55.

O.Wanner, H. Eberl, E.Morgenroth, D. Noguera, C. Picioreanu, B.Rittmann, and M. Van Loosdrecht (2006) :Mathematical modelling of biofilms. IWA Scientific and Technical Report No.18, IWA Publishing, ISBN 1843390876.

R. W. William, E. Henry (1987): Hemicellulose digestibilité by steers fed cured hay and drum- dehydrated Alfafa and Coastal Bermuda grass. J. Agric. Food. Chem, , 35, 698-704..

S. Pilet. Les parois cellulaires: Structure et fonctions cellulaires. Ed Masson (1971).

Seviour R.J., Mino T., Onuki M. (2003). The microbiology of biological phosphorus removal in activated sludge systems. FEMS Microbiology Reviews, 27 (1), 99-127.

Smolders G. J. F., Van Der Meij J., Van Loosdrecht M. C. M., Heijnen J. .J (1994). Stoichiometric model of the aerobic metabolism of the biological phosphorus removal process. Biotechnology and Bioengineering, 44 (7), 837-848

Smolders G. J. F., Van der Meij J., Van Loosdrecht M. C., M.Heijnen J. J. (1995). A structured metabolic model for anaerobic and aerobic stoichiometry and kinetics of the biological phosphorus removal. Biotechnology and Bioengineering, 47 (3), 277-287

Smolders G.J.F., Van der Meij J., van Loosdrecht M.C.M., Heijnen J.J. (1994). Model of the anaerobic metabolism of the biological phosphorus removal process : stoichiometry and pH influence. Biotechnology and Bioengineering, 43 (6), 461-470.

Sposito G. (1984); The Surface Chemistry of Soils. Oxford University Press, New York, 234 p.

Abdelkader GAÏD (1993), Traitement des eaux usées urbaines P. C5 220- 12. Eddition technique d'ingénieur.

Tanja Baljic- Zelovic et Roland Leduc (2002) : L'enlèvement biologique du phosphore dans les technologies à biofilm : une synthèse de la problématique, Water QualityResearch Journal of Canada, Volume 37, No. 2, 327–351.

VaiteaPambrun (2005) : Analyse et modélisation de la nitrification partielle et de la précipitation concomitante du phosphore dans un réacteur à alimentation séquentielle, thèse de doctorat de l'institut national des sciences appliquées de Toulouse, p 50-55.

Villebrun JF. (1989). La déphosphatation biologique appliquée à la station d'épuration de Craon, Rapport de la DDAF de la Mayenne.

Vincent PORRES : Fédération nationale de l'industrie des engrais.

Vollenweider, R. A. (1968). Scientific Fundamentals of the Eutrophication of Lakes and Flowing Waters, with Particular Reference to Nitrogen and Phosphorus as Factors in Eutrophication. Paris, Rep. Organization for Economic Cooperation and Development, DAS/CSI/68.27, 192 pp.; Annex, 21 pp.; Bibliography, 61 pp.

Yamada T, Sueitt A, Beraldo D, Botta C, Fadini P, Nascimento M, Faria B, Mozeto A (2012). "Calcium nitrate addition to control the internal load of phosphorus from sediments of a tropical eutrophic reservoir: Microcosm experiments." *Water research* 46(19): 6463-6475)

YUAN et al. (2007) : Simultaneous denitrifying phosphorus accumulation in a sequencing batch reactor *Front. Environ. Sci. Engin. China* 2007, 1(1): 23–27 DOI 10.1007/s11783-007-0004-6

Yves Comeau (1997) : Procédé et conception de filière de déphosphatation biologique (Ecole Polytechnique de Montréal, Canada) : journée internationale d'étude des eaux, p 5-6.

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 :

Méthode de dosage de la demande chimique en oxygène (DCO)

(Standard methods)

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

Principe : Oxydation chimique des matières réductrices par un excès de $K_2Cr_2O_7$. Cette oxydation se réalise en milieu sulfurique (H_2SO_4), en présence de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) comme catalyseur et sulfate de mercure ($HgSO_4$), à ébullition à reflux pendant 2 heures dans un bloc chauffant.

Réactifs :

- Acide sulfurique pur - sulfate d'argent, la dissolution du sulfate d'argent dans l'acide sulfurique dans une proportion de 23.4 g pour 4.25 kg d'acide sulfurique, donne le réactif acide.

- La solution de digestion est préparée à partir de 10.2g de bichromate de potassium préalablement séché, qui est introduit dans 500mL d'eau distillé. On ajoute ensuite à cette solution 167mL d'acide sulfurique pur et 33.3g de sulfate de mercure.

Mode opératoire :

1. Introduire dans un tube de DCO 2,5 mL de l'échantillon à analyser.
2. Ajouter 1,5 ml de solution de digestion.
3. Ajouter lentement et avec précaution 3,5 mL de réactif acide.
4. Agiter pendant quelques secondes à l'aide de l'agitateur vortex.
5. Porter à l'ébullition dans un bloc chauffant pendant 2 h.
6. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante
7. Lire la valeur de la densité optique au spectrophotomètre pour une longueur d'onde de 600nm.

La valeur lue est alors convertie en concentration de DCO par le biais d'une courbe d'étalonnage

Annexe 2 :

Dosage des Nitrates (NO₃)

Méthode au réactif Sulfophénique (Norme AFNOR NF T 90 102)

Principe : Transformation des nitrates en dérivé nitro-phénol-sulfonique coloré au moyen d'acide sulfophénique.

Appareil : Spectrophotomètre UV-Visible.

Réactifs :

1. Réactif sulfophénique :

Dissoudre 12 g de phénol dans 144 ml d'acide sulfurique, H₂SO₄ (d=1,84) et mettre le mélange au bain marie pendant 2 heures pour que la réaction soit totale.

2. Ammoniaque.

Mode opératoire :

- Prendre 5 ml de l'échantillon à analyser, le faire évaporer à sec.
- Laisser refroidir et ajouter 2 ml de réactif sulfophénique.
- Attendre 10 minutes, puis ajouter 15ml d'eau déminéralisée et 10 à 15ml d'ammoniaque qui développe la couleur jaune.
- Compléter à 50 ml avec de l'eau déminéralisée.
- Effectuer la lecture sur le spectrophotomètre à $\lambda = 444$ nm.
- La teneur en nitrates est déduite du graphe d'étalonnage.

Annexe 3 :

Dosage des Nitrites (NO₂)

Méthode au réactif de diazotation (Norme AFNOR NF T 90 013)

Principe: Les nitrites réagissent avec le Sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui, après copulation avec le N1 Naphtyléthylènediaminedichloride donne naissance à une coloration rose mesurée à 543nm.

Appareil : Spectrophotomètre UV-Visible.

Réactifs

1. Réactif de diazotation

Dans une fiole de 250ml, contenant 150 ml d'eau distillée, ajouter dans l'ordre :

- H₃PO₄.....25 ml.
- Sulfanilamide (C₆H₈O₂N₂S) 10g.
- Dichlorure de N-(1-naphtyl) éthylène diamine 0,5 g.

Une fois le mélange totalement dissous, compléter à 250ml avec de l'eau distillée

Mettre le réactif dans un flacon brun et le conserver à 4°C à l'abri de la lumière.

Mode opératoire

- Prélever 20ml d'échantillon et l'introduire dans un tube à essai.
- Ajouter 0,4 ml du réactif de diazotation.
- Attendre 10 minutes et effectuer les mesures à la longueur d'onde $\lambda=537$ nm
- La teneur en nitrites est déduite du graphe d'étalonnage.

Annexe 3 :

Dosage des phosphates

Détermination des Phosphates (PO₄³⁻) (ISO N° 6878)

Principe : Formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium. Réduction par l'acide ascorbique en un complexe coloré en bleu qui présente deux valeurs maximales d'absorption l'une vers 700 nm, l'autre plus importante à 880 nm.

Appareil : Spectrophotomètre UV- Visible

Réactifs :

1. Réactif Mixte :

- Heptamolybdate d'ammonium 13 g.
- Eau distillée 100 ml.
- Tartrate d'antimoine 0.35 g.
- Eau distillée 100 ml.
- Acide sulfurique pur 150 ml

Eau distillée 150 ml.

Mélanger les trois solutions, conserver le réactif dans un flacon brun.

2. Acide ascorbique à 10 % :

Acide ascorbique.....10g.

Eau distillée100ml.

Mode opératoire :

- Prendre 40 ml d'eau à analyser.
- Ajouter 1 ml acide ascorbique et 2 ml du réactif mixte.
- Attendre 10 mn le développement de la couleur bleue.
- Effectuer la lecture à une longueur d'onde de 880 nm.
- La teneur en phosphates est déduite du graphe d'étalonnage.

Les courbes d'étalonnages :

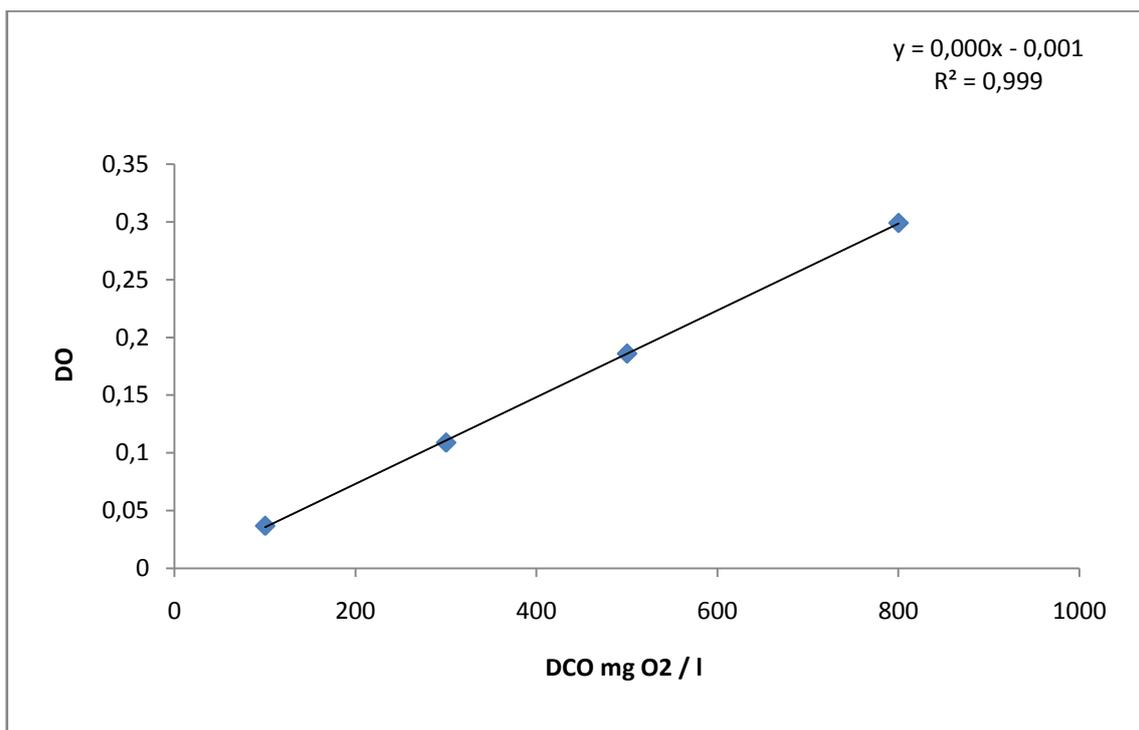


Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour la DCO

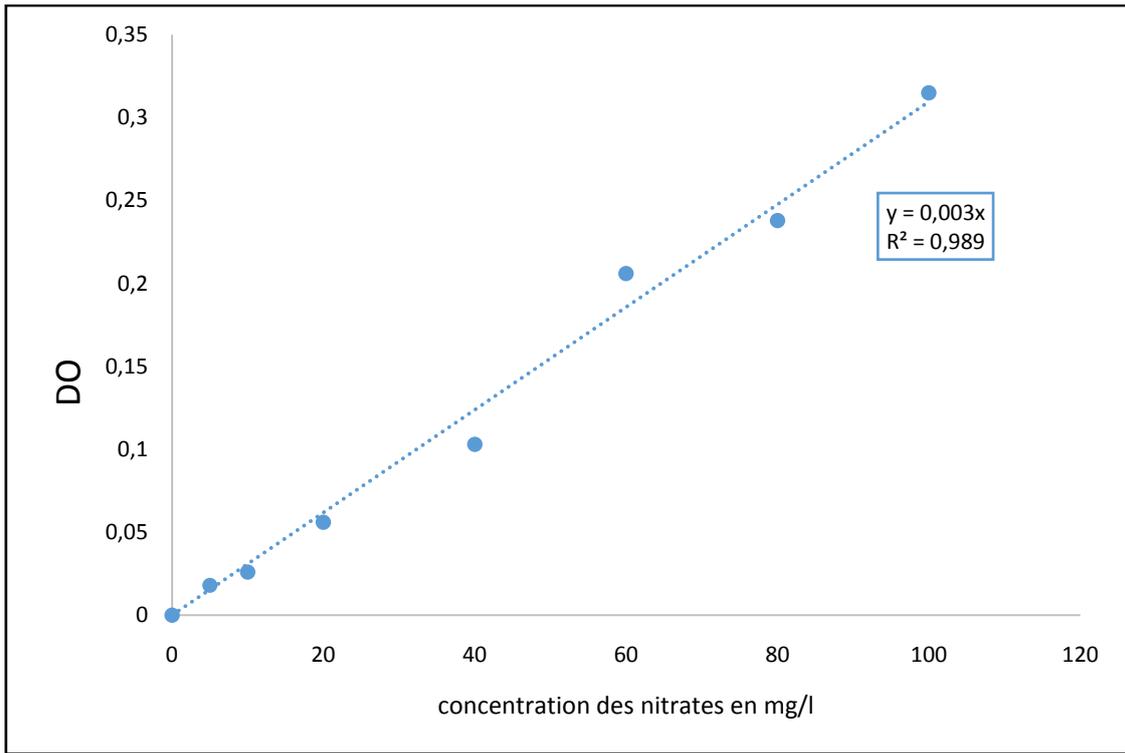


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des nitrates

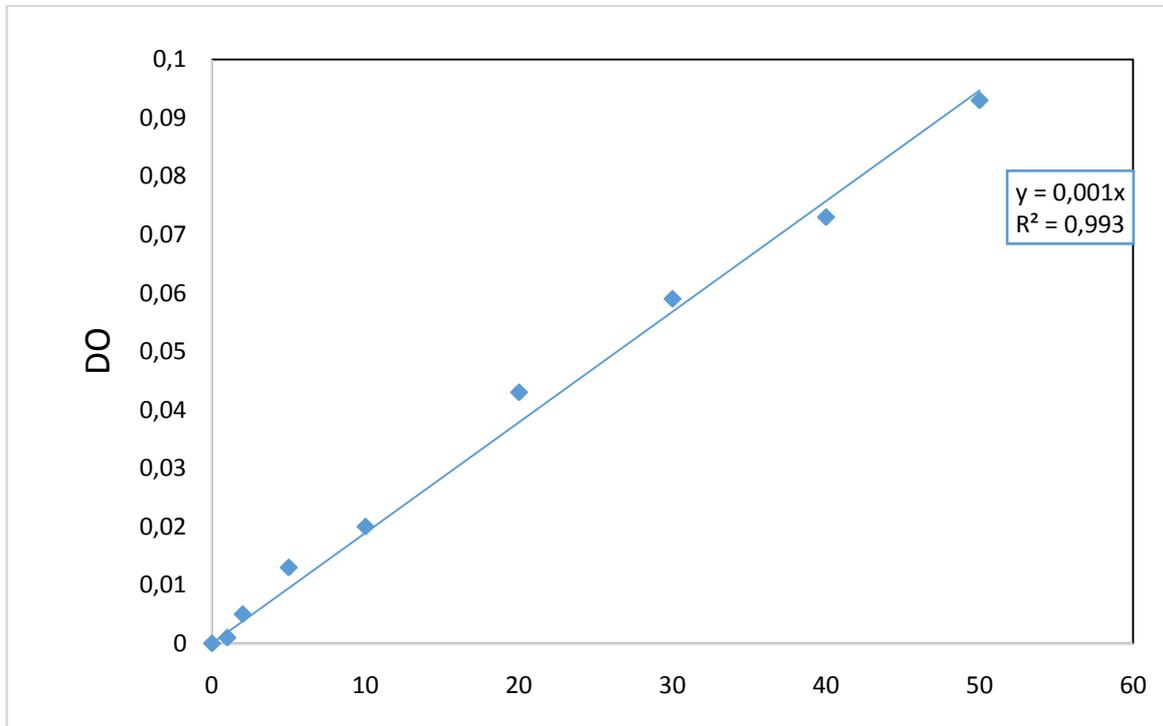


Figure 3 : Courbe d'étalonnage des nitrites.

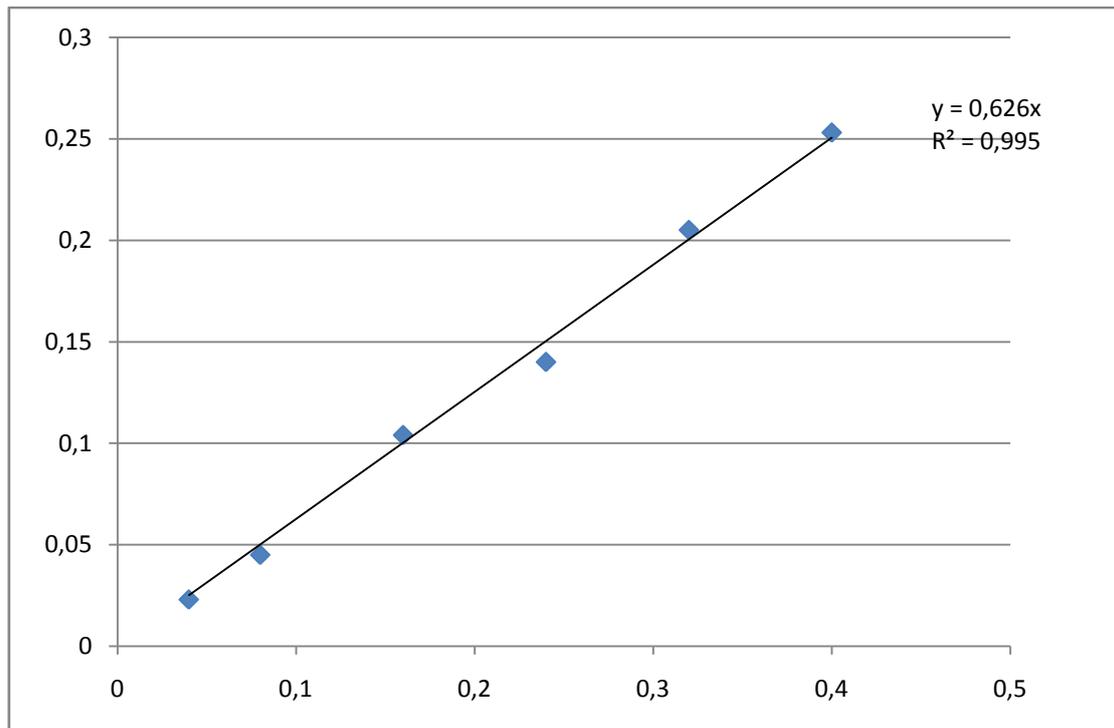


Figure 4 : Courbe d'étalonnage des phosphates.

Annexe 4 :

Caractéristique physico-chimiques du grignon d'olive

L'humidité : Elle permet de savoir la teneur en eau du grignon d'olive, cependant elle n'interfère pas lorsque celui-ci est utilisé dans le traitement des eaux.

L'humidité est calculée à partir de la relation suivante :

$$H = (M_0 - M_1) / M_1 (\%)$$

Tels que :

M_0 : Masse du grignon d'olive avant séchage (g).

M_1 :Masse du grignon d'olive après séchage (110°C dans l'étuve pendant 2 heures) (g).

Les cendres : Le taux de cendres permet de connaître la part de la matière organique qui entre dans la structure du grignon d'olive.

Le taux de cendres est défini par :

$$\% \text{ cendres} = m/m_0$$

Tels que :

m_0 : masse de grignon d'olive.

m : masse de cendre pesée après calcination à 625°C pendant 2 heures.

La porosité : La porosité est liée à la présence de pores entre les grains constituant un solide. Elle est exprimée par le rapport du vide au volume total.

Mode opératoire : Pour mesurer la porosité (ϵ), on utilise une éprouvette de 10 ml qu'on remplit de grignon d'olive jusqu'à un volume de 2 ml, soit une masse M_1 . On ajoute du méthanol jusqu'à un volume de 4 ml, soit alors la masse M_2 .

La porosité est calculée par la relation suivante :

$$\epsilon = V_1/V_T = [(M_2 - M_1)/d] - V_2/V_T$$

Avec : $V_T = 4$ ml ; $V_2 = (4-2)$ ml ; d : densité du méthanol = 0,792.

La densité réelle : Elle permet d'étudier la répartition du volume poreux.

Mode opératoire : L'échantillon est mis dans une étuve à 110°C pour le déshydrater, une quantité du produit sec à analyser est mise dans un pycnomètre taré, il est ensuite rempli de méthanol et pesé.

La connaissance de la tare et de la masse volumique du méthanol nous permet d'accéder au poids du grignon d'olive utilisé, et connaissant le volume du pycnomètre, nous déduisons la densité :

$$d_r = M_0 \cdot \rho / (P_2 - P_1)$$

Tels que :

M_0 : Masse du produit à analyser (g).

ρ : Masse volumique du méthanol ($\rho = 0,792$ g/cm³).

P_1 : Masse du méthanol à ajouter à M_0 pour remplir le pycnomètre (g).

P_2 : Masse du méthanol remplissant le pycnomètre (g).

La densité apparente : La densité apparente est donnée par la relation suivante :

$$d_{ap} = M_0/V$$

Tels que

$M_0 = M_2 - M_1$ Avec :

M_0 : Masse du grignon d'olive

M_2 : Masse d'une éprouvette de 10ml qui contient le grignon d'olive (g).

M_1 : Masse de l'éprouvette vide (g).

V : Volume de l'éprouvette = 10 ml.