



**Institut National des Sciences Appliquées**  
Département Génie des Procédés et Environnement  
135, avenue de Rangueil  
31 077 Toulouse Cedex 4, France



**UNIVERSITÉ  
LAVAL**

**Université Laval**  
Département de Génie Civil et de Génie des Eaux  
Pavillon Adrien Pouliot  
1065 Avenue de la Médecine  
G1V 0A6, Québec, QC, Canada

# Caractérisation des eaux usées Contribution au développement de la respirométrie hybride

Maxime Pigou  
Rapport de stage de 4<sup>ème</sup> année  
Période du 24 juin au 13 septembre 2013

Maître de stage .....Peter Vanrolleghem  
Tutrices.....Giulia Bachis & Vanessa Boudreau  
Responsable INSA .....Mathieu Sperandio



# RESUME

---

Les problématiques environnementales sont aujourd'hui de plus en plus fortes. L'économie des matières premières, la diminution des impacts environnementaux ou encore la protection des ressources sont des enjeux majeurs dans les politiques actuelles.

Dans ce cadre, l'utilisation rationnelle de l'eau, aussi appelée « Or Bleu », mobilise de nombreux acteurs et notamment les groupes industriels de traitement des effluents résiduaux. L'amélioration de leurs procédés passe par une modélisation toujours plus fine des opérations unitaires de traitement, et par une caractérisation de plus en plus précise des effluents.

La respirométrie s'inscrit ici comme étant un outil particulièrement puissant dans la caractérisation d'une eau usée. Existant sous de nombreuses formes, son principe reste celui d'évaluer la consommation de l'oxygène par une biomasse au cours du temps. Cette consommation peut ensuite être corrélée aux phénomènes biologiques de croissance, de dégradation et de consommation d'un substrat simple ou plus généralement mixte.

Ici, l'utilisation d'un respiromètre séquencé fermé a permis la caractérisation d'effluents en provenance de la station de traitement des eaux usées de la ville de Québec. La démarche d'exploitation des données brutes de consommation d'oxygène a été complétée par de nombreuses suggestions visant à améliorer la précision des résultats obtenus.

Se basant sur l'évolution des technologies des sondes à oxygène dissous, la respirométrie s'adapte et de nouvelles technologies de respiromètres peuvent voir le jour. Ainsi, la mise en œuvre de la technologie de respiromètre hybride (1) devient possible et offre de nombreux avantages par rapport aux technologies précédentes. Précision, fréquence élevée d'acquisition et maintenance automatique seront les principales caractéristiques du prototype *respirEAU* développé actuellement au sein du groupe *modelEAU*.

Le *respirEAU* est un prototype expérimental dont les premiers essais en présence de boues activées ont été réalisés au cours de l'été 2013. Ces essais ont permis de mettre en place une méthodologie d'utilisation du respiromètre, et ont également permis de mettre en évidence des axes d'améliorations ou d'investigations sur des comportements inattendus du prototype.

# REMERCIEMENTS

---

Je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements au Professeur Peter Vanrolleghem pour m'avoir permis d'intégrer son équipe de recherche *modelEAU* et pour m'avoir fait découvrir le sujet très intéressant de la respirométrie. Ses remarques et réponses à mes questions ayant toujours été très constructives.

Merci à Giulia Bachis et à Vanessa Boudreau pour m'avoir formé respectivement à l'utilisation des respiromètres traditionnels et hybrides et pour avoir encadré mon travail tout au long de mon séjour.

Merci à Sylvie Leduc pour m'avoir formé aux bonnes pratiques du laboratoire d'environnement du département de Génie Civil et de Génie des Eaux de l'Université Laval. Merci également d'avoir facilité mes démarches d'arrivée, et d'avoir effectué un suivi hebdomadaire des tâches effectuées.

Dans le cadre du développement du projet *respirEAU*, merci à Martin Lapointe de m'avoir reçu dès son retour de vacances et d'avoir su répondre à mes demandes d'amélioration de l'interface de contrôle du respiromètre.

Merci finalement à l'ensemble de l'équipe *modelEAU* et aux personnes qu'il m'a été donné de côtoyer au cours de mon stage, en particulier à Paul Lessard, Michel Bisping, Thibaud Maruéjols, ainsi que les autres stagiaires en provenance de l'INSA : Julie Cigna, Claire Lutignier et Marine Tournois.

# SOMMAIRE

---

## Table des matières

Présentation du lieu de stage.....	1
I.    L'Université Laval.....	1
II.   Le groupe modelEAU.....	1
Introduction.....	2
Respirométrie traditionnelle.....	3
I.    Contexte.....	3
II.   Présentation du respiromètre traditionnel.....	3
III.  Exploitation des résultats.....	6
1.  Méthode actuelle d'exploitation.....	6
2.  Méthode d'exploitation proposée : programme R.....	7
a.  Fonctionnement et avancement.....	7
b.  Calibration du programme.....	8
IV.  Propositions complémentaires.....	9
1.  Méthode de régression.....	9
a.  Problématique et proposition.....	9
b.  Description des méthodes de régression.....	9
c.  Comparaison des méthodes.....	9
d.  Choix effectué.....	10
2.  Âge des boues utilisées.....	10
Respirométrie hybride.....	12
I.    Pilote respirEAU.....	12
1.  Principe de fonctionnement.....	12
a.  Mesure de la <b>rO2</b> en continu.....	12
b.  Suivi de la qualité de la mesure.....	13
2.  Etat d'avancée initiale du projet.....	14
II.   Travail effectué.....	15
1.  Dilution des boues activées.....	15
2.  Inversion du débit.....	17

a. Dynamique des sondes à oxygène .....	17
b. Défaut de calibration.....	19
c. Mesure de <b>rO2</b> .....	21
Conclusion .....	23
Bibliographie.....	24

## Table des figures

Figure 1 : Schéma de principe - respiromètre séquencé fermé .....	3
Figure 2 : Photographie - respiromètre séquencé fermé.....	5
Figure 3 : Respirogramme - Séquence d'analyse hebdomadaire.....	6
Figure 4 : Respirogramme - Aires de calcul .....	7
Figure 5 : Respirogramme - Mise en régime endogène .....	11
Figure 6 : Schéma de principe - Respirométrie hybride .....	12
Figure 7 : Courbe de simulation - Inversion de débit .....	13
Figure 8 : Photographie - respiromètre hybride .....	14
Figure 9 : respirEAU - Boues au 1/20.....	15
Figure 10 : respirEAU - Boues au 1/4.....	16
Figure 11 : Inversion de débit - Avant lavage des sondes .....	17
Figure 12 : Inversion de débit - Après lavage des sondes .....	18
Figure 13 : Suivi de l'oxygène dissous - Inversion du débit .....	19
Figure 14 : Mise en évidence d'un défaut sur le calcul de rO2 .....	20
Figure 15 : Résultats de la correction de DO .....	21
Figure 16 : Influence de la correction sur la rO2 .....	21

## Table des tableaux

Tableau 1 : Constantes de cinétique des sondes .....	18
--	----

# PRESENTATION DU LIEU DE STAGE

---

## I. L'Université Laval

Créée en 1663, l'Université Laval est l'un des principaux établissements d'enseignement et de recherche du Canada. Elle accueille plus de 48000 étudiants par an dans plus de 400 programmes d'enseignement.

Située dans la ville de Québec, cette école est fortement ouverte à l'international et accueille ainsi plus de 4500 étudiants grâce à 700 ententes inter-universitaires.

En juin 2012, ce sont 251 chaires, instituts, centres et regroupements de recherches qui travaillent à l'amélioration des connaissances scientifiques, politiques, historiques ou même théologiques.

## II. Le groupe de recherche modelEAU

Parmi les groupes de recherches hébergés par l'Université Laval se trouve le groupe modelEAU, fondé en 2005 par le Professeur Peter Vanrolleghem, titulaire de la Chaire Canadienne de Recherche en modélisation de la qualité de l'Eau.

Ce groupe s'intéresse aux différentes problématiques liées au traitement des eaux, ou au suivi de leurs qualités dans un milieu récepteur. Une vingtaine de chercheurs, doctorants et étudiants de maîtrise s'impliquent dans différents projets dont la modélisation d'un décanteur primaire, le développement de stations de mesure en ligne, ou encore la modélisation des micropolluants.

# INTRODUCTION

---

Dans le cadre de l'amélioration des opérations de traitement des eaux usées, de nombreuses mesures existent pour caractériser les échantillons recueillis : dosage des composés azotés ou carbonés dissous, mesure de l'acidité, de la turbidité ou encore des demandes en oxygène d'un effluent. Ces dernières sont grossièrement évaluées par la mesure des Demande Chimique ou Biologique en Oxygène (DCO et DBO). Cependant ces mesures ne sont que macroscopiques et ne donnent pas une idée précise des mécanismes liés à ces demandes en oxygène. Malgré tout, leur connaissance est essentielle à différents niveaux : dimensionnement d'organes d'aération, prévision des impacts d'un rejet sur le milieu naturel ou modélisation de la dépollution des effluents par exemple.

La connaissance des phénomènes qui ont lieu dans l'eau usée est un prérequis fondamental au développement de modèles mathématiques qui sont couramment utilisés pour la recherche, la conception et l'optimisation des procédés de traitement des eaux usées. Il est donc nécessaire de développer des méthodes et outils fiables et précis pour décrire correctement ces mécanismes.

Par rapport à la mesure de la consommation en oxygène, la respirométrie fait partie de ces outils permettant d'obtenir des informations sur certaines composantes de la DCO, en étudiant pour un échantillon la cinétique de consommation de l'oxygène au cours du temps.

Mon stage a porté sur l'utilisation et l'amélioration de deux respiromètres utilisant des technologies similaires mais appliquées différemment.

Le premier a été développé, et est commercialisé, par le LISBP (anciennement LIPE) à l'INSA de Toulouse. Il présente l'avantage d'avoir été testé et éprouvé durant plusieurs années, il permet donc aujourd'hui d'effectuer des analyses hebdomadaires sur de réels échantillons provenant des stations d'épuration de la ville de Québec.

Le second respiromètre, dénommé *respirEAU*, est un pilote de respirométrie hybride actuellement développé au sein du groupe *modelEAU*. En utilisant, non pas une, mais deux sondes à oxygène dissous, ce respiromètre offre de nombreux avantages sur la fréquence d'acquisition, sur la qualité des données, et sur l'entretien automatisé de l'appareil. Lors de ma prise en main du dispositif, seuls des tests en absence de biomasse avaient été effectués. J'ai donc eu la possibilité d'être le premier à l'utiliser en conditions réelles de mesure de taux de respiration.

# RESPIROMETRIE TRADITIONNELLE

---

## I. Contexte

La respirométrie, dite ici traditionnelle, serait plus justement appelée respirométrie fermée séquencée. C'est une méthode de respirométrie mise en place depuis de nombreuses années et utilisée par le groupe *modelEAU* pour caractériser différents échantillons d'eaux usées.

Dans le cadre de mon travail, j'ai utilisé la respirométrie traditionnelle pour l'analyse d'échantillons d'eau usée provenant de la station de traitement des eaux usée de Beauport, traitant les effluents urbains générés par la ville de Québec.

Les résultats de respirométrie ont permis de déterminer, pour chaque échantillon, certaines fractions de pollution biodégradable décrites par le modèle à boues activées *Activated Sludges Model 1 (ASM1)*. La connaissance de ces fractions est nécessaire pour décrire et modéliser les effluents et boues liés au fonctionnement de la filière de traitement étudiée.

Mon travail, bien qu'apportant des données exploitables par le groupe dédié à la modélisation des procédés de traitement des eaux, n'était pas axé sur l'exploitation brute des données de respirométrie, mais sur l'amélioration de la méthodologie d'exploitation. Cette méthodologie est en effet actuellement entachée de sources d'erreurs et pourrait donc être améliorée par un traitement automatisé, et informatisé, des données.

## II. Présentation du respiromètre traditionnel

La respirométrie séquencée fermée fonctionne en suivant le schéma de principe de la Figure 1 :

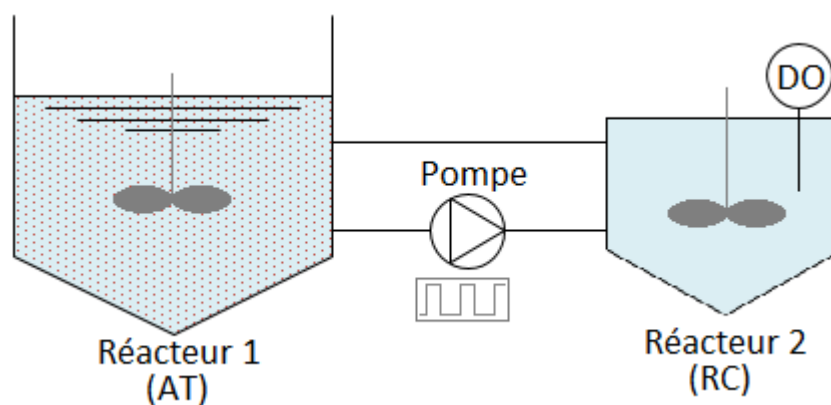


Figure 1 : Schéma de principe - respiromètre séquencé fermé

La figure précédente fait apparaître deux réacteurs :

- Réacteur 1 : Réacteur parfaitement agité et aéré nommé **Aeration Tank (AT)**



- Réacteur 2 : Réacteur parfaitement agité non-aéré nommé **Respiration Chamber (RC)**

Le fluide contenu dans ces réacteurs est un mélange de boues activées et d'eau usée à caractériser. Cette caractérisation se fait par un suivi de l'activité de la biomasse contenue dans les boues. Cette activité induit une consommation d'oxygène que l'on cherche à mesurer, et traduit la dégradation de matière biodégradable contenue dans l'échantillon analysé.

Le couplage d'un réacteur aéré avec un réacteur non-aéré permet, par l'utilisation de cycles, de déterminer les valeurs de taux de consommation de l'oxygène par la biomasse,  $r_{O_2}$ , au cours du temps. En effet, la mise en marche cyclique de la pompe permet de renouveler en oxygène le milieu contenu dans le réacteur non-aéré. Lors de l'arrêt de la pompe, les réacteurs deviennent des réacteurs fermés sur lesquels les bilans massiques en oxygène s'écrivent simplement :

$$\text{Aeration Tank : } \frac{d[O_2]_{AT}}{dt} = k_L a ([O_2]^{sat} - [O_2]_{AT}) - r_{O_2}$$

$$\text{Respiration Chamber : } \frac{d[O_2]_{RC}}{dt} = -r_{O_2}$$

Dans l'*Aeration Tank*, le terme  $k_L a ([O_2]^{sat} - [O_2]_{AT})$  correspond à l'apport d'oxygène par transfert gaz-liquide. Ce transfert doit prédominer sur la consommation d'oxygène par la biomasse,  $r_{O_2}$ , afin d'enrichir le milieu en oxygène. Dans la *Respiration Chamber*, seul existe le phénomène de consommation de l'oxygène par la biomasse.

Ainsi, la mesure de l'évolution de la concentration en oxygène dans la chambre de respiration suffit à déterminer la valeur de  $r_{O_2}$  par une simple évaluation de pente. Chaque cycle *renouvellement du milieu/évaluation de la pente* permet donc d'accéder à une valeur moyenne de  $r_{O_2}$  sur la durée du cycle, ce qui permet en pratique une fréquence d'acquisition de l'ordre de 6 minutes.

Une étude a été effectuée pour déterminer les boues activées les plus adaptées à une utilisation dans ce pilote. En effet, les boues doivent d'une part avoir une forte activité microbiologique, mais doivent également ne pas entraîner de phénomènes de colmatage ou d'apparition de mousse. Les boues retenues sont celles provenant de la station d'épuration de la garnison militaire de Valcartier. Cette station est située à proximité de la ville de Québec, et correspond parfaitement aux critères exigés.

La photographie représentée en Figure 2 montre le pilote mettant en application le principe de respiromètre précédemment expliqué. Ce pilote, développé au sein de l'INSA de Toulouse, comporte les éléments suivants :

- Réacteurs aéré et non-aéré avec agitateur
- Pompe péristaltique
- Double enveloppe de régulation de la température

- Système de contrôle de pH (non utilisé ici)
- Panneau de contrôle électrique
- Ordinateur – Interface de contrôle et d'acquisition

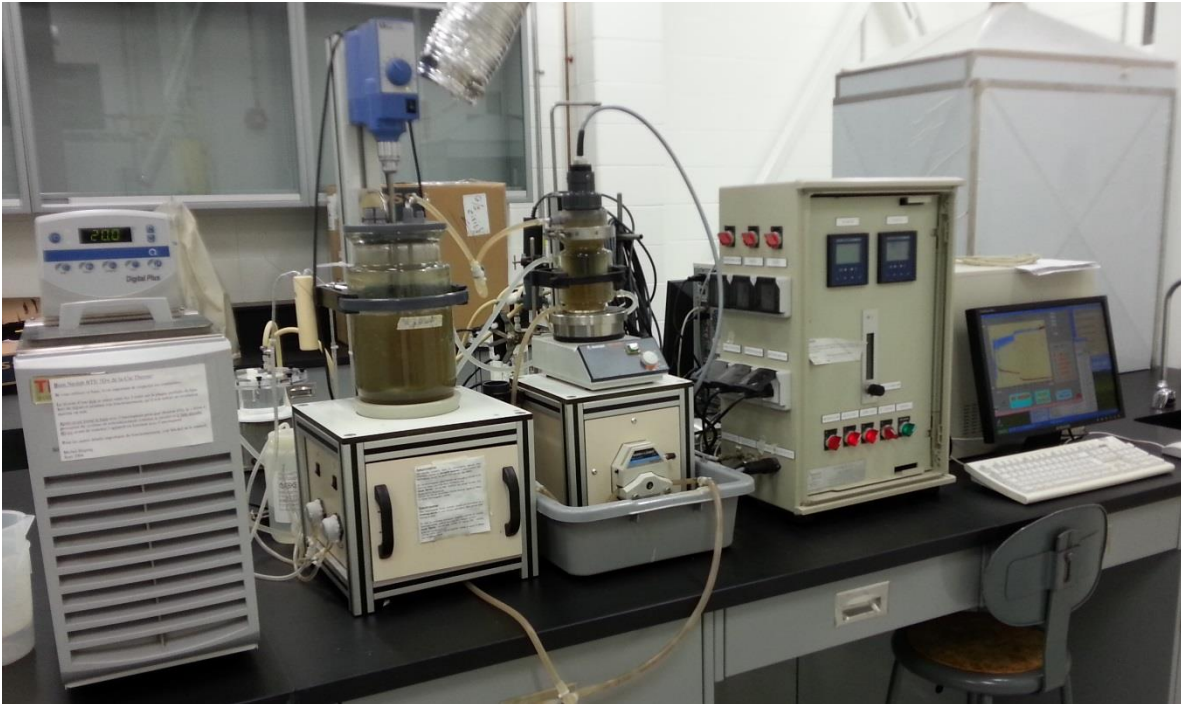


Figure 2 : Photographie - respiromètre séquencé fermé

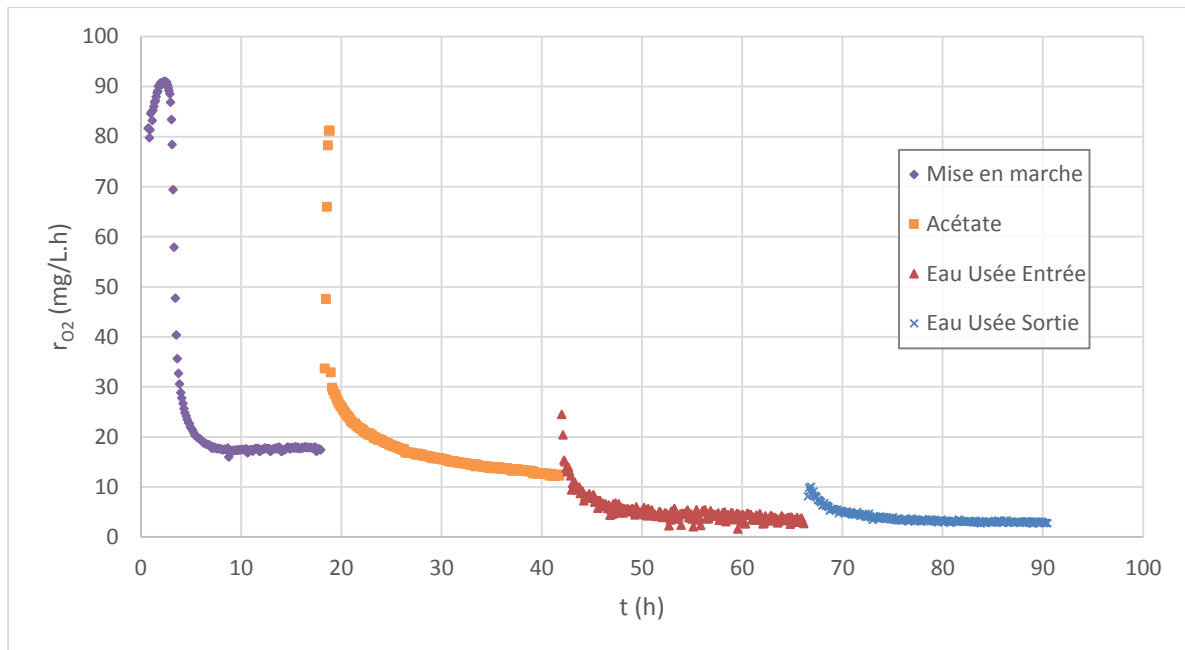
### III. Exploitation des résultats

#### 1. Méthode actuelle d'exploitation

L'analyse d'un échantillon d'eau usée par respirométrie suit la démarche suivante :

- Mise en fonctionnement de l'appareillage avec 2 L de boues activées
- Eveil de la biomasse par ajout d'acétate
- Vidange partielle du respiromètre
- Ajout d'eau usée (rapport volumétrique échantillon/boues approximatif de 4:1 )

Cette démarche permet l'obtention d'un respirogramme ayant l'allure suivante :



L'exploitation des résultats a pour but l'obtention des fractions nommées  $S_S$  et  $X_R$  de la DCO. La première,  $S_S$ , correspond à la fraction rapidement biodégradable, tandis que  $X_R$  est la fraction rapidement hydrolysable.

Le calcul de ces fractions se fait par une distinction de trois sources de consommation d'oxygène :

- Consommation constante liée au régime endogène de la biomasse
- Consommation suivant une décroissance exponentielle, liée à la dégradation de la fraction rapidement hydrolysable:  $X_R$
- Consommation liée à la dégradation de la fraction rapidement biodégradable :  $S_S$

Ces trois consommations d'oxygène correspondent, sur un respirogramme, aux trois aires mises en évidence sur la Figure 4 :

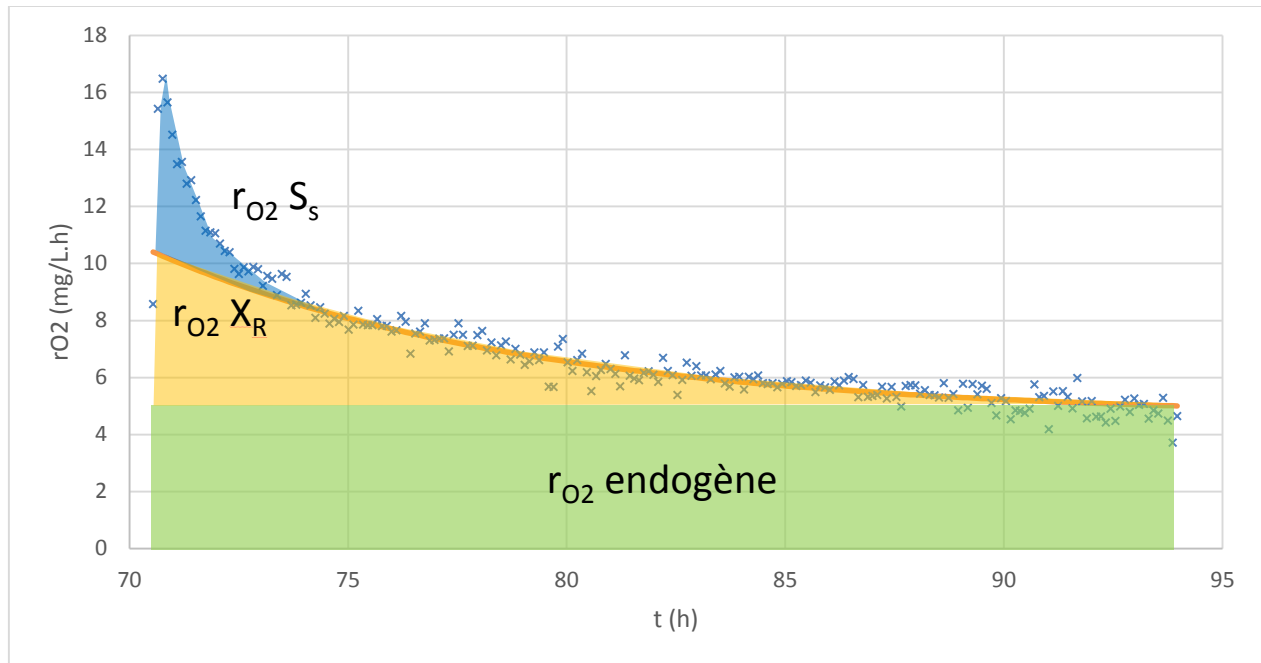


Figure 4 : Respirogramme - Aires de calcul

Actuellement, le traitement des données est réalisé à l'aide d'un logiciel de tableur (tel que Microsoft Excel), et nécessite d'effectuer une régression exponentielle des dernières valeurs. Le choix de la plage de temps, sur laquelle calculer la régression, est effectué par l'opérateur de manière subjective. Cela a une influence sur la manière dont les données sont traitées et sur les résultats obtenus.

Afin d'éliminer ce biais d'interprétation, j'ai proposé de développer un programme, réalisé dans le langage R, qui permettrait un traitement systématique des jeux de données obtenus par respirométrie.

## 2. Méthode d'exploitation proposée : programme R

### a. Fonctionnement et avancement

Pour permettre un traitement systématique des données, et donc une cohérence dans les résultats fournis par la respirométrie, j'ai proposé de réaliser un programme de traitement des données. Ce programme a été réalisé à l'aide du langage R.

Les fonctionnalités du programme sont les suivantes :

- Récupération de saisies par l'utilisateur
  - Noms des fichiers de sauvegarde générés par l'interface BIOSR du respiromètre
  - Masses de produits injectés dans le réacteur
  - Volumes de boues activées et d'eaux usées

- Commentaires sur le fonctionnement
- Lecture des fichiers de données
  - Fusion éventuelle de plusieurs fichiers
  - Récupération des données correspondant à chaque échantillon
- Analyse de chaque échantillon
  - Calcul de la plage de temps de régression exponentielle
  - Régression exponentielle et calcul de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$
  - Calcul, par intégration, des masses d'oxygène correspondant à chaque fraction de la DCO
- Synthèse des résultats

Actuellement, le programme est développé jusqu'à l'étape de calcul de la plage de temps. En effet, il est difficile de parvenir à une méthode permettant de traiter tous les jeux de données pouvant être obtenus par respirométrie. Suivant la cinétique de dégradation de la pollution par la biomasse, les respirogrammes peuvent montrer des comportements différents, principalement sur leurs premières valeurs : croissance puis décroissance de la  $r_{O_2}$ , ou directement décroissance des valeurs par exemple.

L'analyse des courbes est donc compliquée par cette diversité des jeux de données. Lorsqu'une méthode aura été définie pour déterminer la plage de temps de régression permettant le meilleur traitement des données, la suite du programme pourra rapidement être finalisée.

#### b. Calibration du programme

Afin de faciliter l'exploitation des courbes, et de déterminer un critère de calibration à partir duquel estimer l'instant de fin de consommation de la fraction  $S_S$  de la DCO, j'ai proposé de synthétiser un effluent dont les fractions  $S_S$  et  $X_R$  seraient connues. Actuellement, une pollution de type  $S_S$  peut être simulée par l'utilisation d'acétate de sodium. Cependant aucun réactif présent en laboratoire n'est connu pour avoir des propriétés similaires à la fraction  $X_R$  de la DCO.

J'ai effectué un essai de respirométrie sur un mélange en solution d'acétate de sodium et d'amidon de pomme de terre, qui de par sa nature colloïdale pourrait avoir un comportement lentement hydrolysable. Cependant, cet essai n'a pas été concluant.

Il serait donc intéressant de poursuivre ces recherches afin de constituer un échantillon dont les fractions  $S_S$  et  $X_R$  seraient parfaitement connues. Ainsi, la calibration du programme réalisé sous R pourrait être testée pour vérifier si l'exploitation du respirogramme permet de retrouver les fractions théoriques de l'échantillon analysé.

## IV. Propositions complémentaires

### 1. Méthode de régression

#### a. Problématique et proposition

Actuellement, la régression exponentielle présentée précédemment est réalisée à l'aide du logiciel Excel et de la fonctionnalité offerte par ce logiciel de régresser les nuages de points, entre autre sous une forme exponentielle.

Cette méthode de régression, bien que simple d'usage, n'est pas la plus performante de par ses contraintes. Elle nécessite en effet que les ordonnées du nuage de point tendent vers zéro, et qu'aucune valeur ne soit négative ou nulle. La première condition est respectée en soustrayant aux données de  $r_{O_2}$  leur valeur moyenne finale. Cependant, le bruit existant sur la mesure engendre alors nécessairement l'apparition de valeurs négatives empêchant la régression, celle-ci transformant les données par logarithme. Il faut donc éliminer ces données négatives ce qui a pour conséquence une perte d'information et de précision sur la suite de la démarche.

Pour éviter cette perte d'information, et obtenir une régression potentiellement plus précise, j'ai proposé d'utiliser non plus l'outil de régression intégré dans Excel, mais le solveur de ce même logiciel pour trouver la meilleure régression exponentielle par une méthode de minimisation des carrés des écarts.

#### b. Description des méthodes de régression

La régression proposée par Excel est de la forme  $r_{O_2}(t) = A * e^{-B*t}$ . La démarche de calcul est alors :

- Isoler les données d'un essai de respirométrie
- Calculer  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  en moyennant les dernières valeurs de cet essai
- Calculer  $r_{O_2 \text{ exogène}} = r_{O_2} - r_{O_2 \text{ endogène}}$
- Supprimer les valeurs négatives ou nulles de  $r_{O_2 \text{ exogène}}$
- Effectuer la régression du nuage de point

L'utilisation du solveur d'optimisation inclus dans Excel nous rend libre du choix de la forme de la régression. Ainsi, pour la régression exponentielle des données, il est possible d'utiliser la forme :  $r_{O_2}(t) = k * e^{-\frac{t}{\tau}} + r_{O_2 \text{ endogène}}$ .

Le solveur inclus dans Excel permet de minimiser la somme des écarts des carrés entre les données expérimentales et une colonne contenant les valeurs de la régression. Ainsi, il est possible de déterminer les valeurs de la constante pré-exponentielle  $k$ , de la constante de temps  $\tau$  et de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$ .

#### c. Comparaison des méthodes

La méthode proposée présente plusieurs avantages dans le traitement des données :

L'utilisation d'un solveur d'optimisation permet de s'affranchir des contraintes imposées par le système de régression d'Excel. Ainsi, tout jeu de données peut être utilisé sans devoir éliminer des valeurs de  $r_{O_2}$  et donc sans perdre la moindre information. De plus, la connaissance de la valeur de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  n'est

plus un prérequis à l'analyse des données. Cela permet d'éliminer une imprécision dans le cas où l'analyse par respirométrie a été interrompue avant l'atteinte du régime endogène et permet de gagner en précision sur la valeur de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$ .

Ce dernier gain de précision est particulièrement intéressant. En effet, le calcul de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  intervient tôt dans le processus de traitement des données de respirométrie, et a une influence importante sur les résultats finaux que sont les concentrations en  $S_s$  et  $X_R$ .

En revanche, cette méthode nécessite l'appel à un solveur de résolution quadratique et est donc limitée aux seuls logiciels disposant de solutions d'optimisation non-linéaire. Le langage de programmation R dispose d'une fonction d'optimisation rendant possible l'implémentation de cette méthode. Ainsi, le programme développé peut faire appel aux deux méthodes comparées.

#### d. Choix effectué

Malgré les avantages apportés par la seconde méthode de régression, l'équipe modelEAU a préféré maintenir l'analyse des données par la méthode en place lors de mon arrivée. Cela permet de rendre comparables les résultats obtenus au cours des différentes campagnes de mesure effectuées.

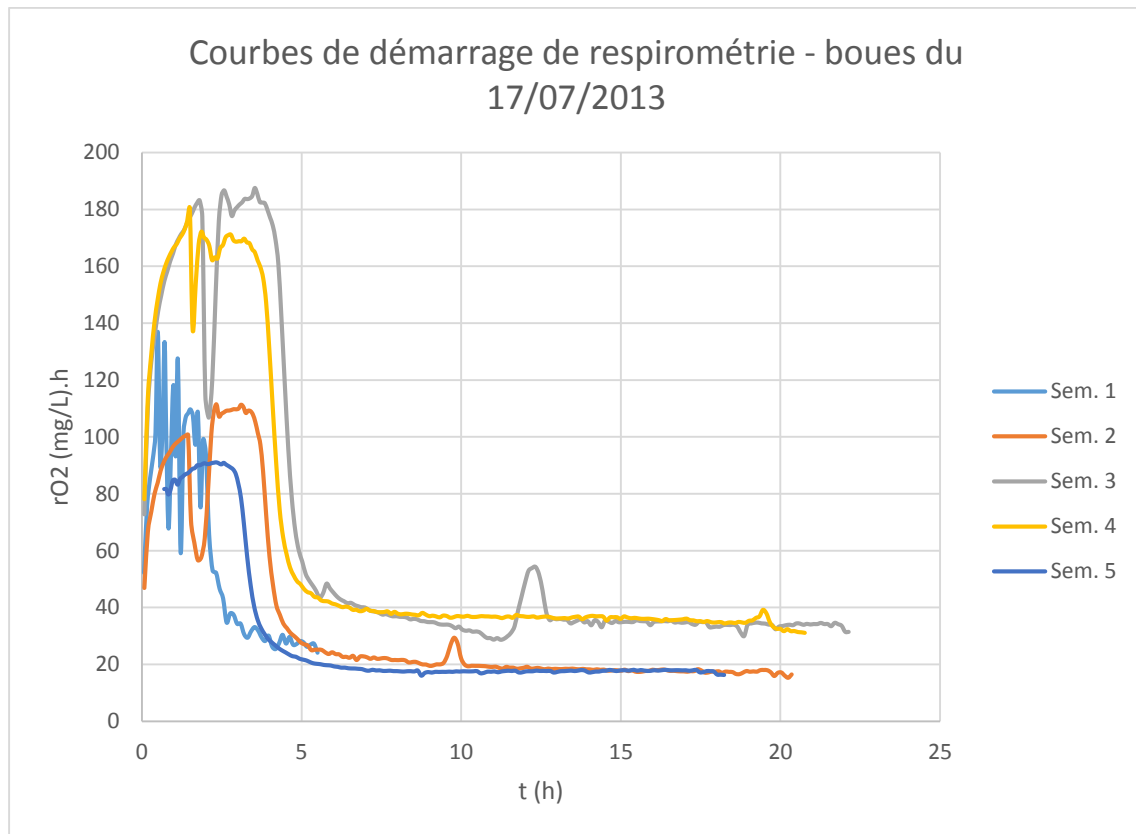
## 2. Âge des boues utilisées

Tel qu'expliqué précédemment, l'utilisation du respiromètre traditionnel nécessite l'emploi de boues activées provenant de la filière de traitement biologique d'une station d'épuration. Ici, les boues utilisées proviennent de la garnison militaire de Valcartier.

Au cours de mon stage, j'ai utilisé durant cinq semaines consécutives des boues activées prélevées un même jour à la station de Valcartier. Cela n'est pas habituel puisque la procédure standard demande d'utiliser des boues jeunes, prélevées depuis moins de deux semaines. Cependant, les boues continuaient de fournir des résultats exploitables.

Cet état de fait montre donc que les boues peuvent être conservées davantage de temps que deux semaines. Cela permettra donc une plus grande souplesse dans l'organisation des campagnes de mesure.

De plus, une observation tend à montrer qu'il est dommageable d'utiliser des boues trop jeunes. Ci-dessous, les courbes de mise en régime endogène des boues montrent un premier phénomène gênant sur les boues récemment prélevées à la station d'épuration.



**Figure 5 : Respirogramme - Mise en régime endogène**

Les courbes de la Figure 5 correspondent aux respirogrammes obtenus lors de la mise en régime endogène des boues activées d'une à cinq semaines après leur récupération à la garnison de Valcartier.

On observe que les boues jeunes provoquent un bruit important sur la mesure de  $r_{O_2}$ . De plus, les boues âgées (semaines 3, 4 et 5) sont plus rapidement en régime endogène. En effet, sur les boues jeunes, les valeurs de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  sont légèrement décroissantes au cours du temps tandis-que les boues plus âgées atteignent une valeur strictement constante de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$ . Cela simplifie fortement l'exploitation de l'analyse des échantillons et augmente la précision de ces résultats.

Finalement, la cinétique de dégradation de la fraction rapidement biodégradable  $S_s$  est significativement plus élevée avec des boues jeunes qu'avec des boues âgées. Le calcul des concentrations en  $S_s$  et  $X_R$  se fait par l'estimation d'aires sur le respirogramme, où chaque valeur de  $r_{O_2}$  correspond à une moyenne sur une période de 6 minutes environ. Ainsi, une cinétique trop élevée sur la dégradation de  $S_s$  fait que seuls deux ou trois points de données sur la respirogramme permettent le calcul de l'aire correspondant à  $S_s$ .

Une cinétique trop rapide fait donc perdre de la précision sur la valeur de  $S_s$ . Dans ce cas, l'utilisation de boues âgées d'environ trois semaines permet de réduire la cinétique de dégradation, et d'améliorer la précision des résultats.



# RESPIROMETRIE HYBRIDE

## I. Prototype respirEAU

### 1. Principe de fonctionnement

Le second pilote de respirométrie, sur lequel j'ai eu la possibilité de travailler au cours de mon stage, se nomme le prototype respirEAU. Il met en jeu la technologie de respirométrie dite hybride. Cette technologie répond au schéma de principe de la Figure 6 :

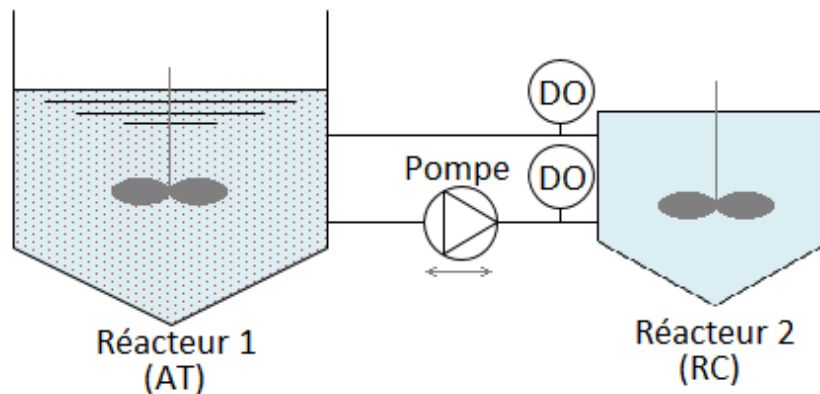


Figure 6 : Schéma de principe - Respirométrie hybride

Contrairement au respiromètre traditionnel qui fonctionne par séquences, le respiromètre hybride met en circulation continue le mélange boues-échantillon. Deux sondes à oxygènes sont disposées en amont et en aval de la chambre de respiration. La pompe est réversible ce qui permet le choix du sens de circulation du fluide, et le débit doit être contrôlable.

#### a. Mesure de la $r_{O_2}$ en continu

Par l'utilisation de deux sondes à oxygène, placées à l'entrée et à la sortie de la chambre de respiration, ce dispositif permet une mesure en continu du taux de consommation de l'oxygène. En effet, le bilan en oxygène sur la chambre de respiration peut s'intégrer sous la forme suivante :

$$[O_2]_{\text{entrée RC}} - [O_2]_{\text{sortie RC}} = r_{O_2} * \tau_{RC}$$

Avec  $\tau_{RC} = \frac{V_{RC}}{Q}$  : temps de séjour hydraulique dans le réacteur RC

On obtient donc la relation suivante :  $r_{O_2} = \frac{[O_2]_{\text{entrée RC}} - [O_2]_{\text{sortie RC}}}{\tau_{RC}}$

Cette relation n'est valable qu'en régime permanent lorsque  $r_{O_2}$  a une valeur constante, ce qui arrive en régime endogène. Dans le cas d'un régime transitoire, où  $r_{O_2}$  évolue rapidement par rapport au temps de séjour dans la chambre de respiration, la relation intégrée devient :

$$\overline{r_{O_2}}(t) = \int_{t-\frac{\tau_{RC}}{2}}^{t+\frac{\tau_{RC}}{2}} r_{O_2}(t) dt = \frac{[O_2]_{\text{entrée RC}}(t - \frac{\tau_{RC}}{2}) - [O_2]_{\text{sortie RC}}(t + \frac{\tau_{RC}}{2})}{\tau_{RC}}$$

La fréquence d'acquisition de la  $r_{O_2}$  est donc équivalente à la fréquence d'acquisition des sondes à oxygène dissous, soit dans la pratique, une mesure de  $r_{O_2}$  aux 5 secondes environ. Cela correspond donc à un gain important de précision par rapport à la respirométrie traditionnelle et permettra d'analyser la demande en oxygène de manière très fine afin, par exemple, d'améliorer la modélisation des phénomènes biologiques de consommation d'oxygène.

### b. Suivi de la qualité de la mesure

La fréquence d'acquisition élevée de ce respiromètre n'est pas son unique avantage. En effet, l'usage d'une pompe réversible permet d'effectuer des inversions de débits instantanées dont l'effet doit être une inversion des concentrations mesurées par les deux sondes.

Le résultat montré en Figure 7 correspond aux attentes théoriques, obtenues par une simulation du respiromètre hybride. La dynamique de l'inversion des concentrations, ainsi que les valeurs obtenues en régime permanent avant et après l'inversion, permettent de qualifier l'état des sondes et de mettre en évidence un besoin de nettoyage de celles-ci.

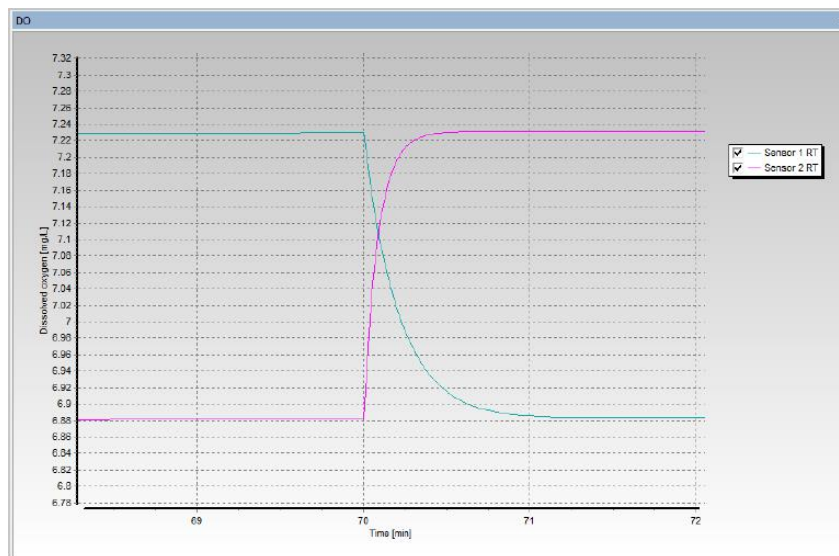


Figure 7 : Courbe de simulation - Inversion de débit (2)

Ainsi, lors de l'atteinte d'un régime permanent du point de vue de la valeur de  $r_{O_2}$ , le respiromètre pourra effectuer automatiquement une inversion de débit, mettre en évidence un défaut de nettoyage des sondes, et si nécessaire, nettoyer ces sondes par l'utilisation d'un débit de circulation élevé et réeffectuer une mesure fiable de  $r_{O_2}$ . Cela permet donc de garantir la qualité des résultats obtenus et diminue la manutention nécessaire à l'utilisation de ce respiromètre.

## 2. Etat d'avancée initiale du projet

De la théorie à la pratique, le projet respirEAU a été mis en œuvre par Vanessa Boudreau sous la forme d'un premier prototype expérimental, représenté en Figure 8, réunissant les éléments essentiels du respiromètre hybride :

- 1 et 2 : Sondes à oxygène dissous, technologie de mesure par fluorescence
- 3 : Aeration Tank (AT)
- 4 : Respiration Chamber (RC)
- 5 : Pompe réversible commandée
- 6 et 7 : Agitateurs magnétiques
- 8 : Interface de contrôle et d'acquisition

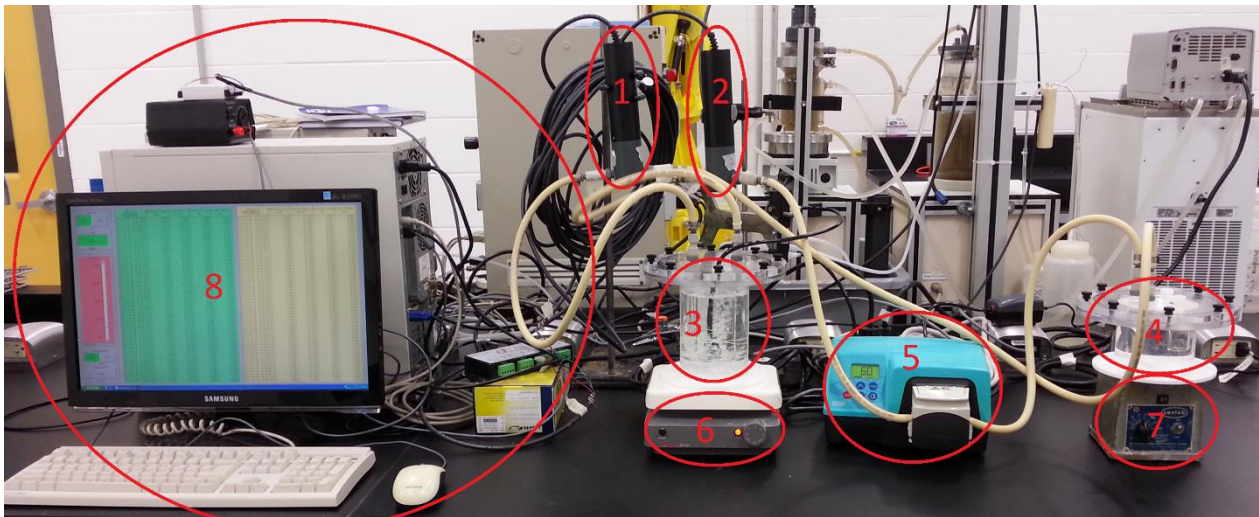


Figure 8 : Photographie - respiromètre hybride

L'interface informatique de contrôle du prototype permet de :

- Régler de débit de la pompe entre 0 et 720 mL/min
- Choisir le sens de circulation du fluide
- Lancer la sauvegarde des données acquises
- Afficher en continu les données acquises par les sondes

Avant mon arrivée, seuls des tests en eau claire avaient été réalisés, cela dans le but, d'une part de vérifier l'étanchéité du dispositif sans risque de contamination biologique, et d'autre part de calibrer les sondes et de qualifier leur dynamique.

## II. Travail effectué

Afin de permettre la mesure du taux de respiration, le respiromètre doit fonctionner avec des boues activées provenant d'une station d'épuration. Mon travail a donc été de m'assurer du bon fonctionnement du prototype en présence de telles boues et de confronter de premiers résultats expérimentaux au comportement théorique du respiromètre.

### 1. Dilution des boues activées

L'utilisation de boues activées dans le prototype entraîne un risque de colmatage des tuyaux pouvant entraîner des fuites et une dégradation du matériel utilisé. Afin d'éviter cela, une dilution des boues s'avère nécessaire. Cependant, une dilution trop élevée de celles-ci rendra moins précise la mesure de  $r_{O_2}$  permise par le dispositif. L'intérêt de cette première étude est donc de déterminer un taux de dilution permettant le compromis entre mesure et entretien du matériel.

Les boues activées utilisées sur ce prototype sont les mêmes que celles utilisées sur le respiromètre traditionnel. Selon le but de la manipulation effectuée sur le respiromètre hybride, il peut être nécessaire d'utiliser des boues en régime endogène. Les boues utilisées devront alors être tout d'abord conditionnées dans le respiromètre traditionnel.

Afin de trouver le taux de dilution idéal, différents essais ont été réalisés avec des taux de dilution volumiques allant de 1/20 à 1/4. Ces tests ont permis de mettre en évidence différents dysfonctionnements du respirEAU et finalement de trouver un taux de dilution minimisant ces dysfonctionnements.

Comme le montre la Figure 9, une dilution par 20 fois des boues ne permet pas une baisse significative de la concentration en oxygène dissous. La différence observée entre l'entrée et la sortie est davantage liée à une incertitude sur la calibration des sondes qu'à l'activité de la biomasse.

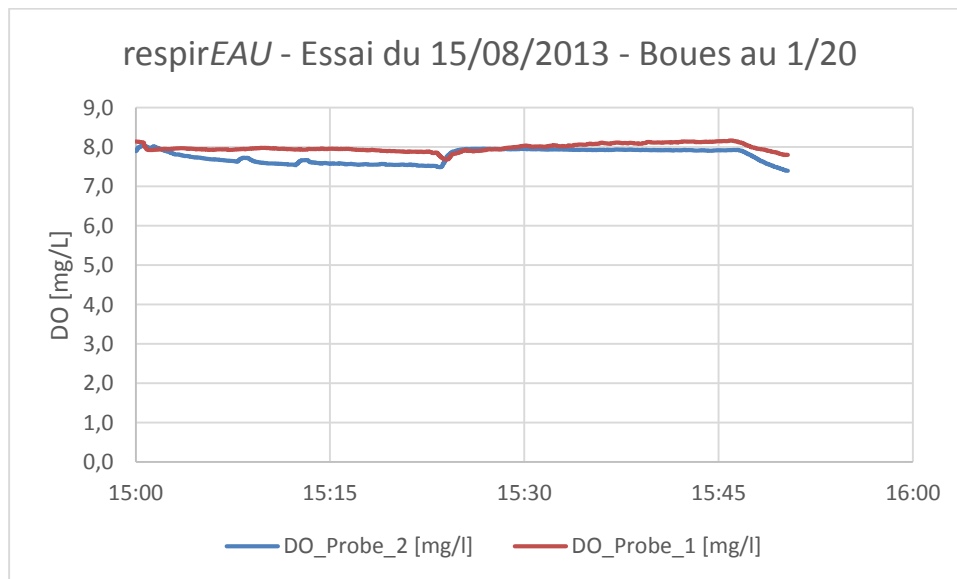


Figure 9 : respirEAU - Boues au 1/20

Suite à ce premier essai, différentes concentrations plus élevées ont été testées afin de trouver, dans un premier temps, la concentration maximale tolérable par le dispositif. Au final, aucune fuite n'a été observée, quelle que soit la concentration de boues utilisée. Cependant, aucune dilution inférieure à 1/4 n'a été testée suite à l'apparition d'un problème de dérive de la lecture de concentration d'oxygène dissous. Ce problème est visualisable sur les courbes de la Figure 10 :

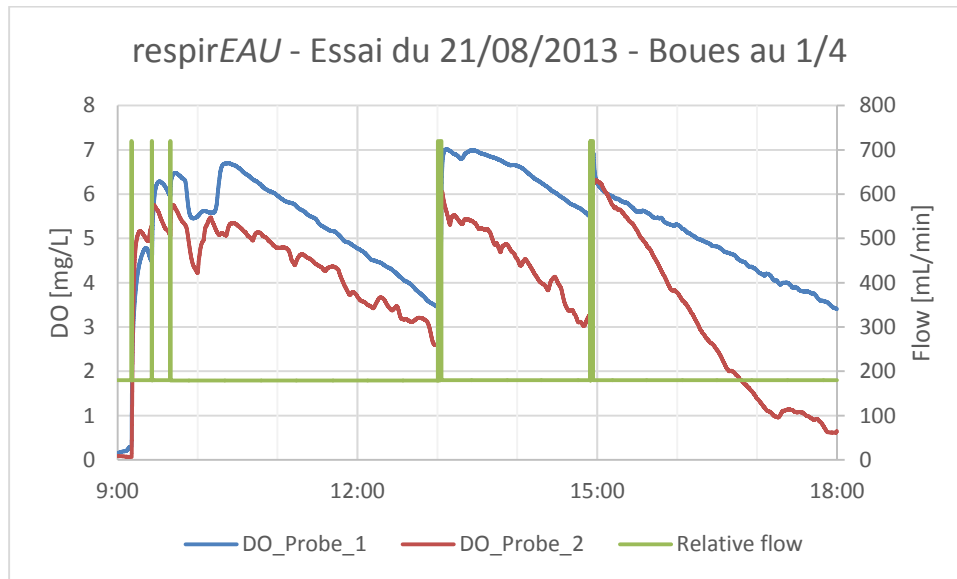


Figure 10 : respirEAU - Boues au 1/4

La courbe verte représente le débit de circulation. Lorsque ce débit est constant, à une valeur de 180 mL/min, on observe une diminution progressive des concentrations d'oxygène mesurées. Le fait que les valeurs de concentration augmentent brutalement lors des impulsions de débit montre que cette dérive est principalement liée à un besoin de nettoyage du système.

Cette expérience permet donc de mettre deux faits intéressants en évidence :

- Les impulsions de débit permettent bel et bien un nettoyage du dispositif, tel que cela était espéré. Cela permettra donc de rendre le dispositif autonome en termes de maintenance en cours d'expérience.
- Les concentrations de boues trop élevées provoquent la formation d'un dépôt de type biofilm à la surface des sondes, où l'oxygène est consommé plus rapidement qu'il n'est renouvelé.

Un essai final a été réalisé avec un facteur de dilution des boues de 1/8. Deux débits de circulation ont alors été testés : 180 et 360 mL/min. Dans les deux cas, le phénomène de dérive de la mesure a été minimisé. De plus, un écart de concentration suffisamment significatif entre l'entrée et la sortie de la chambre de respiration a été observé. Ainsi, ce taux de dilution permet d'évaluer la valeur de  $r_{O_2}$  sans entrainer de dysfonctionnement du dispositif de mesure.

## 2. Inversion du débit

La connaissance d'un taux de dilution des boues permettant une utilisation optimale du prototype a permis de poursuivre les expérimentations afin de confronter le comportement attendu du respiromètre avec le comportement observé, en particulier dans le cas d'une inversion du débit de circulation.

L'inversion du débit doit, en théorie, provoquer une inversion des valeurs retournées par les deux sondes. La dynamique de cette inversion doit permettre de caractériser l'état de propreté des sondes. De plus, une différence entre les valeurs de concentrations en oxygène avant et après inversion pourra mettre en évidence un défaut de calibration des sondes.

### a. Dynamique des sondes à oxygène

Afin de vérifier la présence d'une corrélation entre la dynamique des sondes à oxygène et le besoin de nettoyage de celles-ci, deux essais consécutifs ont été réalisés.

Le premier correspond à une inversion de débit faisant suite à une période de 30 minutes sans nettoyage des sondes tandis-que le second fait directement suite à un nettoyage approfondi de celles-ci (nettoyage manuel de la surface des sondes). En théorie, les sondes fraîchement nettoyées devraient avoir une dynamique plus rapide que les sondes non lavées.

Afin de pouvoir comparer numériquement la dynamique des sondes, les données faisant suite aux inversions de débits ont été régressées sous la forme suivante :

$$[O_2](t) = [O_2]_{t \rightarrow +\infty} + ([O_2]_{t=0} - [O_2]_{t \rightarrow +\infty}) * e^{-t/\tau}$$

La constante de temps exponentielle  $\tau$  permet de caractériser précisément la dynamique de chaque sonde.

La régression a été effectuée à l'aide du logiciel Excel en minimisant, à l'aide du solveur présent dans ce logiciel, la somme des carrés des écarts entre les valeurs expérimentales et celles correspondant au modèle présenté ci-dessus.

Les résultats obtenus sont présentés en Figure 11, Figure 12 et Tableau 1 :

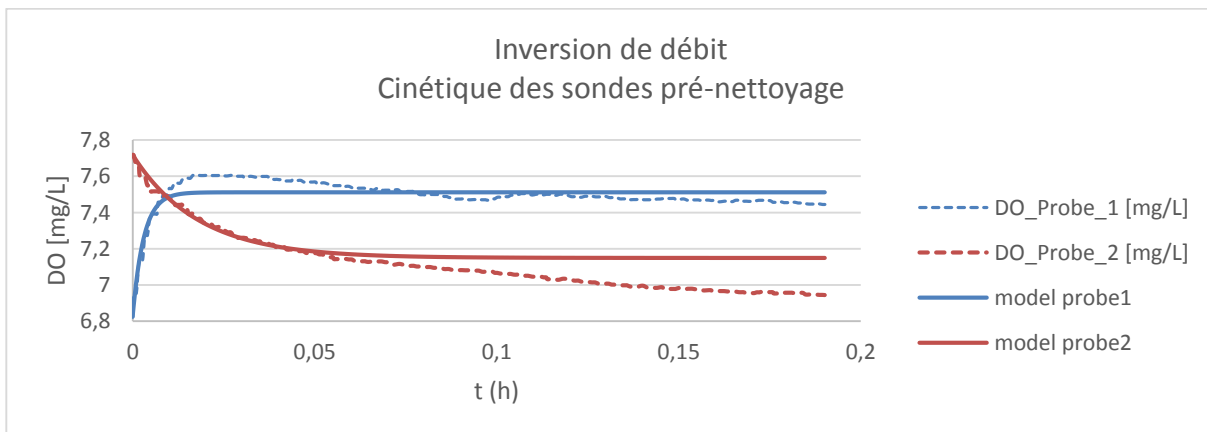


Figure 11 : Inversion de débit - Avant lavage des sondes

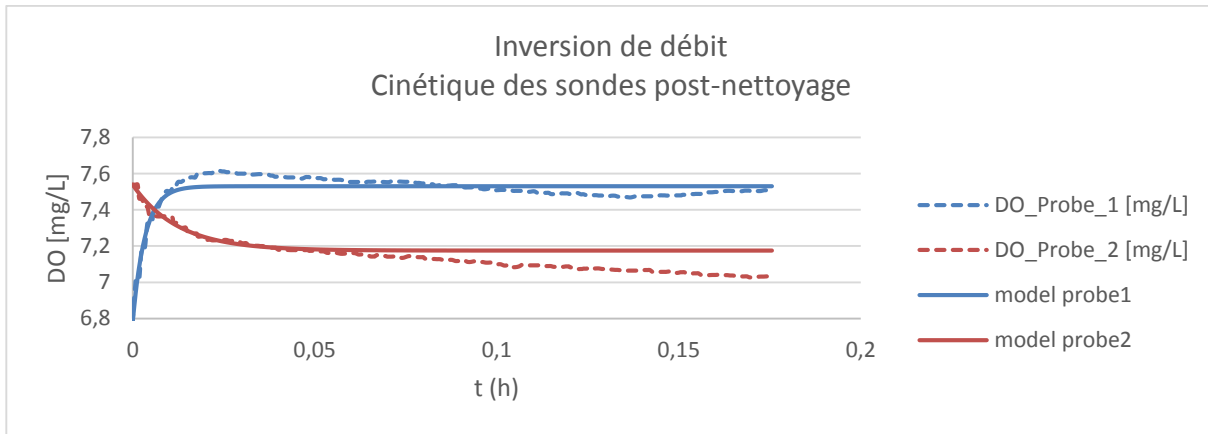


Figure 12 : Inversion de débit - Après lavage des sondes

Tableau 1 : Constantes de cinétique des sondes

	Après lavage		Avant lavage	
	DO_Probe_1	DO_Probe_2	DO_Probe_1	DO_Probe_2
$[O_2]_0$ [mg/L]	6,78	7,54	6,82	7,72
$[O_2]_\infty$ [mg/L]	7,53	7,17	7,51	7,15
$\tau$ (s)	12,4	45,0	11,0	64,9

Ces expériences n’ayant été réalisées qu’une unique fois, les conclusions suivantes ne sont que préliminaires et devront être confirmées par des essais supplémentaires.

Tout d’abord, on observe que pour chaque sonde, entre les deux mesures, la constante de temps caractéristique de la mesure n’évolue que peu. Pour la sonde « DO\_Probe\_1 », cette constante augmente de 11%, tandis que la sonde « DO\_Probe\_2 » voit sa constante  $\tau$  diminuer de 31%.

Ne connaissant pas la marge d’erreur existant sur ces évaluations des constantes de temps, il n’est pas possible de savoir si ces évolutions sont significatives et correspondent aux phénomènes de formation d’un dépôt, et d’élimination de ce dernier par nettoyage. Il pourrait être davantage intéressant d’effectuer cette expérience avec des boues diluées par un facteur 1/4, puisqu’il a été montré qu’une telle concentration entraîne rapidement la formation d’un important dépôt sur les sondes. Il sera ainsi plus facile d’observer l’incidence d’un dépôt sur la dynamique de mesure des sondes.

Une seconde observation, déjà effectuée par le passé par Vanessa Boudreau (3) lors des essais en eau claire, mériterait une investigation plus poussée. En effet, les valeurs de  $\tau$ , entre les deux sondes, sont fortement différentes, passant de 54,9 s en moyenne pour la sonde d’entrée de la chambre de respiration, avant inversion, à 11,7 s pour celle de sortie.

Une théorie selon laquelle une différence de température entre les deux sondes pourrait justifier cet écart a été avancée par Vanessa Boudreau. Cependant lors de mon expérience, l'écart de température ne dépassait pas 2°C entre les deux sondes, ce qui semble trop faible pour justifier une telle différence de dynamique. Actuellement, aucune justification n'apparaît plausible si ce n'est une différence dans la conception des sondes. Différentes expérimentations pourront être menées pour déterminer l'influence des conditions opératoires sur la dynamique.

### b. Défaut de calibration

L'inversion du débit ne modifiant pas la cinétique de consommation de l'oxygène par la biomasse, il est attendu une inversion des concentrations en oxygène lues par chaque sonde. Afin de vérifier cela, un essai d'inversion a été réalisé avec des boues en régime endogène. L'essai réalisé a permis d'obtenir les courbes présentées dans la Figure 13 :

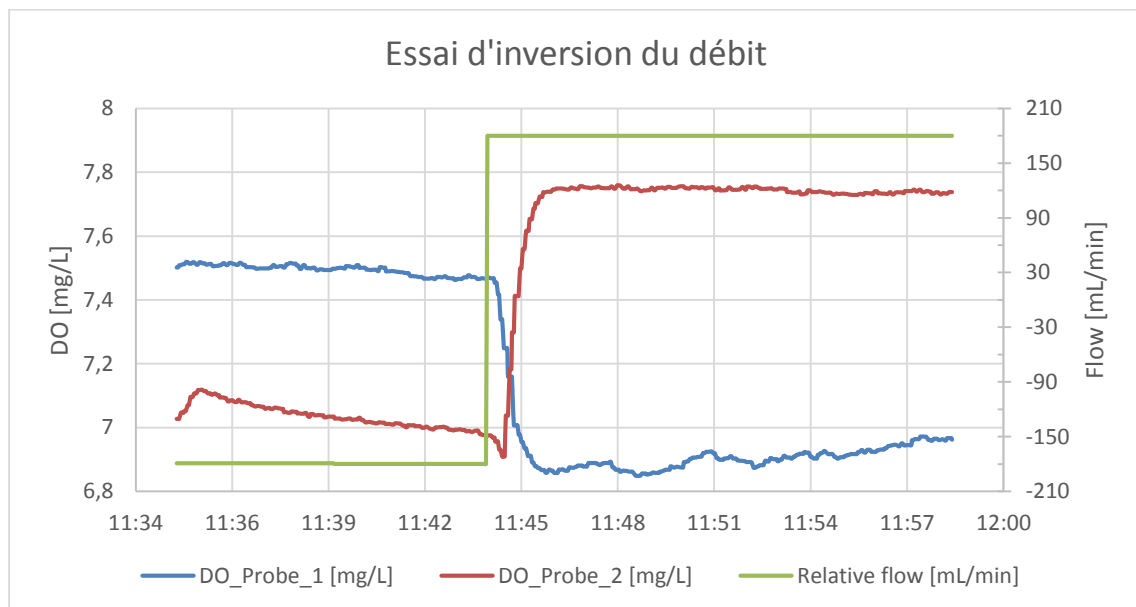


Figure 13 : Suivi de l'oxygène dissous - Inversion du débit

On observe un écart significatif entre les valeurs d'entrées de la chambre de respiration avant et après inversion. Cet écart est également présent, mais de façon moins significative, sur les valeurs de sortie. En utilisant la relation de calcul de la  $r_{O_2}$  en régime permanent, il est possible de montrer l'importance de cet écart, et son influence sur le calcul de la  $r_{O_2}$ . La Figure 14 montre l'évolution de la  $r_{O_2}$  calculée au cours du temps à l'aide des résultats de la Figure 13.



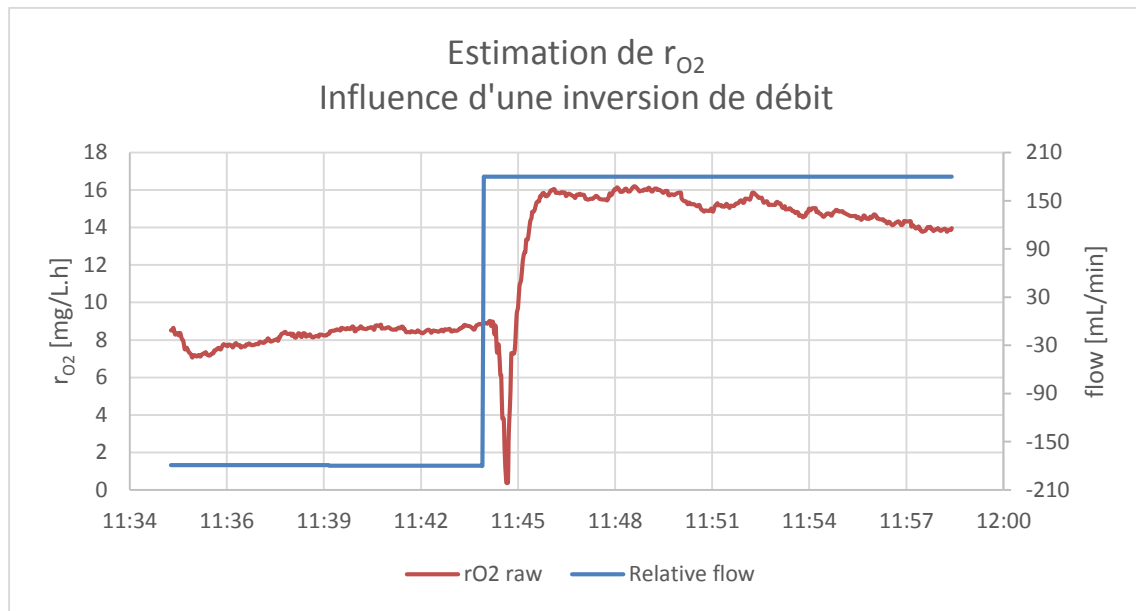


Figure 14 : Mise en évidence d'un défaut sur le calcul de rO2

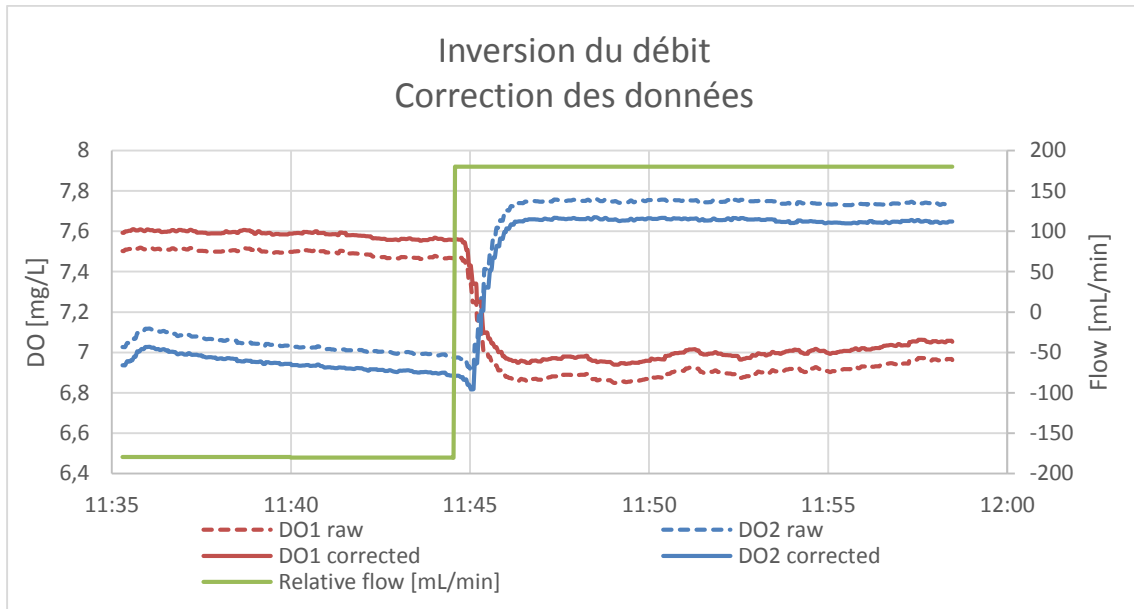
Hormis la brève diminution de la valeur de  $r_{O_2}$  faisant suite à l'inversion des concentrations, la valeur de  $r_{O_2}$  semble presque doubler suite à l'inversion de débit, passant de  $8,2 \text{ mg}_{O_2}/(L.h)$  à  $15,1 \text{ mg}_{O_2}/(L.h)$  en moyenne.

Les boues étant en régime endogène, rien ne peut justifier une telle différence de la valeur de  $r_{O_2}$  si ce n'est un problème de calibration des sondes. Il est possible de déterminer numériquement une correction à apporter aux jeux de données de chaque sonde afin de stabiliser la valeur de  $r_{O_2}$  autour d'une même valeur moyenne avant et après inversion du débit.

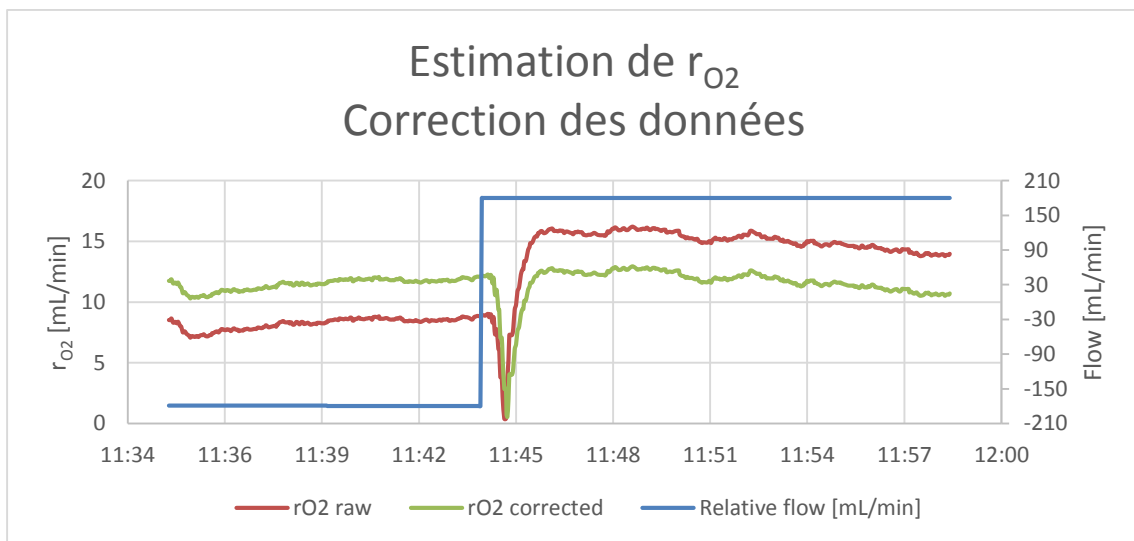
Dans la pratique, ne sachant pas quelle sonde sous-estime, ou surestime, la valeur de concentration en oxygène, on translate les deux jeux de données suivant un même coefficient. La sonde donnant les concentrations les plus faibles verra ses résultats augmentés d'une certaine valeur, et à l'inverse, celle donnant les résultats les plus élevés verra ses résultats diminués d'une même valeur.

Un solveur d'optimisation sous Excel permet de trouver la valeur à ajouter ou à retrancher aux jeux de données permettant d'égaliser les  $r_{O_2}$  moyennes avant et après inversion. Pour l'essai précédent, cette valeur est égale à  $0,0904 \text{ mg}_{O_2}/L$  et permet de stabiliser la valeur de  $r_{O_2}$  autour de  $12 \text{ mg}_{O_2}/(L.h)$  aussi bien avant qu'après inversion du débit.

Comme le montrent les graphiques en Figure 15 et Figure 16, cette correction permet d'obtenir des valeurs de concentrations en oxygène similaires avant et après l'inversion de débit. La  $r_{O_2}$  est alors effectivement constante quel que soit le sens de circulation du fluide.



**Figure 15 : Résultats de la correction de DO**



**Figure 16 : Influence de la correction sur la rO2**

Cette correction permet de s'affranchir d'une calibration des sondes et pourra être réalisée, à l'avenir, avant l'analyse de chaque échantillon d'eau usée.

#### c. Mesure de $r_{O_2}$

L'analyse des données précédente a permis de déterminer la valeur de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  des boues diluées au huitième, soit une valeur approximative de  $12 \text{ mg}_{O_2}/(L.h)$ . Cela signifierait donc que les boues non

diluées, ont en régime endogène, une valeur de  $r_{O_2}$  de  $96 \text{ mg}_{O_2}/(L \cdot h)$ . Cette valeur est très élevée pour des boues en régime endogène.

De plus, les boues utilisées lors de l'essai sur la dynamique et la calibration des sondes ont d'abord été conditionnées par le respiromètre traditionnel qui a permis de déterminer la valeur de  $r_{O_2 \text{ endogène}}$  de ces boues. Cette valeur est de  $20 \text{ mg}_{O_2}/(L \cdot h)$ .

Il existe donc un facteur 5 entre les valeurs de  $r_{O_2}$  mesurées par chaque respiromètre. Cette différence peut en partie être expliquée par l'écart de température existant entre les deux dispositifs : le respiromètre traditionnel est thermostaté à  $20^\circ\text{C}$ , tandis que le fluide contenu dans respiromètre hybride est non thermostaté, et atteint des températures proches de  $27^\circ\text{C}$ . Une température plus élevée peut entraîner une activité bactérienne plus importante et donc une valeur de  $r_{O_2}$  supérieure dans le respiromètre hybride.

Cette influence de la température pourrait être vérifiée en augmentant la valeur du thermostat du respiromètre traditionnel et en observant l'influence de cette augmentation sur des boues en régime endogène.

Cependant, il semble peu raisonnable de justifier l'écart de  $r_{O_2}$  uniquement par cette différence de température. Il est également possible que les sondes du respiromètre hybride soient mal calibrées. En effet, ces sondes n'ont pas été recalibrées lors de ma prise en main du prototype, et ce dernier n'avait pas été utilisé durant plusieurs mois avant mon arrivée.

Des investigations supplémentaires devront donc être menées pour déterminer la cause de cet écart de valeur entre les deux respiromètres.

# CONCLUSION

---

D'une part, l'utilisation du respiromètre traditionnel, déjà découvert lors de mes études en 4<sup>ème</sup> année à l'INSA de Toulouse, m'a permis de réellement comprendre les tenants et les aboutissants des tests de respirométrie.

L'intérêt d'un tel outil étant multiple, il s'avère nécessaire de maîtriser non pas seulement l'aspect expérimental du pilote, mais surtout l'aspect exploitation et traitement des données récoltées. Pour cela, une démarche était déjà existante pour déterminer, à partir d'un respirogramme, certaines fractions de la DCO de l'échantillon d'eau usée examiné.

Afin d'améliorer la qualité des résultats, une partie de mon travail a été d'effectuer des propositions permettant d'améliorer l'exploitation des respirogrammes. Différentes propositions ont donc été formulées, en particulier la méthode de régression exponentielle utilisée, le développement d'échantillons synthétiques dont les fractions  $S_s$  et  $X_R$  théoriques sont parfaitement connues et permettant ainsi de calibrer l'exploitation, et enfin le développement d'un programme de traitement systémique des données. Ce logiciel permettra, lorsqu'il aura été finalisé, de traiter de manière identique l'ensemble des résultats et surtout d'éliminer tout biais lié à une interprétation subjective.

L'observation d'un manque de données, lors de la dégradation de la fraction  $S_s$ , avec des boues activées jeunes montre un problème important lié à la respirométrie traditionnelle : la cinétique microbiologique est parfois trop rapide pour être observée avec la fréquence d'acquisition du respiromètre séquencé fermé. Cela montre tout l'intérêt du second projet sur lequel j'ai pu travailler.

Le prototype *respirEAU*, fonctionnant suivant le principe de la respirométrie hybride, permet une fréquence d'acquisition très élevée et un gain important de précision sur les résultats obtenus. Cependant, le prototype est encore à un stade peu avancé de son développement.

Ma participation à ce projet a permis de mettre au point une méthodologie d'utilisation de ce respiromètre en présence de boues activées. Cependant, plusieurs défauts ont, dans le même temps, été mis en évidence dans le fonctionnement du prototype, et dans la cohérence des résultats obtenus. Le manque de temps accordé au projet *respirEAU* m'a empêché de chercher suffisamment la cause de ces dysfonctionnements. Le projet devra donc être poursuivi afin de rendre la respirométrie hybride opérationnelle.

D'un point de vue plus personnel, cette expérience a été ma première dans le secteur de la recherche. J'y ai réalisé que des résultats ne correspondant pas aux attentes sont souvent les plus intéressants et permettent d'une part de progresser, et d'autre part de se surpasser. Prenant goût à ce contexte de travail, je pense poursuivre par la suite dans ce domaine de la recherche.

# BIBLIOGRAPHIE

---

1. **Peter A. Vanrolleghem, Henri Spanjers.** *A hybrid respirometric method for more reliable assessment of activated sludge model parameter.* 1998.
2. **Liard, Isabelle.** *Modélisation du respiromètre hybride.* 2009. p. 33, Rapport de projet.
3. **Boudreau, Vanessa.** *Characterization of dissolved oxygen probe dynamics and oxygen mass transfer coefficient in the hybrid respirometer respirEAU.* 2013. p. 16, modelEAU Technical Report. revision VB26042013.