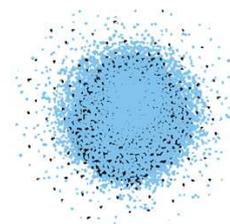


PROJET DE RECHERCHE PILOTE

Traitement de l'azote des digestats issus d'installations de bio-gaz au moyen d'un réacteur à biofilm sur support mobile

Rapport final



erep

Élaboré par :

Samuel ROCHES, Toine BAKX, Yves MEMBREZ - EREP SA

Martin BAGGENSTOS, Aurélie CHAPPAZ - WABAG

Christof HOLLIGER - EPFL-LBE

EREP SA

Chemin du Coteau 28

1123 Aclens

www.erep.ch

WABAG Technique de l'Eau SA

Bürglistrasse 31

Case postale

8401 Winterthur

www.wabag.net

EPFL ENAC IIE LBE

CH C3 425 (Bâtiment CH)

Station 6

1015 Lausanne

lbwww.epfl.ch/lbe

Impressum :

11 novembre 2010



Traitement et valorisation
de déchets et
d'effluents organiques

Tables des matières

Résumé.....	V
Liste des figures et des tableaux.....	VI
Abréviations	VII
1. Contexte	1
1.1 Introduction.....	1
1.2 État de la recherche	1
2. Objectifs.....	3
3. Description de l'installation.....	4
4. Programme et méthodes	6
4.1 Mise en service & inoculation.....	6
4.2 Phases de tests	6
4.3 Programme et méthodes d'analyses.....	7
5. Fonctionnement technique	9
6. Paramètres	10
6.1 Température	10
6.2 pH.....	11
6.3 Débit d'aération et concentration en oxygène dissout.....	12
6.4 Conductivité.....	13
6.5 Consommation en électricité	13
7. Charge en ammonium.....	15
8. Propriétés physico-chimiques.....	17
9. Composants d'azote en phase liquide	18
9.1 Sources d'erreur	18
9.2 Azote total et ammonium.....	18
9.3 Nitrates et nitrites.....	19
10. Bilan de la DCO	21
11. Bilan de la DBO5.....	22
12. Analyses des effluents gazeux	23
12.1 Ammoniac.....	23
12.2 Oxydes d'azote.....	23
12.3 Protoxyde d'azote.....	23
13. Évaluation	25
13.1 Fonctionnement technique	25
13.2 Transfert d'oxygène par aération	25
13.3 Nitritation vs. nitrification	27
13.4 Taux de transformation de l'azote	27
13.5 Relation aération spécifique et taux de nitrification / dénitrification	31

13.6	Consommation énergétique	33
13.7	Bilan global de l'azote.....	34
13.8	Paramètres opératoires.....	35
13.9	Comparaison avec la recherche expérimentale au laboratoire du LBE	36
14.	Dimensionnement d'une installation de taille réelle.....	37
14.1	Paramètres de dimensionnement	37
14.2	Caractéristiques du digestat à traiter.....	37
14.3	Dimensionnement	37
14.4	Analyse économique	39
14.5	Recommandations pour une installation à l'échelle réelle	40
14.6	Comparaison avec d'autres techniques de traitement d'azote (ammoniacal)	41
15.	Conclusions	43
	Bibliographie	44
Annexe 1.	Schéma de l'installation	45
Annexe 2.	Photos de l'installation pilote.....	46
Annexe 3.	Taux de nitrification, de dénitrification et de transformation de l'azote.....	48
Annexe 4.	Tableau récapitulatif des principaux dysfonctionnements rencontrés.....	49



Résumé

Les émissions d'ammoniac sont une source de pollution des écosystèmes, causant notamment l'acidification et l'eutrophisation des milieux touchés. En Suisse, 90% des émissions atmosphériques d'ammoniac sont dues à l'agriculture, principalement lors du stockage et de l'utilisation des engrais de ferme. La méthanisation de ces engrais de ferme permet de produire de l'énergie renouvelable et de stabiliser les effluents. Toutefois, elle ne résout pas le problème de l'ammoniac ; au contraire, elle libère une quantité supplémentaire d'ammonium en minéralisant une grande partie de l'azote organique.

Une précédente étude portant sur l'élimination par voie biologique de l'ammoniac contenu dans le lisier digéré a été menée au Laboratoire de Biotechnologie Environnementale de l'EPFL. Elle a montré qu'il est possible d'obtenir simultanément une transformation de l'ammonium et une élimination de l'azote dans le même réacteur aérobie aéré en continu, en utilisant un support mobile fixant la biomasse. Les rendements obtenus étaient élevés, avec 90% d'ammonium transformé dont 80% sous forme de diazote.

La présente étude proposait alors de tester ce processus à l'échelle pilote, afin d'évaluer la transférabilité de la technique à l'échelle réelle et de déterminer les paramètres opératoires. Les résultats obtenus sont les suivants :

- ▶ Il est possible d'obtenir de hauts taux de nitrification et de dénitrification sans prétraiter le digestat ni ajouter de source de carbone
- ▶ Les réactions biochimiques sont extrêmement sensibles au taux d'oxygénation, qui de sa part est très sensible aux caractéristiques du liquide dans le réacteur, tel que le taux de matière sèche. Il complique passablement la tenue simultanée de la nitrification et de la dénitrification
- ▶ Un temps de résidence hydraulique minimum de 4 jours permet de transformer plus de 90% de l'ammonium et d'en éliminer 85%

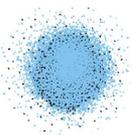
Ces résultats permettent de fournir les bases du dimensionnement d'une installation à l'échelle réelle. Selon les performances désirées, celle-ci aurait un volume allant de 30 à 60 m³ pour un digesteur de 400 m³. Le débit d'aération serait compris entre 300 et 600 Nm³/h alors que les coûts annuels sont estimés entre 36'000 et 50'000 CHF. Ce montant, comprenant l'amortissement de la construction et les frais d'utilisation, correspond à une fourchette de 12 à 20 CHF par m³ d'effluent traité, ce qui est relativement bas en comparaison des systèmes classiques de traitement biologique.

Liste des figures et des tableaux

Figure 3-1 : Schéma de l'installation pilote.....	4
Figure 3-2 : Support mobile FLUOPUR couvert de biofilm	5
Figure 4-1 : Stratégie adoptée lors des phases de tests	7
Figure 4-2 : Tests en tube de type spectrophotométriques.....	8
Figure 4-3 : Pompe et tube réactif pour le dosage de l'ammoniac.....	8
Figure 6-1 : Moyenne journalière de la température	10
Figure 6-2 : Moyenne journalière du pH	11
Figure 6-3 : Moyenne hebdomadaire de la consommation en soude caustique.....	11
Figure 6-4 : Moyenne journalière de l'aération et de l'oxygène dissout	12
Figure 6-5 : Moyenne journalière de la conductivité.....	13
Figure 6-6 : Moyenne hebdomadaire de la consommation électrique	14
Figure 6-7 : Consommation électrique par m ³ traité.....	14
Figure 7-1 : Évolution de la charge en ammonium.....	15
Figure 8-1 : Résultats des analyses physico-chimiques	17
Figure 9-1 : Résultats d'analyse pour l'ammonium et l'azote total.....	19
Figure 9-2 : Résultats d'analyse pour les nitrites et les nitrates	20
Figure 10-1 : Résultats d'analyse de la DCO	21
Figure 11-1 : Résultats d'analyses pour la DCO et la DBO5	22
Figure 13-1 : Transfert d'oxygène d'une bulle d'air au liquide [adapté [Riet 1991]]	25
Figure 13-2 : Évolution du taux de nitrification	28
Figure 13-3 : Évolution du taux de dénitrification	29
Figure 13-4 : Évolution du taux de transformation de l'azote	30
Figure 13-5 : Relation entre aération spécifique et le taux de nitrification	31
Figure 13-6 : Relation entre aération spécifique et le taux de dénitrification	31
Figure 13-7 : Relation entre la concentration d'oxygène et les taux de nitrification et de dénitrification.....	32
Figure 13-8 : Bilan de l'azote en % massiques	34
Figure 14-1 : Effet du stockage de l'effluent sur l'azote.....	38
Tableau 4-1 : Fréquence hebdomadaire des analyses durant les phases de tests	7
Tableau 14-1 : Analyse économique	40
Tableau 14-2 : Comparatif de techniques de traitement d'azote (ammoniacal) [Bakx et. al., 2009].....	42

Abréviations

CVJ.....	Charge volumétrique journalière
DBO ₅	Demande biologique en oxygène mesurée après 5j
DCO.....	Demande chimique en oxygène
LBE.....	Laboratoire de Biotechnologie Environnementale
LSA.....	Level Switch Alarm
MS.....	Taux de matières sèches
MSV.....	Taux de matières sèches volatiles
NaOH.....	Hydroxyde de sodium (usuellement Soude)
NH ₄ ⁺ -N.....	Ammonium
NO.....	Monoxyde d'azote
N ₂ O.....	Protoxyde d'azote
NO ₃ ⁻ -N.....	Nitrate
NO ₂ ⁻ -N.....	Nitrite
N _{tot}	Azote total
O ₂	Dioxygène (usuellement Oxygène)
TRH.....	Temps de résidence hydraulique



Traitement et valorisation
de déchets et
d'effluents organiques

1. Contexte

1.1 Introduction

L'émission de composés azotés dans l'environnement est principalement due aux activités agricoles. Plus de la moitié de l'azote est émise dans l'air sous forme d'ammoniac. En Suisse, 90% des émissions atmosphériques d'ammoniac proviennent de l'agriculture, principalement lors du stockage et de l'utilisation des engrais de ferme. L'ammoniac dans l'air est une source d'acidification et d'eutrophisation. Il contribue également activement à la formation d'aérosols secondaires. Un certain nombre de mesures ont été étudiées afin de diminuer ces émissions, dont la couverture des stockages et l'amélioration des conditions d'épandage. Divers traitements mécaniques (traitement membranaire par exemple) ont également été étudiés.

La méthanisation des déjections animales permet de produire de l'énergie renouvelable sous forme de biogaz. Elle permet également de stabiliser et de désodoriser ces effluents. Toutefois, la méthanisation ne résout pas le problème de l'ammoniac. Au contraire, pendant la méthanisation, une grande partie de l'azote organique est minéralisée en ammonium. Ceci constitue un désavantage relatif aux émissions potentielles d'ammoniac et réduit l'attrait de la méthanisation d'un point de vue environnemental.

Sur mandat de l'Office fédéral de l'énergie et avec le soutien de l'Office fédéral de l'environnement et de la société AXPO, EREP SA et l'EPFL ont réalisé une première recherche expérimentale pour le développement d'un concept combiné de production de biogaz et d'élimination de l'ammoniac appliqué aux effluents agricoles (2007, projet 101290).

Ce projet se proposait de développer un concept intégré de production de biogaz et d'élimination biologique de l'ammoniac, appliqué à du lisier. Bien qu'ayant montré d'excellents résultats confirmant la faisabilité du traitement biologique de l'azote des digestats, il n'a pas permis de déterminer certains paramètres opératoires. Le prolongement de la recherche au moyen d'une installation-pilote en taille semi-réelle est donc destiné à permettre d'évaluer la fiabilité et l'applicabilité de notre concept.

À partir de la recherche pilote, la rentabilité et l'applicabilité du système pourraient être visualisées en détail. La recherche à échelle semi-réelle constitue ainsi une phase préalable à la commercialisation du système.

1.2 État de la recherche

Durant deux années, EREP SA et le Laboratoire de Biotechnologie Environnementale (LBE) de l'EPFL ont mené des recherches afin de déterminer si les nouvelles techniques de traitement de l'azote sont fiables et applicables au lisier digéré.

La première expérience a démontré que la « nitrification partielle », ou nitritation est faisable. Il s'agit d'arrêter la réaction de nitrification au stade de la formation de nitrites. L'efficacité de cette technique a été prouvée sur les effluents venant de l'installation de biogaz agricole de la famille Martin, avec une dégradation d'environ 80% de l'ammonium. De plus, il a été remarqué que, même avec un temps de rétention hydraulique (TRH) très court, la dénitrification avait lieu.

Lors de la deuxième expérience, un biofilm fixé sur support mobile a été utilisé, afin de savoir s'il est possible de réaliser une nitritation aérobie et une dénitrification (probablement anoxique) dans le même réacteur. Les résultats ont été extrêmement positifs, avec un taux de 95% d'ammonium transformé dont 80% en azote gazeux. Le TRH était alors de 50 heures alors que l'effluent testé était dilué après une séparation de phases supplémentaire dans une centrifugeuse et présentait une concentration maximale de 1 g NH_4^+ -N/l.

Or, les effluents provenant du digesteur de la famille Martin peuvent contenir jusqu'à 3.3 g NH_4^+ -N/l. De plus, il n'est pas évident que les bons résultats obtenus en laboratoire soient reproductibles à l'échelle réelle. C'est entre autre pourquoi il a été décidé de construire une installation pilote.

Deux documents donnent les bases de travail pour la réalisation de ce projet pilote. Le premier explique les recherches menées au LBE et présente les résultats obtenus. Il s'agit de [**Fruteau H., Membrez Y., Dovat J., Tacchini C., Villegas J., Holliger C.** : *Développement d'un concept combiné de production de biogaz et d'élimination de l'ammoniac appliqué aux effluents agricoles, 2007*]

Le second décrit le travail réalisé par des étudiants en master de la section Sciences et Ingénierie de l'Environnement de l'EPFL qui, dans le cadre d'un « design project », ont offert les bases pour le dimensionnement de l'installation pilote qui sera testée à Puidoux. La référence de ce document est [**Etter B., Sciacca F., Spuhler D., Holliger C., Gonzáles Gil G.** : *Dimensioning a pilot scale installation for nitrogen removal from manure digester liquor, 2008*]



2. Objectifs

L'objectif principal de ce projet pilote est de déterminer si les expériences menées au LBE sont applicables à l'échelle réelle sur les effluents de digesteurs servant à la production de biogaz, ou sur d'autres effluents à forte concentration en ammonium tels que les effluents de décharges. À cet effet, une installation comportant un biofilm fixé sur support mobile sera testée pour le traitement de l'ammonium. Elle servira à déterminer les paramètres opératoires (aération par exemple) à l'échelle réelle. Cette installation devra être robuste et simple à opérer.

On désire ainsi pouvoir traiter efficacement grâce à cette installation pilote le digestat provenant du digesteur de la famille Martin. Cet effluent présente des concentrations en ammonium allant jusqu'à 3.3 g NH_4^+ -N/l, que l'on envisage de traiter avec le meilleur rendement possible et un TRH minimum.

En résumé, on peut donc se fixer les quatre buts suivants :

1. Détermination des paramètres opératoires à l'échelle semi-réelle
2. Détermination de la performance en relation avec le TRH et la charge en ammonium
3. Détermination des conditions optimales et des limites du système
4. Détermination de la performance des aspects techniques du système (effet du prétraitement, nécessité d'équipements adaptés, détermination du type de pompes, ...)

Ceci devrait permettre de dimensionner une installation à l'échelle réelle, pour laquelle le système est stable et présente des performances convaincantes.

Afin de mesurer la performance de l'installation et le succès de la recherche, plusieurs indicateurs-clés seront déterminés et évalués. Les paramètres suivants sont retenus comme indicateurs-clés :

- Taux de nitrification en fonction du TRH
- Taux de dénitrification en fonction du TRH
- Taux de transformation d'ammonium en azote en fonction du TRH
- Nécessité d'ajouter une source de carbone
- Stabilité du système, évolution de la masse bactérienne
- Consommation d'air
- Consommation d'énergie totale
- Influence de la température sur la performance du système
- Émissions gazeuses (notamment N_2O)
- Influence de la salinité sur la performance du système
- Influence du pH sur la performance du système
- Besoin correction du pH

3. Description de l'installation

L'installation testée est présentée schématiquement à l'annexe 1 et illustrée à l'annexe 2.

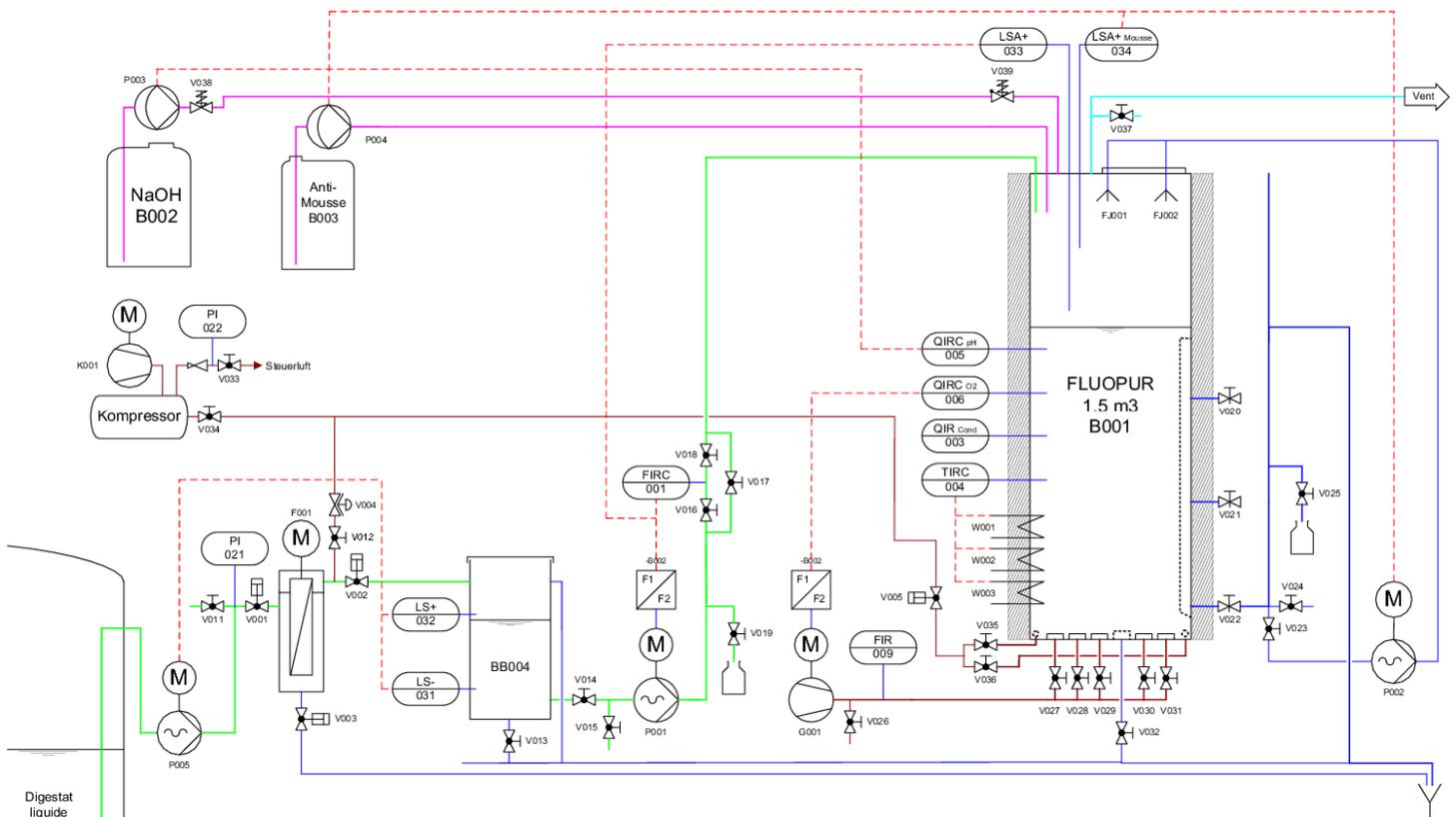


Figure 3-1 : Schéma de l'installation pilote

Elle fonctionne de la manière suivante :

- ▶ Le digestat est introduit par le haut du réacteur, grâce à la pompe P001
- ▶ Pour un intrant non-dilué, l'introduction se fait par la vanne V014. L'intrant peut alors passer par l'unité de filtration F001 et est stocké dans la cuve B004. Celle-ci possède des LSA (Level Switch Alarm), afin de contrôler le niveau dans la cuve.
- ▶ Pour un intrant dilué, la vanne V015 est utilisée et aucun prétraitement n'est réalisé
- ▶ Le flux entrant est mesuré par le débitmètre FIR001
- ▶ L'effluent sort automatiquement par la vanne V022 lorsque le niveau dans la cuve dépasse la limite fixée
- ▶ La pompe P002 permet de faire circuler le liquide par les aspersion FJ001 et FJ002, notamment pour combattre la formation de mousse
- ▶ L'aération est assurée par l'unité G001 et les vannes V027-V031. L'air est introduit par le bas du réacteur, ce qui permet un brassage du liquide
- ▶ Le correcteur de pH, stocké dans la cuve B002, est introduit par le dessus du réacteur grâce à la pompe P003
- ▶ Le produit anti-mousse, stocké dans la cuve B003, est introduit par le dessus du réacteur grâce à la pompe P004



- ▶ La prise d'échantillon d'intrant, d'effluent liquide et d'effluent gazeux se fait respectivement par les vannes V019, V025 et V037

De plus, l'installation pilote possède les caractéristiques suivantes :

Réacteur

- ▶ Volume de réaction : 1.5 m³
- ▶ Matériaux : acier
- ▶ Remarque : possède un élément supérieur en plastique offrant un volume vide d'une hauteur d'un mètre pour stocker la mousse

Support mobile

- ▶ Type : FLUOPUR
- ▶ Matériaux : polyéthylène & polypropylène
- ▶ Surface spécifique : 300 m²/m³



Figure 3-2 : Support mobile FLUOPUR couvert de biofilm

Pompes et compresseurs

- ▶ P001 (introduction de l'intrant à traiter) : flux maximal de 180 l/h
- ▶ G001 (aération du système) : flux maximal de 40 Nm³/h

Équipements de mesure et d'autocontrôle

- ▶ Mesure de la conductivité : indicateur et enregistreur (QIR 003)
- ▶ Mesure de la température : indicateur, enregistreur et auto-contrôle (TIRC 004)
- ▶ Mesure du pH : indicateur, enregistreur et auto-contrôle (QIRC 005)
- ▶ Mesure de l'O₂ dissout : indicateur, enregistreur et auto-contrôle (QIRC 006)
- ▶ Mesure du débit du flux entrant : indicateur, enregistreur et auto-contrôle (FIRC 001)

Équipements de sécurité

- ▶ LSA+033 pour contrôler le volume de réaction (contrôle de la pompe P001)
- ▶ LSA+034 pour contrôler le niveau de la mousse (activation du système anti-mousse : déversement de produit anti-mousse et activation du système d'aspersion)
- ▶ LS-031 et LS+032 pour contrôler le niveau dans la cuve B004 (contrôle de la pompe P005)

4. Programme et méthodes

4.1 Mise en service & inoculation

Le pilote a été livré par la société WABAG fin septembre 2009. L'ensemencement a été réalisé en déversant dans le réacteur des boues extraites d'une installation basée sur des SBRs (= Sequencing Batch Reactor ; traitement biologique et séparation des boues alternés dans un seul réacteur) pour le traitement des eaux putrides de la station d'épuration ARA de Berne. Plus précisément, 1000 litres d'inoculum ont été introduits le lundi 5 octobre (jour 0).

Afin d'adapter la biomasse et de permettre la croissance bactérienne, le digestat a tout d'abord été introduit avec un temps de résidence hydraulique de 10 jours et un facteur de dilution de 10. Ces conditions douces, alliées à une aération importante, ont favorisé la croissance des bactéries, très sensibles, responsables de la nitrification.

4.2 Phases de tests

La recherche, menée du 5 octobre 2009 (jour 0) au 28 juillet 2010 (jour 289), a été composée de deux phases. La première, nommée phase de tests « à court terme », avait pour but de déterminer les performances du système en fonction de la charge d'ammonium introduite. Pour ce faire, la charge volumétrique journalière en ammonium (ou CVJ) a été augmentée progressivement. Rappelons que cette dernière est donnée par la relation suivante :

$$CVJ_{NH_4^+} = \tau_{IN, NH_4^+} / TRH$$

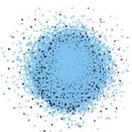
Où : $CVJ_{NH_4^+}$ est la charge volumique journalière en ammonium, en [mg/l*]

τ_{IN, NH_4^+} est la concentration massique en ammonium dans l'intrant en [mg/l]

TRH est le temps de résidence hydraulique exprimé en jours [j]

Dans un premier temps, l'augmentation de la charge était réalisée grâce à une diminution du facteur de dilution (jours 20 à 48). Le digestat introduit dès le jour 49 est non-dilué et l'augmentation de la charge spécifique s'est faite par une réduction par paliers du TRH.

On constate sur le graphique ci-après que le TRH a été diminué de 10 à 2 jours par paliers successifs. En raison de désagréments techniques, l'avancement a du être suspendu durant quelques temps. Afin de réadapter les bactéries après une interruption de l'introduction du digestat, la remise en service de l'installation depuis jour 120 a été effectuée avec un TRH de 8 jours.



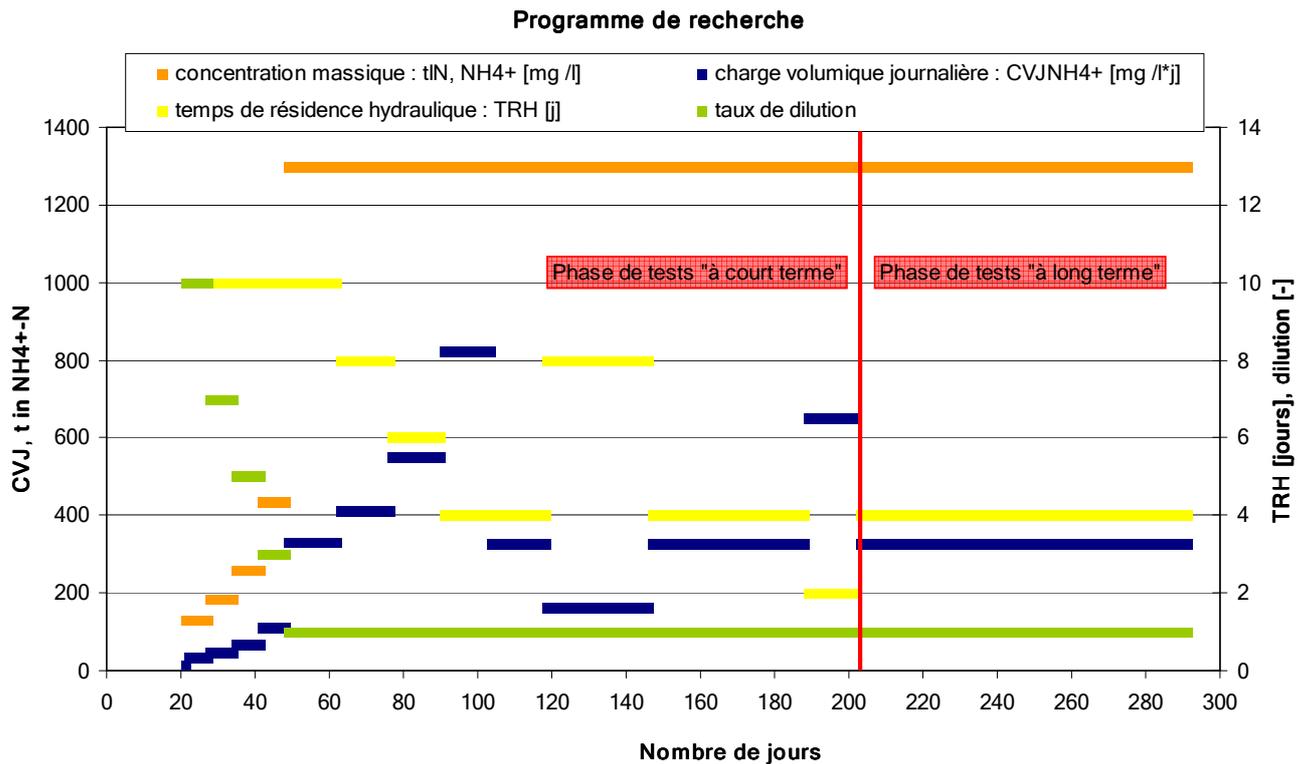


Figure 4-1 : Stratégie adoptée lors des phases de tests

La deuxième phase de tests, ou phase de tests « à long terme » consistait à conserver une charge en ammonium constante, avec un TRH de 4 jours. Durant cette phase, l'effet du débit d'aération et la stabilité du système ont été évalués. De plus, des analyses complémentaires portant sur la DBO₅, les effluents gazeux et le phosphore ont été menées.

4.3 Programme et méthodes d'analyses

Le tableau suivant résume la fréquence des diverses analyses pour chaque phase de tests.

Tableau 4-1 : Fréquence hebdomadaire des analyses durant les phases de tests

Fréquence d'analyse (par semaine)		DCO + N liquide	MS, MSV	DBO ₅	phosphates	N gazeux
Mise en marche	Intrant	2-3	1			
	Effluent	2-3	1			
Tests court terme	Intrant	2-3	1			
	Effluent	2-3	1			
Tests long terme	Intrant	1-2	1	1	< 1	
	Effluent	1-2	1	1	< 1	ponctuellement

Les concentrations en azote total, ammonium, nitrates, nitrites et DCO dans la phase liquide de l'intrant et de l'effluent ont été suivies de près durant les phases de recherche. Grâce à un laboratoire d'appoint aménagé sur le site, ces teneurs ont été évaluées 2 à 3 fois par semaine durant les tests « à court terme » et 1 à 2 fois durant les tests « à long terme ».

Le matériel utilisé, des kits de tests en tube de marque Merck, est illustré par la figure 4-2. Il se base sur les méthodes spectrophotométriques pour déterminer la concentration de la substance concernée.



Figure 4-2 : Tests en tube de type spectrophotométriques

Les échantillons à analyser ont été centrifugés à 14'000 g durant 20 minutes par une micro-centrifugeuse Galaxy 14D. Puis ils sont fortement dilués (100-500 fois) et manipulés selon les instructions figurant sur les kits d'analyse. Le spectrophotomètre utilisé a été un WTW PhotoLab S6.

Notons que pour l'ammonium, il n'était pas possible de déterminer, dans notre cas, des concentrations inférieures à 60 mg/l d'azote ammoniacal. Par ailleurs, seules les fractions dissoutes étaient mesurées, le reste étant éliminé par la centrifugation. Pour établir des bilans de masse représentatifs, des analyses complémentaires auraient du être menées, ce qui n'a pas été le cas ici. Cette remarque s'applique particulièrement à la DCO et à l'azote total, pour lesquels une fraction était soustraite de la phase analysée.

Une fois par semaine et durant toute la recherche, des analyses ont été menées au LBE de l'EPFL, afin de déterminer les fractions de matières sèches (MS) et de matières sèches volatiles (MSV). Plus précisément, des échantillons étaient mis à l'étuve à 105 °C durant une nuit, puis calcinés à 550 °C durant 2 heures dans un four. Les fractions en MS et MSV étaient déterminées par méthodes gravimétriques.

Durant la phase de tests « à long terme », des mesures de la DBO₅ étaient réalisées au LBE chaque semaine. Des échantillons de l'intrant et de l'effluent étaient placés dans l'obscurité à 20 °C durant 5 jours et des têtes OxiTop® mesuraient la demande biologique en oxygène.

Occasionnellement durant les tests « à long terme », les concentrations en phosphore total et orthophosphates étaient mesurées sur place. Le matériel et la méthode étaient identiques à ceux employés pour le dosage de l'azote total, ammonium, nitrates, nitrites et DCO.

Des analyses des effluents gazeux ont été menées ponctuellement à la fin des tests « à long terme ». Pour le dosage de l'ammoniac et des oxydes d'azote en phase gazeuse, une pompe Dräger Accuro et des tubes réactifs correspondant ont permis d'effectuer les mesures sur le site à Puidoux (voir la figure 4-3, ci-après).

Concernant les concentrations en protoxyde d'azote, des échantillons ont été prélevés, stockés au frais et dans l'obscurité durant deux jours puis analysés par chromatographie en phase gazeuse au Laboratoire Environnemental Central de l'EPFL (CEL).



Figure 4-3 : Pompe et tube réactif pour le dosage de l'ammoniac

5. Fonctionnement technique

Les opérations effectuées ont été notées quotidiennement dans un journal. Le tableau à l'annexe 4 liste les différentes difficultés rencontrées et la section ci-dessous en extrait les informations principales.

Tout au long de l'expérimentation, des dysfonctionnements techniques sont apparus qui ont influencés le fonctionnement de la biologie. La plupart ont conduit à une interruption de l'alimentation du réacteur et parfois à une perte de liquide réactionnel, ce qui a perturbé les conditions expérimentales.

Le digestat traité présente une fraction de matières sèches supérieure à 5%, dont une partie de matière sèche minérale de type sablonneuse. Ces matières solides ont tendance à sédimenter dans les canalisations et boucher les passages présentant un faible diamètre (asperseurs et débitmètre en particuliers). C'est pourquoi l'intrant ne passe plus par le débitmètre depuis le jour 143, grâce à une déviation offrant un diamètre supérieur. En outre, ces contraintes et le fait qu'il n'y a jamais eu de formation importante de mousse ont amené à ne plus utiliser le système de recirculation et la pompe P002 depuis le jour 204.

De plus, la fraction sèche minérale attaque certains équipements, typiquement le stator en plastique des pompes à vis excentrique. Ces dernières, inadaptées au matériel traité, ont été remplacées par des pompes péristaltiques (jour 121 pour P005 et 143 pour P005). Parallèlement, un système de « backwash », consistant à faire circuler ponctuellement le liquide en sens inverse dans les canalisations, a été installé pour éviter le bouchage des conduites.

Le froid intense régnant à Puidoux durant les mois d'hiver avait pour effet de rendre le liquide moins fluide, voire de le geler complètement. Une meilleure isolation des éléments extérieurs, un chauffage accru du container contenant l'installation ainsi que l'utilisation de guirlandes chauffantes ont été nécessaires pour pouvoir acheminer le digestat dans la tuyauterie.

L'unité de prétraitement par filtration installée à Puidoux était inadaptée au digestat liquide à traiter, ce qui a provoqué plusieurs problèmes de blocage du filtre. Ainsi il a été décidé de ne plus l'utiliser pour l'expérimentation. Rappelons que le flux traité n'est que la partie liquide du digestat, séparée de la phase solide par une presse à vis.

Les détecteurs de niveau, ou LSA (Level Switch Alarm), étaient fréquemment couverts d'une pellicule de saleté provenant du liquide réactionnel et la forte conductivité de ce dernier les déclenchait alors que le niveau n'était pas trop haut. Un lavage régulier de ces détecteurs était alors nécessaire et le détecteur de niveau du liquide réactionnel a été remplacé par un détecteur mesurant la pression due à la hauteur de la colonne de liquide. Ce système, bien mieux adapté pour les niveaux de liquide, ne peut toutefois pas mesurer le niveau de mousse présent dans le réacteur.

Il est apparu dès le jour 143 qu'une partie du support mobile utilisé passait à travers le filtre installé et bloquait toutes les canalisations en aval du réacteur (tuyau de sortie et système de recirculation utilisant la pompe P002). Le réacteur a alors dû être entièrement vidé à deux reprises (jours 177 et 185) pour colmater les brèches dans le filtre de retenue du support mobile.

Par ailleurs, plusieurs coupures d'électricité ont eu lieu, que ce soit pour l'ensemble de l'installation ou pour la seule pompe P001. La raison de ce phénomène n'a pas été clairement identifiée.

Certains appareils de mesure n'étaient pas adaptés au liquide réactionnel. Particulièrement, deux sondes de mesure de la concentration en oxygène dissout (une analogique, l'autre optique) ont été testées et aucune ne fournissait de données fiables. Pour cette raison, le réglage de l'aération a été réalisé de manière manuelle dès le jour 121. De même, les diverses difficultés rencontrées avec les pH-mètres n'ont plus permis une mesure continue du pH à partir du jour 207. Un relevé ponctuel de ce paramètre a dès lors été réalisé manuellement une fois par semaine.

6. Paramètres

Les principaux paramètres opérationnels ont été mesurés en permanence et enregistrés automatiquement une fois par minute. Il s'agit de la température, du pH, de la concentration en oxygène dissout, de la conductivité et du débit d'air utilisé pour l'aération. Les graphiques présentés ci-dessous fournissent les moyennes journalières de ces différents paramètres.

6.1 Température

Dans un premier temps, il était difficile de conserver une température constante, ce qui était dû à un mauvais réglage de la commande du régulateur thermique. Après une adaptation de cette commande, la température est restée stable (fixée à **30 °C**). Les mesures déviant de cette valeur correspondent aux du fonctionnement de l'installation.

Par ailleurs, sur la fin de la période d'expérimentation, la température ambiante était parfois supérieure à 30 °C lors des mois d'été. Le réacteur ne disposait pas de système de refroidissement, ce qui explique les légères fluctuations rencontrées.

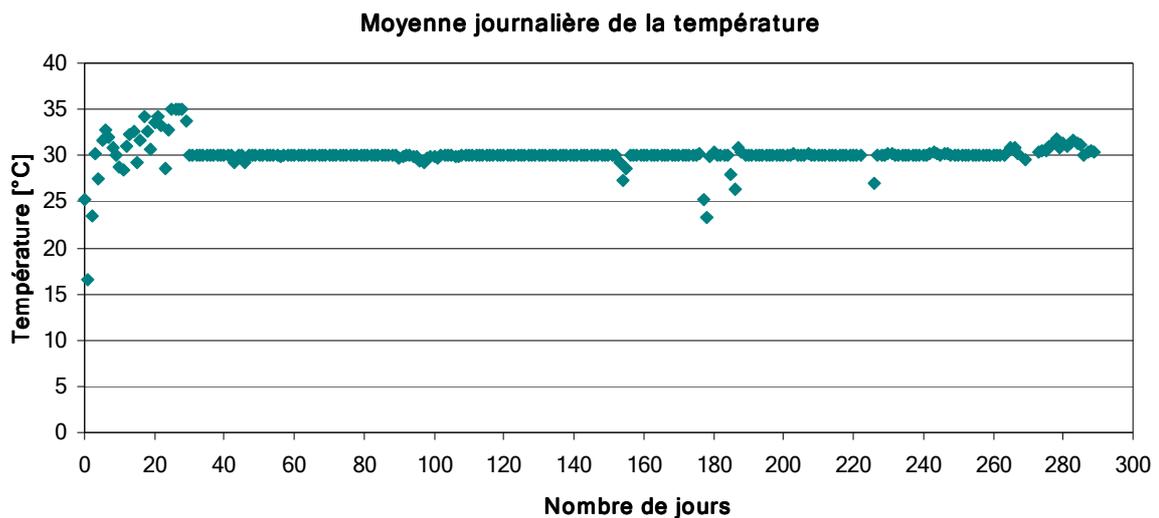
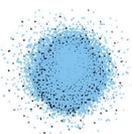


Figure 6-1 : Moyenne journalière de la température



6.2 pH

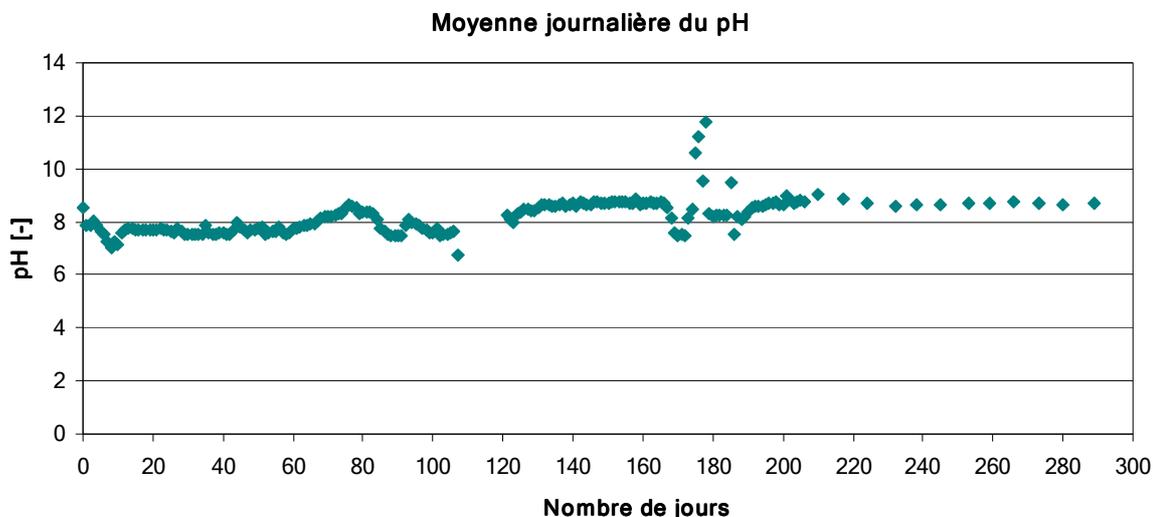


Figure 6-2 : Moyenne journalière du pH

Afin de contrebalancer la production d'acide relative aux réactions biochimiques ayant lieu dans le réacteur, un correcteur de pH a été installé. Pour augmenter le pH, une solution de soude caustique (NaOH à 30%) a été dosée. Ainsi, le pH, que l'on désirait conserver à 7.5, a été relativement stable dans un premier temps. Par la suite, il a légèrement augmenté et s'est stabilisé autour de 8.5. Cette augmentation du pH semble avoir été provoquée par un nouvel équilibre entre le taux de nitrification et le taux de dénitrification. Notons que les valeurs déviant fortement de cette fourchette (autour de jour 170) sont dues à un pH-mètre défectueux et que la mesure du pH était réalisée de manière manuelle depuis le jour 207.

La consommation en correcteur de pH a été évaluée grâce à un relevé hebdomadaire du niveau présent dans la cuve de stockage de la solution de soude caustique. Notons que l'on ne disposait pas du correcteur de pH lors des deux premières semaines de la mise en service de l'installation. La figure 6-3 présente la consommation hebdomadaire moyenne de NaOH par gramme d'azote ammoniacal traité.

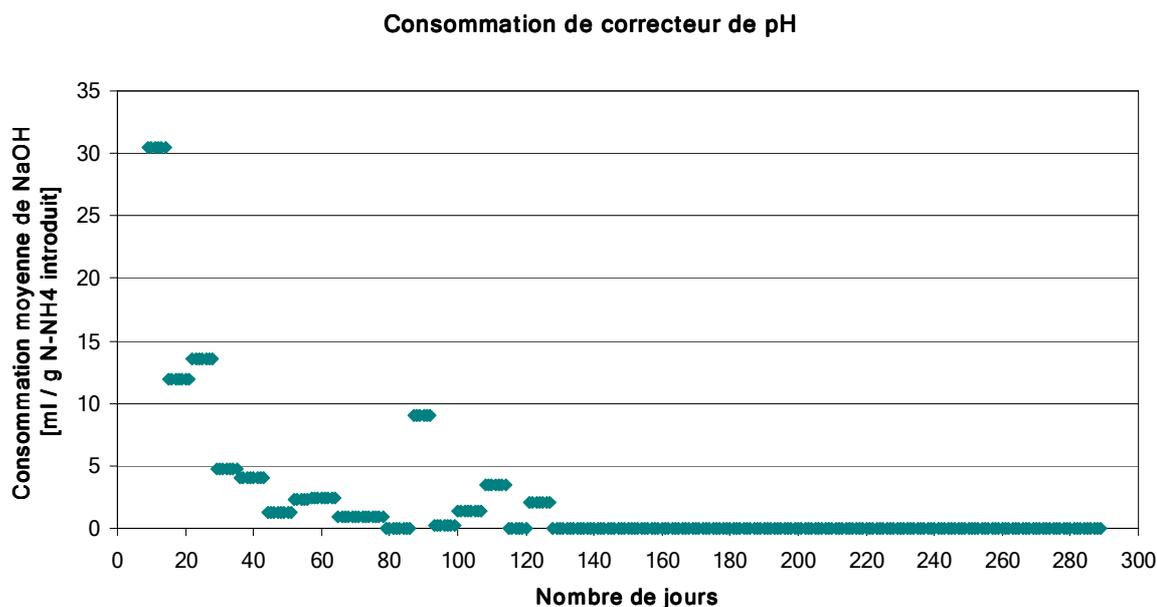


Figure 6-3 : Moyenne hebdomadaire de la consommation en soude caustique

On constate qu'après la mise en marche du correcteur de pH, la consommation moyenne était relativement stable et inférieure à 5 ml de soude caustique par gramme d'azote ammoniacal. Toutefois, un pic anormalement élevé est apparu durant une semaine autour jour 180. Ce phénomène est simplement dû à un dérèglement de la sonde de pH utilisée.

Après le jour 128, la consommation en correcteur de pH était nulle, ce qui coïncidait avec une baisse du taux moyen de nitrification et une augmentation de la dénitrification. Le pH s'est alors stabilisé au-dessus de 7.5, sans utiliser de solution basique.

6.3 Débit d'aération et concentration en oxygène dissout

La figure suivante présente le débit d'aération et la concentration en oxygène dissout.

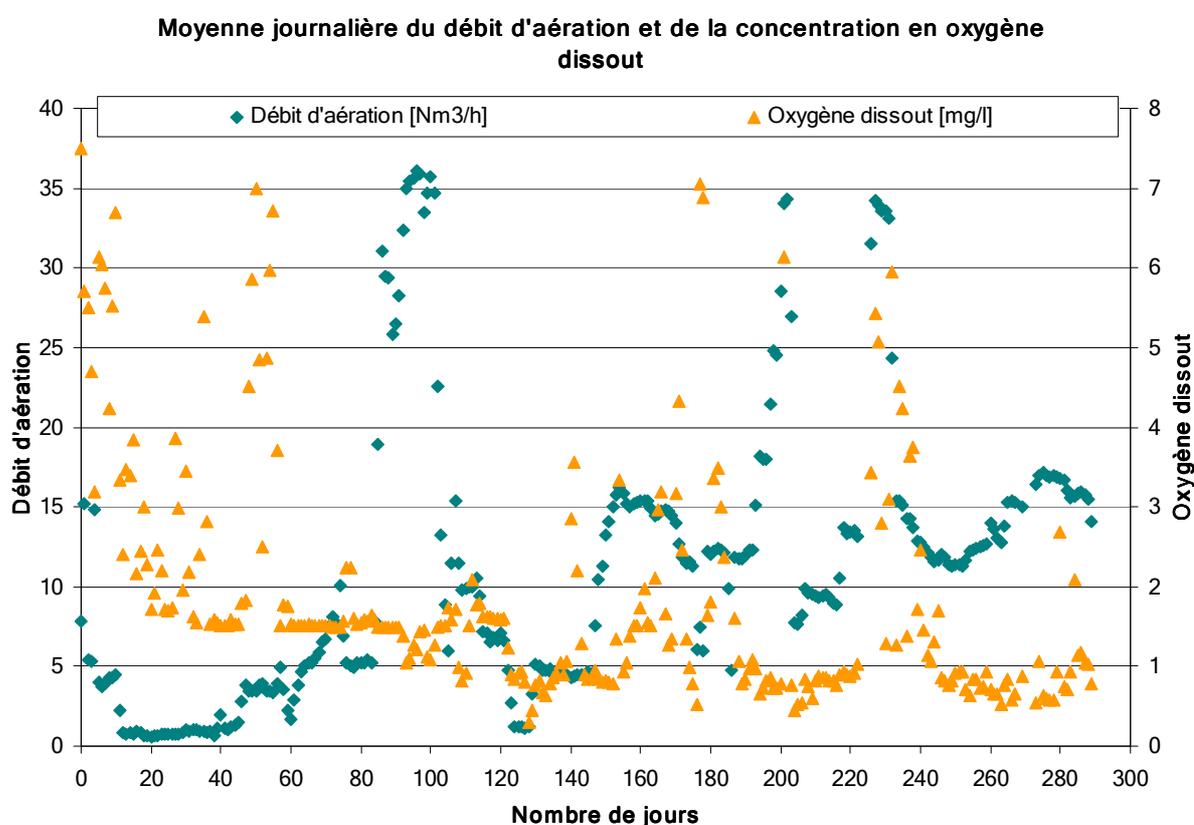


Figure 6-4 : Moyenne journalière de l'aération et de l'oxygène dissout

La concentration en oxygène dissout, que l'on désirait fixer à **1.5 mg/l**, était largement supérieure lors des premiers jours. Ceci était dû au compresseur utilisé pour l'aération, bien trop puissant pour la faible charge initiale.

En raison de craintes sur la fiabilité de la mesure de l'oxygène, le débit d'aération a été contrôlé manuellement dès le jour 121 ce qui a permis de confirmer que la mesure de la concentration en oxygène dissout n'était pas fiable. On constate par exemple qu'une division par 8 du débit d'aération (jours 102 à 123) n'a pas modifié significativement la concentration en oxygène dissout, ce qui confirme que cette dernière mesure n'est pas utilisable.

Le débit d'aération a été fortement varié, afin de déterminer la relation entre aération, taux de nitrification et taux de dénitrification. Durant la phase de tests « à court terme », le but était d'obtenir un taux d'élimination de l'azote optimal pour chaque TRH testé. Lors des tests « à long terme », l'expérience était de constater l'influence du débit d'aération sur les processus biochimiques.

6.4 Conductivité

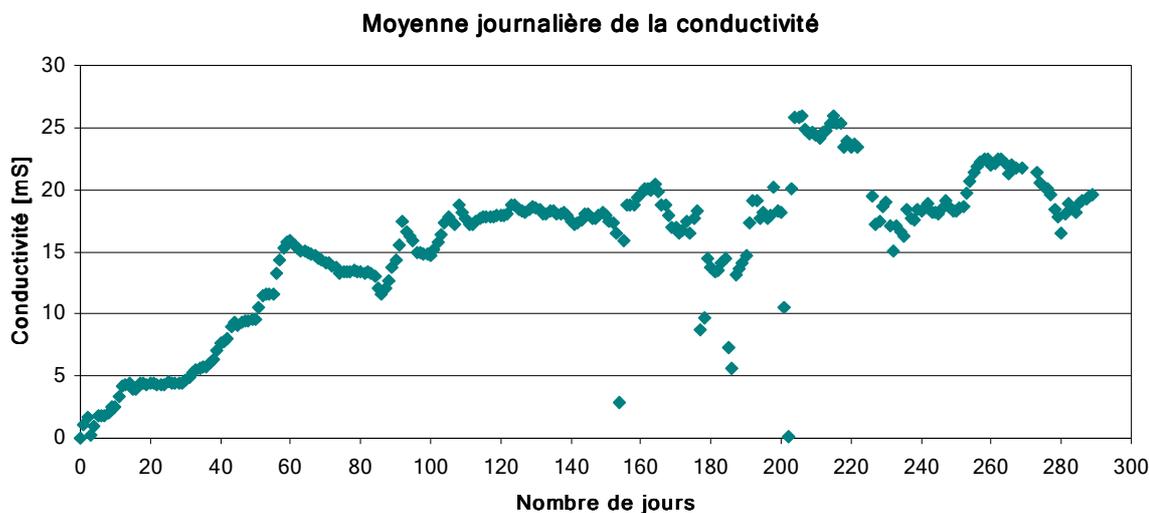


Figure 6-5 : Moyenne journalière de la conductivité

Dans un premier temps, la conductivité, qui indique la concentration en sels dissouts, augmentait de paire avec la diminution du facteur de dilution. Par la suite, elle a subi d'importantes fluctuations. Notons que le digestat introduit à partir du jour 49 est non-dilué mais que l'effet de la dilution s'est fait ressentir jusqu'au jour 85 (le volume du réacteur devant être introduit trois fois pour avoir des résultats représentatifs).

Les valeurs divergentes rencontrées entre les jours 170 et 220 correspondent à une période durant laquelle le réacteur a été vidé à deux reprises et d'autres dysfonctionnements majeurs sont apparus. Le processus devait alors constamment retrouver un équilibre, ce qui explique l'instabilité de la conductivité.

6.5 Consommation en électricité

La détermination de la consommation en électricité s'est faite grâce à un compteur installé directement dans le tableau électrique de la famille Martin. Un relevé a été effectué une fois par semaine, afin d'avoir un suivi en continu de la consommation électrique.

La figure 6-6 présente les moyennes hebdomadaires de la consommation électrique consommée ainsi que la quantité d'ammonium introduite quotidiennement. On constate que, dans un premier temps, la consommation électrique augmentait de paire avec l'augmentation du chauffage des divers équipements et du débit d'aération lors de la période d'hiver.

Consommation électrique

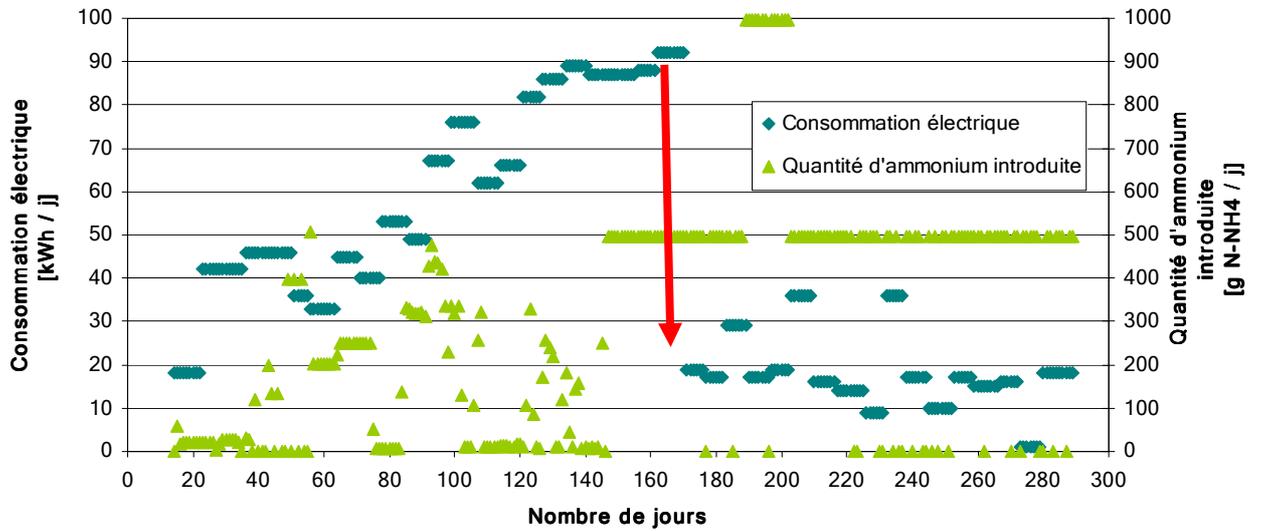


Figure 6-6 : Moyenne hebdomadaire de la consommation électrique

Dès le jour 171, les conditions météorologiques bien plus clémentes ont permis de réduire drastiquement le chauffage du conteneur, du réacteur et de la tuyauterie extérieure. Alors que la charge d'ammonium et l'aération étaient comparables, la puissance moyenne consommée est alors passée de plus de 80 kWh/j à moins de 20 kWh/j ! En fait, l'importante consommation électrique était principalement due au chauffage électrique du conteneur. La différence observée en consommation énergétique de 60 kWh/j correspond à une puissance de 2'500 W, qui est celle du chauffage électrique du conteneur. On peut dès lors affirmer que la consommation énergétique de l'installation testée dépendait intimement des conditions climatiques.

La consommation par m³ traité est montrée à la figure 6-7 suivante.

Consommation électrique

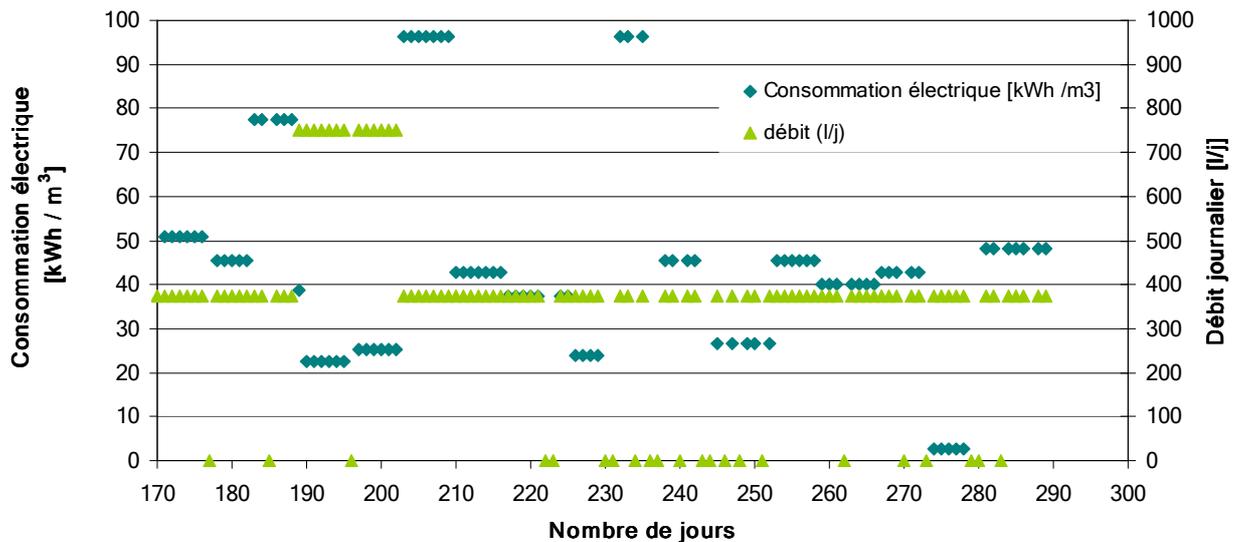


Figure 6-7 : Consommation électrique par m³ traité



7. Charge en ammonium

La figure 7-1 présente le débit d'alimentation du réacteur, le facteur de dilution du digestat ainsi que la charge en ammonium introduite quotidiennement dans le réacteur.

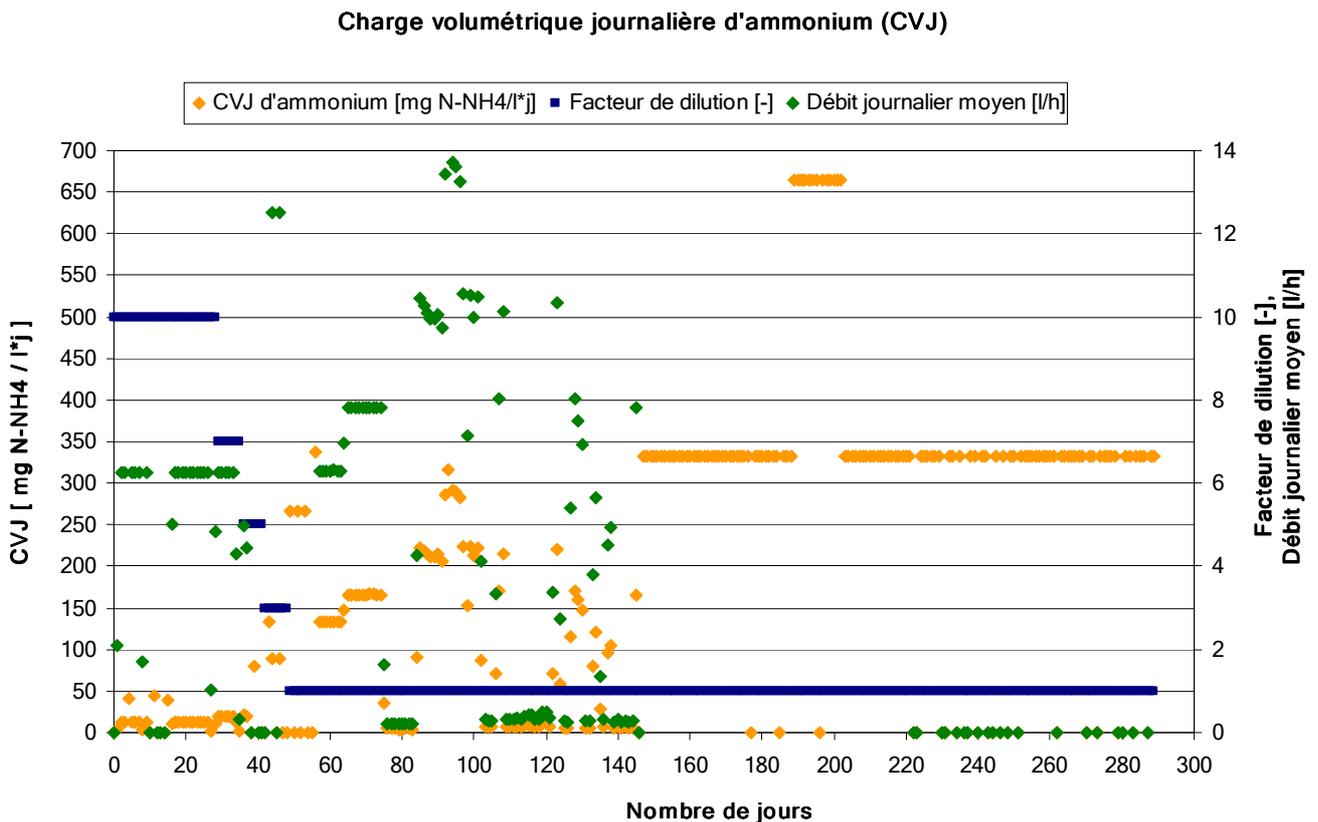


Figure 7-1 : Évolution de la charge en ammonium

Jusqu'au jour 48, l'intrant était dilué et la diminution du facteur de dilution augmentait la charge en ammonium. Entre les jours 49 et 202, le but était d'augmenter la CVJ en diminuant par paliers le TRH. Puis, dès le jour 203, la phase de tests « à long terme » proposait de conserver une charge journalière constante, avec un **TRH de 4 jours**. La charge volumétrique d'ammonium y correspondant est de 330 mg NH₄-N / l.j.

On constate que le débit d'entrée, que l'on désirait stable durant les périodes à TRH constant, a subi moult variations (voir le chapitre 5 pour des informations concernant l'opération technique). En effet, les pompes utilisées pour alimenter le réacteur dans un premier temps sont tombées en panne à maintes reprises. Durant ces intervalles, l'introduction du digestat a été réalisée manuellement par « à-coups », afin de s'assurer que la charge hebdomadaire prévue soit effectivement ajoutée. Par contre, lorsque ces pompes fonctionnaient, le flux était précisément mesuré, ce qui a été confirmé par des mesures manuelles du débit sortant.

Dès le jour 147, l'intrant ne passait plus continuellement par le débitmètre. Il a été contrôlé ponctuellement plusieurs fois par semaine et s'est révélé très stable. Toutefois, quelques brèves interruptions de l'alimentation ont été causées par des dysfonctionnements techniques. La durée de ces dernières n'étant pas connue avec précision, elles ont été estimées.

Notons que la concentration en azote ammoniacal du digestat était bien plus faible qu'escomptée. En effet, [Fruteau H et. al. 2007] l'estimait à près de 3,3 g/l alors que, dans notre cas, sa moyenne se situait aux alentours de 1,3 g/l. La raison de cette importante différence n'a pas été identifiée ; toutefois, la bonne reproductibilité des résultats (voir figure 9-1 à la page 19) sont la preuve que les résultats des analyses effectuées sont fiables.

8. Propriétés physico-chimiques

La figure 8-1 présente les résultats des analyses de la fraction de matières sèches (MS) et de matières sèches volatiles (MSV).

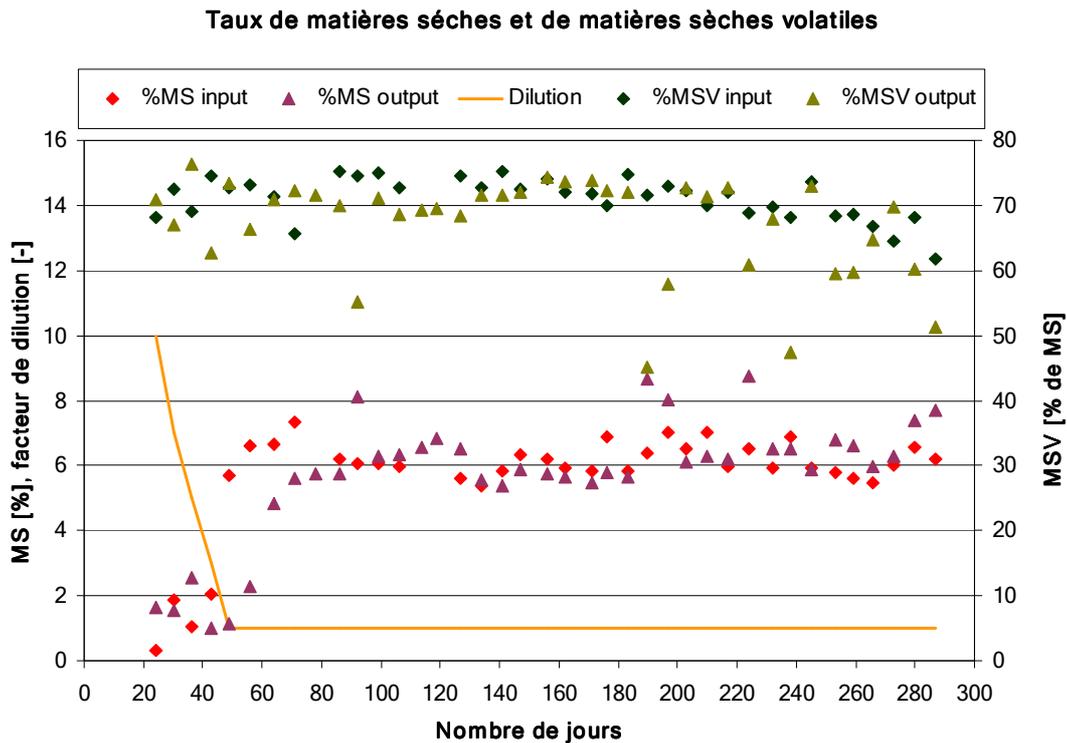


Figure 8-1 : Résultats des analyses physico-chimiques

Le taux de matières sèches représente le ratio entre la masse de matière sèche et celle de la matière hydratée.

Depuis que l'on utilise le digestat non-dilué à partir de jour 50 et que les effets de la dilution se sont estompés (jour 85), les taux de matières sèches dans l'intrant et l'effluent sont plus constants (~ 5-7%). De plus, leurs valeurs proches semblent indiquer qu'il n'y a ni forte accumulation ni fort lessivage de matières sèches dans le réacteur. Notons que les valeurs anormalement élevées de la MS sortante rencontrées tout au long de l'expérience peuvent probablement être expliquées par un phénomène de sédimentation dans le tube où l'échantillon est prélevé.

La concentration de MSV renseigne sur la fraction organique présente dans les matières sèches (en % de MS). Les valeurs de l'intrant et de l'effluent sont relativement comparables, oscillant généralement entre 60 et 80 % de MSV.

Les valeurs spécialement basses concernant les MSV coïncident avec des valeurs particulièrement hautes pour les MS. Il semble alors se confirmer que, pour ces événements, une fraction de matière sèche minérale (de type sablonneuse) s'est déposée aux abords des vannes servant au prélèvement des échantillons. Ce phénomène semble s'accroître vers la fin de la période d'expérimentation.

Une rapide estimation nous enseigne qu'entre 1 et 3 % de la masse sèche du digestat se trouve sous forme de matière solide minérale.

9. Composants d'azote en phase liquide

9.1 Sources d'erreur

Les analyses effectuées nous donnent des informations sur le développement des réactions de nitrification et de dénitrification ayant lieu dans le réacteur. Toutefois, les résultats absolus varient fortement et ne sont que partiellement révélateurs des réactions biochimiques. Les raisons principales sont les suivantes :

- ▶ Les changements rapides de conditions (dilution de l'intrant, TRH et aération) induisent un biais dans les résultats obtenus, surtout pour des TRH longs. En effet, on considère que pour un réacteur de type CSTR, il faut déplacer le volume trois fois pour obtenir des résultats significatifs. Ainsi, avec un TRH de 10 jours, il faudrait attendre 30 jours sans changer les paramètres. Étant donné que l'on modifiait les conditions expérimentales très fréquemment et rapidement, les caractéristiques du flux sortant correspondaient en partie aux intrants plus dilués ou à des débits d'aérations différents utilisés précédemment.
- ▶ Le stockeur de digestat de la famille Martin, d'où l'intrant est prélevé, n'est pas brassé en continu, ce qui crée des différences considérables au niveau des propriétés du digestat utilisé. En effet, ce dernier contient un taux important de matières sèches qui se présentent sous diverses formes (fines, fibreuses, ...), ayant tendance à se séparer lorsque le brassage n'est pas continu.
- ▶ La cuve IBC utilisée pour stocker le digestat dilué ne disposait pas de système de brassage. Les particules solides avaient alors tendance à sédimenter et une forte hétérogénéité apparaissait dans la cuve. De plus, la dilution manuelle du digestat n'était pas très précise et pouvait induire des variations.

9.2 Azote total et ammonium

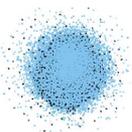
On constate sur la figure 9-1 que la concentration en ammonium dans l'intrant est relativement stable depuis que le digestat n'est plus dilué. Toutefois, comme expliqué au chapitre 7, elle est bien inférieure à ce que l'on attendait et se situe aux alentours de 1300 mg/l d'azote ammoniacal.

Le flux sortant du réacteur présente des teneurs en ammonium variant fortement. Ce phénomène est dû aux changements des conditions expérimentales, en particuliers le taux de dilution de l'intrant, le TRH et le débit d'aération. Toutefois, il paraît clair que l'ammonium était dégradé avec un taux très élevé en de multiples occasions, parce que la concentration à la sortie était en dessous la limite de détection.

Rappelons que, dans notre cas, il n'était pas possible de déterminer des concentrations inférieures à 60 mg/l d'azote ammoniacal. Lorsque la mesure était inférieure à cette limite, la valeur de 60 mg/l était utilisée, pour dénoter un maximum et non une valeur absolue.

La concentration en azote total dans l'intrant est comprise entre 2 et 3 g/l quand on utilise le digestat sans dilution. Cette variable prend en compte autant l'ammonium, les nitrates et nitrites que tous les composés organiques possédant des atomes d'azote.

On constate que la teneur en azote total de l'effluent n'était pas stable. Il suivait les taux de nitrification et de dénitrification.



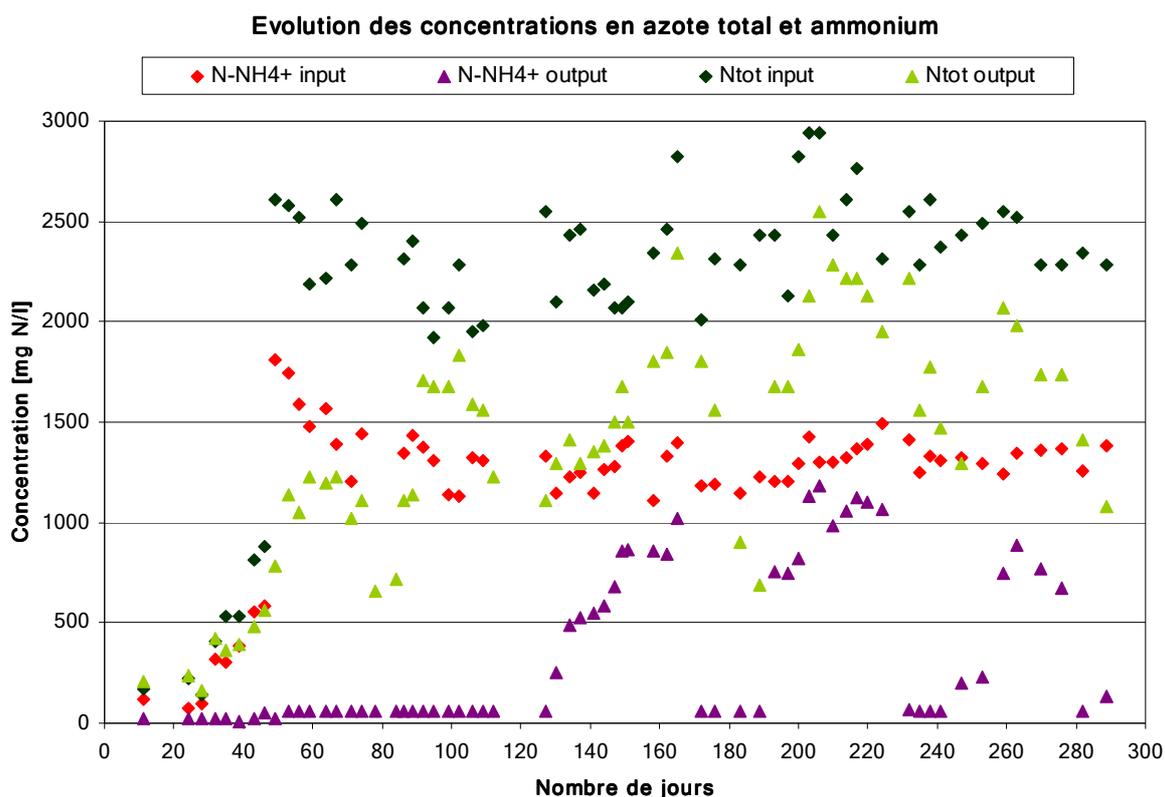


Figure 9-1 : Résultats d'analyse pour l'ammonium et l'azote total

9.3 Nitrates et nitrites

La figure 9-2 présente les résultats des analyses pour les ions nitrites et nitrates. Il démontre que la concentration en nitrites de l'intrant était toujours très faible, avec un maximum à 32 mg/l d'azote nitreux. Sa teneur en nitrates était également modérée, avec une moyenne d'environ 80 mg/l d'azote nitrique.

Dès le jour 59, la production de nitrites augmentait et semblait prendre le pas sur la production de nitrates. Ceci indiquait que l'on avait une nitrification partielle (ou nitritation) au lieu d'une nitrification complète et que la dénitrification progressait. Entre les jours 80 et 120, on constate une forte accumulation de nitrites, puis de nitrates. Ce phénomène est probablement dû à un excès d'aération, qui n'offrait pas de zones anoxiques aux bactéries dénitrifiantes, ou par un manque de DBO pour dénitrifier. Le système n'était pas beaucoup alimenté lors de cette période.

Dès lors, les teneurs en ions nitreux et nitriques ont fluctué en fonction des conditions expérimentales et des reprises d'alimentation après les périodes d'arrêt.

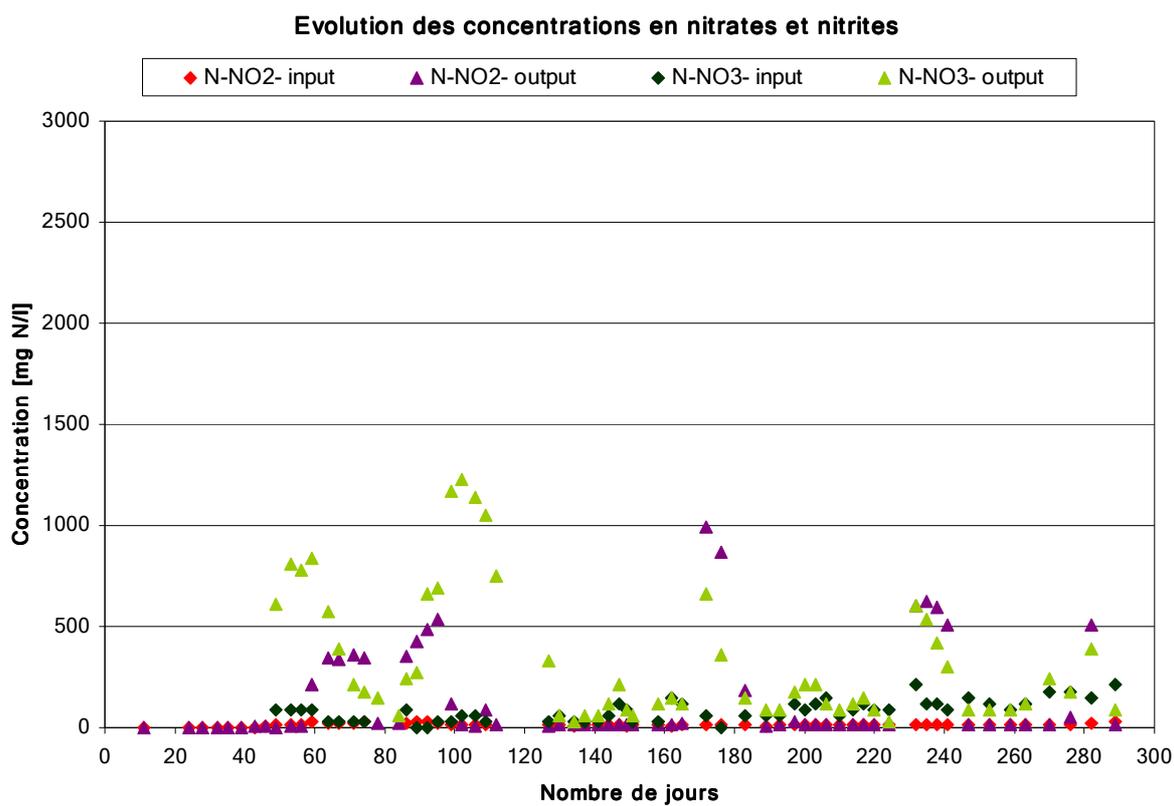


Figure 9-2 : Résultats d'analyse pour les nitrites et les nitrates

10. Bilan de la DCO

La demande chimique en oxygène, ou DCO, permet d'évaluer la charge polluante des eaux usées. Plus précisément, elle désigne la quantité d'oxygène consommée par les oxydants chimiques forts pour oxyder les substances organiques et minérales présentes dans la phase aqueuse.

Le graphique ci-dessous illustre l'évolution de la concentration en DCO dans les flux entrant et sortant. On constate que la DCO présente dans l'intrant est relativement stable, se situant autour de **16 g/l**. Au début du test, l'augmentation du débit d'intrant induisait une augmentation de la concentration en DCO dans le flux sortant, à cause de l'effet de dilution.

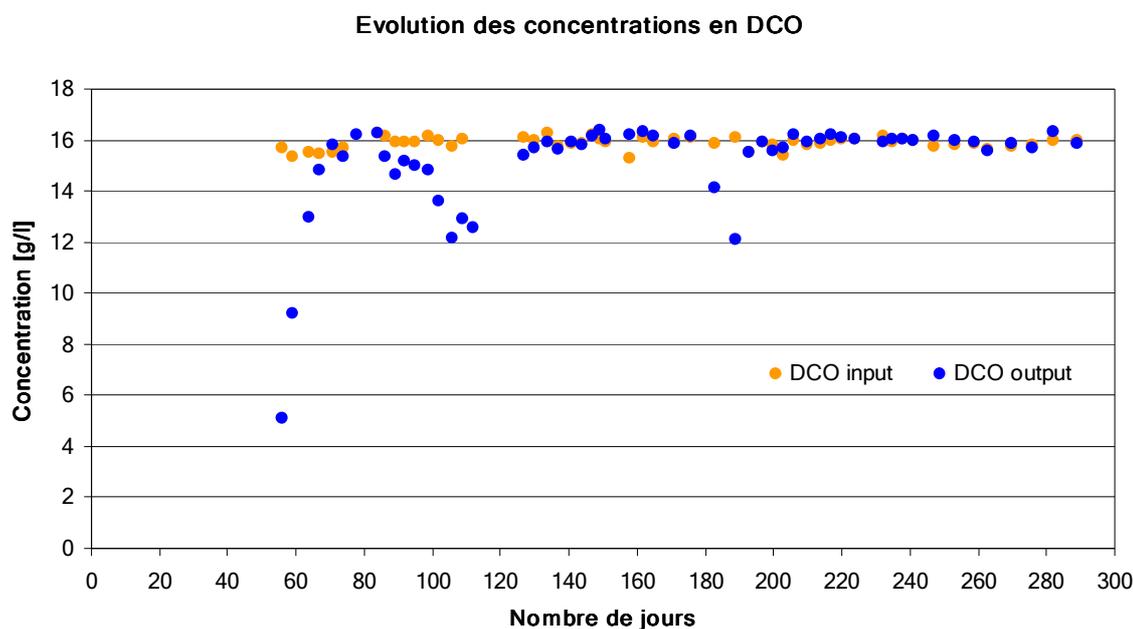


Figure 10-1 : Résultats d'analyse de la DCO

On voit que lorsque l'oxygène n'est pas introduit en excès et avec un débit stable de traitement (dès le jour 127, sauf les jours 183 et 189 qui correspondent au nettoyage des aérateurs), la dégradation de la DCO est faible, ne correspondant qu'à la consommation de matière organique par la dénitrification probablement.

Au contraire, la période durant laquelle l'oxygène était introduit en fort excès (jours 82 à 115) coïncide avec une élimination de la DCO et des coupures fréquentes de l'alimentation. Étant donné que la dénitrification y était très faible, il est clair qu'une partie de l'oxygène était utilisée pour dégrader de la matière organique. Ce phénomène, inutile dans notre cas et consommateur d'énergie, est à éviter grâce à un contrôle efficace du débit d'aération.

11. Bilan de la DBO5

La demande biologique en oxygène mesurée sur 5 jours (DBO_5) représente la quantité d'oxygène consommée en 5 jours pour oxyder les matières organiques biodégradables par voie biologique. Elle a été évaluée dans l'intrant et l'effluent de manière hebdomadaire durant les tests « à long terme » et le graphique ci-dessous présente les résultats mesurés, en les comparant avec les valeurs obtenues pour la DCO.

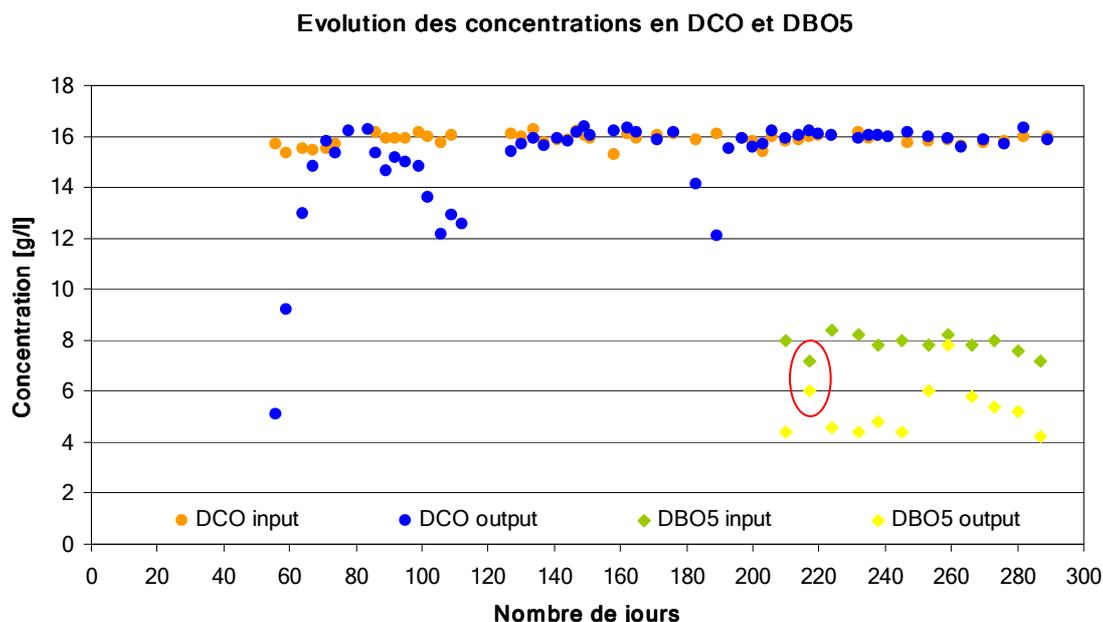


Figure 11-1 : Résultats d'analyses pour la DCO et la DBO_5

Les mesures obtenues pour la DBO_5 dans l'intrant sont constantes, avec une moyenne se situant à environ **8 g/l**, ce qui représente la moitié de la valeur de la DCO. On constate qu'il y a une importante consommation de DBO_5 , les valeurs pour l'effluent se situant entre 4 et 6 g/l, alors que la DCO reste stable. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que la mesure de la DBO_5 comprend également la demande en oxygène de la nitrification, qui dégrade l'ammonium présent. Pour inhiber l'influence de la nitrification, il faut alors effectuer la correction suivante :

$$DBO_5 \text{ corrigée} = DBO_5 \text{ mesurée} - 4,57 * N-NH_4 \text{ mesurée}$$

Les valeurs de la DBO_5 rectifiée de l'intrant varient entre 0,9 et 2,5 g/l, avec une moyenne de **1,7 g/l**. Le rapport moyen de DCO / DBO_5 est alors de 9,2, ce qui paraît tout-à-fait réaliste pour ce type de d'effluent.

Le rapport DBO_5 / $N-NH_4$, qui indique la quantité de carbone disponible pour la dénitrification, a dans le cas présent une valeur moyenne de 1,3, ce qui est relativement bas. Ceci peut expliquer en partie la très forte sensibilité du taux de dénitrification en fonction de l'oxygénation. Étant donné que l'on ne disposait pas de mesure fiable pour la concentration en oxygène dissout, il est impossible de déterminer l'influence précise du niveau d'oxygène sur le taux de dénitrification. Toutefois, on peut penser que l'ajout d'une source externe de carbone aurait pu faciliter la dénitrification en la rendant moins sensible à l'oxygénation.

12. Analyses des effluents gazeux

Des analyses ont été effectuées sur les effluents gazeux au jour 289, alors que le système était relativement stable. Afin de s'assurer que les concentrations ne soient pas inférieures aux limites de détection des méthodes utilisées, trois paliers ont été appliqués pour le débit d'aération. Le premier était fixé à $1 \text{ Nm}^3/\text{h}$, le second à $5 \text{ Nm}^3/\text{h}$ et le troisième à $15 \text{ Nm}^3/\text{h}$. Notons que ce dernier palier correspond à l'aération optimale pour les conditions concernées, c'est-à-dire un TRH de 4 jours.

Il a été constaté que, même avec le débit d'aération optimal, les teneurs étaient suffisantes pour être mesurées. Par ailleurs, les autres paliers ne fournissaient pas de données représentatives, l'aération n'étant pas assez puissante pour « arracher » les substances gazeuses à la phase liquide. Ainsi, seuls les résultats provenant des échantillons collectés en conditions réelles sont pris en compte ici.

Pour l'ammoniac et les oxydes d'azote, 3 mesures ont été réalisées à chaque palier, alors que deux échantillons ont été prélevés pour le dosage du protoxyde d'azote. La reproductibilité des résultats a été très bonne, ce qui indique que les échantillons étaient représentatifs des effluents gazeux provenant de l'installation.

12.1 Ammoniac

Le but principal du présent projet est d'éliminer l'ammonium de la phase liquide, afin d'éviter qu'il ne s'évapore sous forme d'ammoniac. Il est alors capital de vérifier que ce dernier ne représente qu'une fraction modérée de l'ammonium traité.

La moyenne des trois mesures menées pour l'ammoniac est de **26 ppm** ou $15,2 \text{ mg}$ d'azote ammoniacal par mètre-cube d'air émis. Cette grandeur représente **1,06 %** de l'ammonium introduit dans le système.

12.2 Oxydes d'azote

Les oxydes d'azote, ou NO_x , regroupent le monoxyde d'azote (NO) et le dioxyde d'azote (NO_2). Ces composés sont odorants et toxiques à faible dose. De plus, ils peuvent réagir avec de l'eau pour former de l'acide nitrique (HNO_3), l'un des responsables des pluies acides. Ainsi, il est important de s'assurer que l'installation testée ne produise pas de quantité importante d'oxydes d'azote.

En conditions réelles, les mesures étaient légèrement inférieures à la limite de détection, soit 2 ppm. Pour les calculs suivants, la valeur de **2 ppm** a été conservée. Elle correspond à $1,17 \text{ mg N-NO}_x/\text{m}^3$ d'air émis ou **0,08 %** de l'azote ammoniacal traité.

12.3 Protoxyde d'azote

Le protoxyde d'azote, ou oxyde nitreux (N_2O) est un gaz toxique contribuant très fortement à l'effet de serre. On estime que son potentiel de réchauffement global à 100 ans équivaut à environ 300 fois celui du CO_2 . Il est persistant dans la troposphère et la stratosphère et peut être transformé en oxydes d'azote.

Contrairement aux autres composés analysés, il n'existe pas de tube réactif pour doser le protoxyde d'azote. Des échantillons ont alors été collectés dans des seringues hermétiquement fermées de 60 ml. Après deux jours de stockage au froid et dans l'obscurité, ils ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse au CEL de l'EPFL.

Le chromatographe utilisé est un HP 5890 Series II muni d'un détecteur ECD et la colonne, fournie par Varian, a pour référence RTx-502.2 (60 m de longueur, 0,32 mm de diamètre interne). Le gaz porteur était l'hélium et la température de travail était de 44 °C. La pression de l'intrant était de 12,5 PSI ou 86,2 kPa, ce qui garantit une vitesse de 19,5 cm/s. Le volume d'échantillon introduit était de 100 ou 200 µl.

Les résultats fournissent une moyenne de **3,23 ppm** ou 1,89 mg N-N₂O/m³ d'air émis. Cette quantité représente **0,13 %** de l'azote ammoniacal introduit dans l'installation.

À titre de comparaison, [Lemmens 2007] indique des émissions de N₂O lors de traitement biologique des lisiers de 1% de N tot.



13. Évaluation

13.1 Fonctionnement technique

Plusieurs aspects ont influencé le fonctionnement technique de l'installation pilote (voir chapitre 5).

Ce sont surtout les caractéristiques du digestat qui ont rendu difficile l'opération du pilote. Parmi celles-ci la plus pénalisant était la haute concentration en matières sèches qui, en combinaison avec une basse température lors de mois d'hiver, ont fortement réduit la pompabilité de la solution. De plus, la présence de matière sableuse / fibreuse a bloqué régulièrement les équipements dont le débitmètre.

Des solutions ont été trouvées lors de la période de recherche et des recommandations pour améliorer le fonctionnement technique dans une installation à une échelle réelle sont présentées au chapitre suivant (Dimensionnement d'une installation de taille réelle).

13.2 Transfert d'oxygène par aération

Le fort taux de matières sèches a également beaucoup influencé le transfert d'oxygène. Non seulement la mesure d'oxygène était peu fiable, mais aussi son transfert qui pouvait parfois être fortement réduit. Ce transfert est un facteur primordial pour le bon fonctionnement des transformations biologiques aérobies. Afin de mieux comprendre les problèmes d'aération rencontrés lors de la recherche pilote, la théorie de transfert d'oxygène par aération est expliquée ci-dessous et comparée avec les conditions rencontrées.

Le transfert de l'oxygène nécessaire pour l'activité microbienne est fait à partir de l'air au liquide et depuis le liquide aux micro-organismes.

L'oxygène présent dans l'air doit être dissout dans le liquide pour être disponible pour les micro-organismes. La figure suivante montre le transfert d'oxygène au liquide :

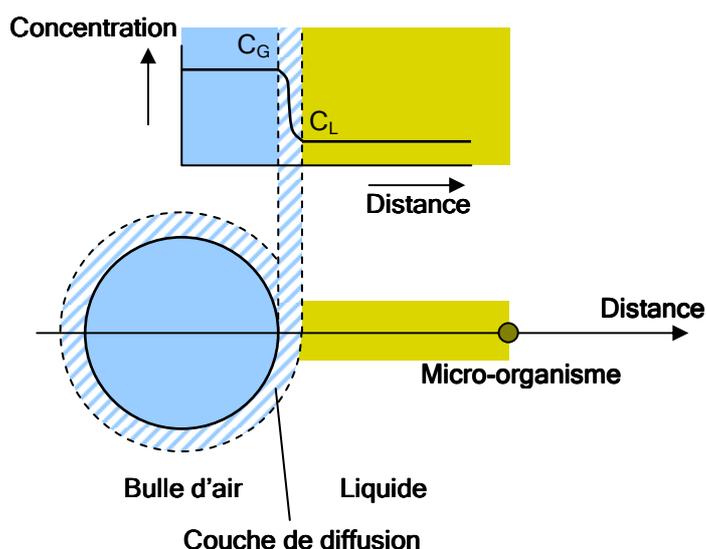


Figure 13-1 : Transfert d'oxygène d'une bulle d'air au liquide [adapté [Riet 1991]]

L'équation pour le transfert oxygène-liquide par unité de volume de réacteur est la suivante :

$$\text{OTR} = K_L a \times \left(\frac{C_G}{m} - C_L \right) \quad \left[\frac{\text{mol}}{\text{min.m}^3} \right]$$

Avec :

OTR	: oxygen transfer rate (flux de transfert d'oxygène)
Kl	: coefficient de transfert
a	: surface de l'interface air - liquide
C _G	: concentration d'O ₂ dans l'air
C _L	: concentration d'O ₂ dans le liquide
m	: coefficient de répartition air - liquide

Pour le transfert d'oxygène, trois facteurs jouent un rôle important [Dégremont 2005], à savoir :

le coefficient α ; le coefficient entre le Kl.a en conditions standard en eau claire et le Kl.a en conditions effectives. Il dépend de la nature de l'eau et, en particulier, de sa concentration en tensioactifs, graisses, matières en suspension, et du système d'aération

le coefficient de déficit en oxygène ; le coefficient entre la concentration d'oxygène dans l'eau à saturation en conditions standard et en conditions effectives. Cette saturation en oxygène est influencée par : la salinité de l'eau, la température et la pression atmosphérique.

le coefficient de vitesse de transfert ; en augmentant la température, la vitesse de transfert air-liquide augmente également.

Il existe plusieurs types d'aération, à savoir :

- ▶ Aération par air surpressé
 - à fines bulles ($\varnothing < 5$ mm) ; aérateurs à membranes
 - à moyennes bulles ($\varnothing 5$ mm - 3 cm)
 - à grosses bulles ($\varnothing > 3$ cm)
- ▶ Aération par aérateurs mécaniques immergés
- ▶ Aérateur à turbine immergée (hyperboloïde)
- ▶ Aérateur à effet venturi ou hydroéjecteur
- ▶ Aération de surface

Le rendement d'oxygénation en eau claire d'un système à fines bulles est beaucoup plus haut que celui à moyennes / grosses bulles, ceci grâce à la grande surface de l'interface air / liquide et le temps de résidence plus élevé des bulles dans la phase liquide. En revanche, en conditions réelles cet avantage diminue. Le coefficient α , en conditions réelles, est plus faible pour les fines bulles que pour l'aération à moyennes / grosses bulles. Néanmoins, le gain énergétique final des fines bulles reste sensible et justifie généralement leur utilisation, malgré un coût d'installation plus élevé. [Dégremont 2005].

Dans le design projet d'EPFL 2007 « Traitement de l'ammonium du lisier digéré après biométhanisation [Brethaut 2007], les différents types d'aération ont été évalués. Le système d'aération par fines bulles s'avérait le meilleur pour ce genre de traitement, surtout en combinaison avec un système de traitement biologique sur un support mobile où de grosses forces mécaniques peuvent détériorer le biofilm.

Ils existent d'autres facteurs qui influencent le rendement d'oxygénation, dont :

- ▶ la puissance spécifique ou alors le débit d'aération par (surface d') aérateur ;
Plus elle est haute, plus la taille des bulles augmente ainsi que la probabilité de coalescence des bulles et donc plus le rendement d'oxygénation diminue.
- ▶ l'hydraulique dans le réacteur lié à la disposition des diffuseurs ;
Le rendement d'oxygénation est optimal quand le temps de séjour des bulles dans le réacteur est maximal. Ceci est réalisé par :
 - une maximalisation de la hauteur du liquide ; Le rendement d'oxygénation en eau claire d'un système donné varie en fonction de la profondeur d'insufflation d'air.

L'augmentation de la profondeur augmente le temps de séjour des bulles d'air et de ce fait, le rendement de transfert.

- une répartition homogène des aérateurs au fond du réacteur qui autorise en une bonne répartition des bulles dans la masse liquide et un temps de séjour maximal. La disposition en ligne induit une diminution du rendement de transfert de l'ordre 25% lié à la mise en rotation du liquide.

Le système d'aération avec fines bulles, installé sur le pilote, ne permettait pas un transfert optimal de l'oxygène. Lors des vidanges du réacteur (jours 177 et 185), les quatre aérateurs, bien repartis au fond du réacteur, ont été testés en remplissant le réacteur avec de l'eau et aucun problème mécanique n'a été constaté. Les bulles étaient alors fines et constantes, contrairement à ce qui était remarqué avec le digestat. De plus, le débit d'aération maximal (32 Nm³/h (8 Nm³/h par aérateur) était nettement inférieur à la capacité maximale des aérateurs (12 Nm³/h par aérateur). Il semble alors que la nature du digestat (forte viscosité, teneur en matière sèche et salinité) soit responsable du mauvais transfert d'oxygène.

Un constructeur de systèmes de traitement biologique des lisiers de porc, TREVI, applique des systèmes d'aération par fine bulles jusqu'à un taux de MS de 2% [Lemmens, 2007].

13.3 Nitritation vs. nitrification

La nitrification n'a pas été observée. Les conditions nécessaires pour obtenir la nitrification sont [Fruteau 2007]:

- ▶ température : 30 - 40 °C
- ▶ TRH : 1 - 3 jours
- ▶ O₂ : 1 - 3 mg/l

Ces conditions n'ont pas pu être testées, parce que dès lors qu'un TRH de 2 jours (jour 185) a été atteint, la concentration d'ammonium dans le réacteur est augmentée très fortement.

De plus, avec les mesures d'O₂ peu fiables, les conditions optimales n'ont pas pu être installées.

13.4 Taux de transformation de l'azote

Au regard du chapitre précédent, il semble que le débit d'aération soit un paramètre ayant une grande influence sur le rendement des réactions biochimiques. C'est pourquoi les résultats (annexe 3) et les graphiques présentés ci-dessous mettent en relation les performances des processus biologiques avec le TRH théorique et le débit d'aération spécifique. Ce dernier désigne le rapport entre le débit d'aération (exprimé en Nm³/j) et la charge volumétrique journalière en ammonium (en mg N-NH₄⁺/l*j).

13.4.1 Nitrification

En considérant que tout l'ammonium dégradé est transformé en nitrates ou nitrites, le taux de nitrification, en pourcent, est donné par la relation suivante :

$$\text{Taux nitrification} = ([\text{N-NH}_4^+]_{\text{IN}} - [\text{N-NH}_4^+]_{\text{OUT}} / [\text{N-NH}_4^+]_{\text{IN}}) * 100$$

On constate que, jusqu'au jour 127, le taux de nitrification était supérieur à 95%. Par la suite, en raison de la restriction manuelle en oxygène, ce taux a chuté au-dessous de 40%. Entre les jours 172 et 189, il était à nouveau très haut. Ceci peut-être lié à la réadaptation de la biomasse après une longue période de non-alimentation de 10 jours (voir figure 13-2). De plus, les interruptions de l'alimentation ont offert des conditions plus douces, la charge en ammonium étant plus faible que prévue.

Le TRH de 4 jours ne nuit en rien à un fort taux de nitrification et aucun phénomène de lessivage de la biomasse ne s'est produit. Par contre, il n'a pas été possible d'obtenir de bons rendements avec un TRH de 2 jours, malgré une aération suffisante. La forte chute des valeurs après le changement du TRH à 2 jours ne laisse pas penser à un lessivage de la biomasse mais plutôt à un transfert d'oxygène insuffisant dans le milieu réactionnel. Ces constatations ont été décisives au moment de choisir le TRH pour les tests « à long terme ».

Evolution du taux de nitrification

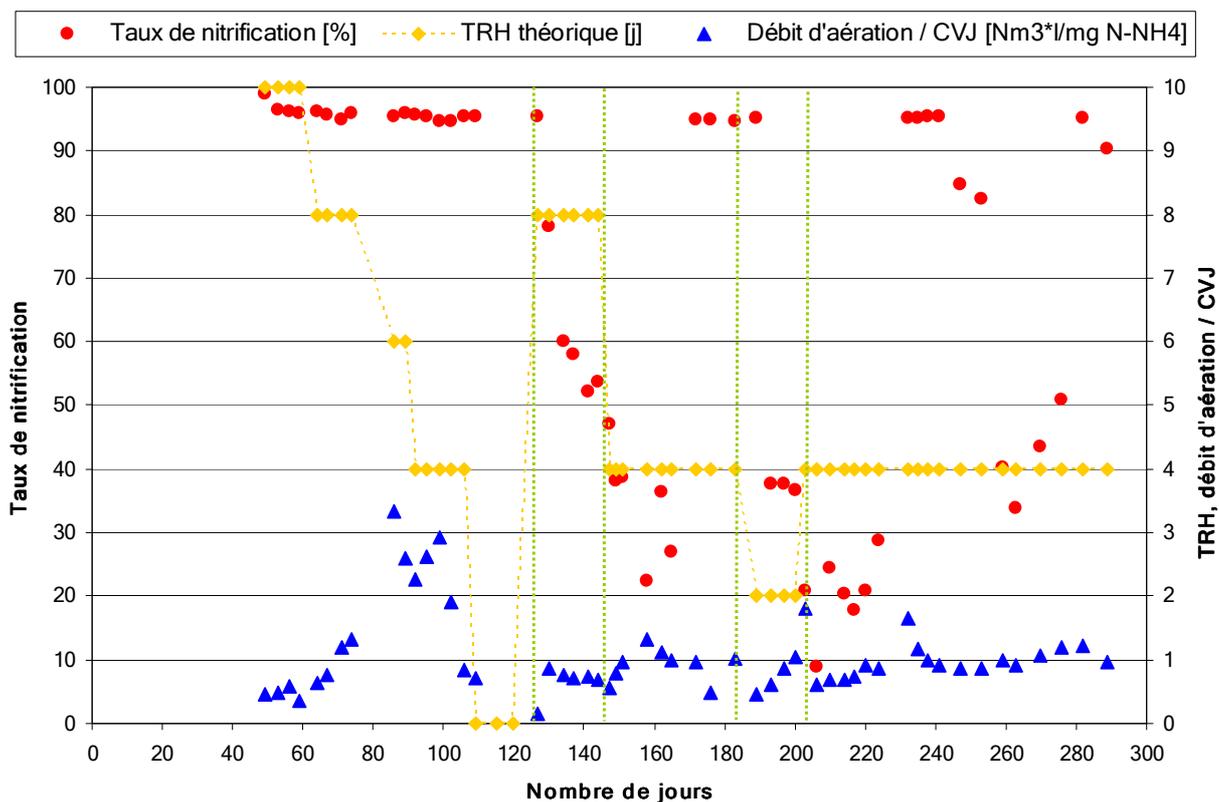


Figure 13-2 : Évolution du taux de nitrification

Lors de la période entre jour 230 et 300 (sauf jours 260 - 280), lors que le système fonctionnait bien, on a observé des taux de nitrification entre 80 - 95 %.

13.4.2 Dénitrification

Le taux de dénitrification indique la proportion de nitrates et nitrites transformée en diazote. En émettant la même hypothèse que précédemment, on peut l'exprimer ainsi :

$$\text{Taux dénitrification} = ([N-NO_x]_{IN} - [N-NO_x]_{OUT} / [N-NO_x]_{IN}) * 100$$

Où

$$[N-NO_x]_{IN} = [N-NO_2]_{IN} + [N-NO_3]_{IN} + [N-NH_4^+]_{IN} - [N-NH_4^+]_{OUT}$$

$$[N-NO_x]_{OUT} = [N-NO_2]_{OUT} + [N-NO_3]_{OUT}$$

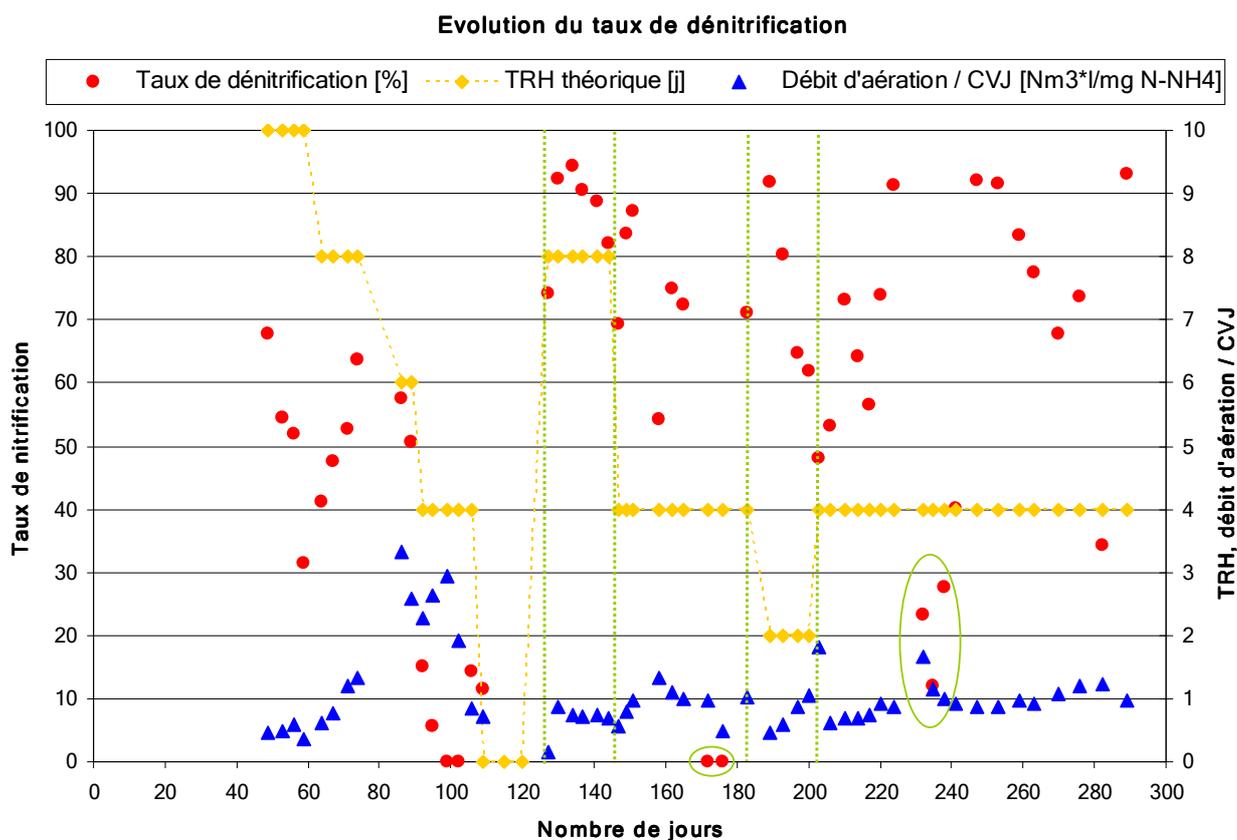


Figure 13-3 : Évolution du taux de dénitrification

Notons que les taux nuls obtenus aux jours 172 et 176 correspondent aux opérations qui ont nécessité la vidange du réacteur et occasionné la perte d'une quantité importante de support mobile. De plus, les valeurs relativement basses rencontrées entre les jours 232 et 241 coïncident avec diverses interruptions de l'alimentation et des coupures électriques. Ces conditions brusques alternant marches et arrêts du système ont pu perturber les bactéries et diminuer leur efficacité.

Il paraît clair qu'un TRH de 4 jours n'empêche en rien la bonne performance des bactéries dénitrifiantes, même sans ajouter de source de carbone. Par contre, il semblerait que le TRH de 2 jours ne permette pas d'obtenir des taux très élevés de dénitrification, même sans excès d'aération. Un lessivage de la biomasse paraît peu probable car un support était utilisé pour fixer les bactéries. Ce TRH constituerait alors une sorte de limite du système, du moins avec les conditions expérimentales appliquées ici. La raison de ce phénomène n'a pas été clairement déterminée mais il semblerait que la masse bactérienne n'était pas suffisante pour garantir une dénitrification efficace avec un TRH de 2 jours.

Lors de la période située entre jour 230 et 300 (sauf période 260 - 280), lorsque le système fonctionnait bien et avec un taux de nitrification entre 80 - 95%, on observe des taux de dénitrification entre 60 - 92 %.

13.4.3 Élimination de l'azote

Le graphique ci-dessous présente le taux de transformation de l'azote total ainsi que de l'azote dit « minéral ». Dans la concentration en azote « minéral » ne sont compris que l'ammonium, les nitrates et les nitrites.

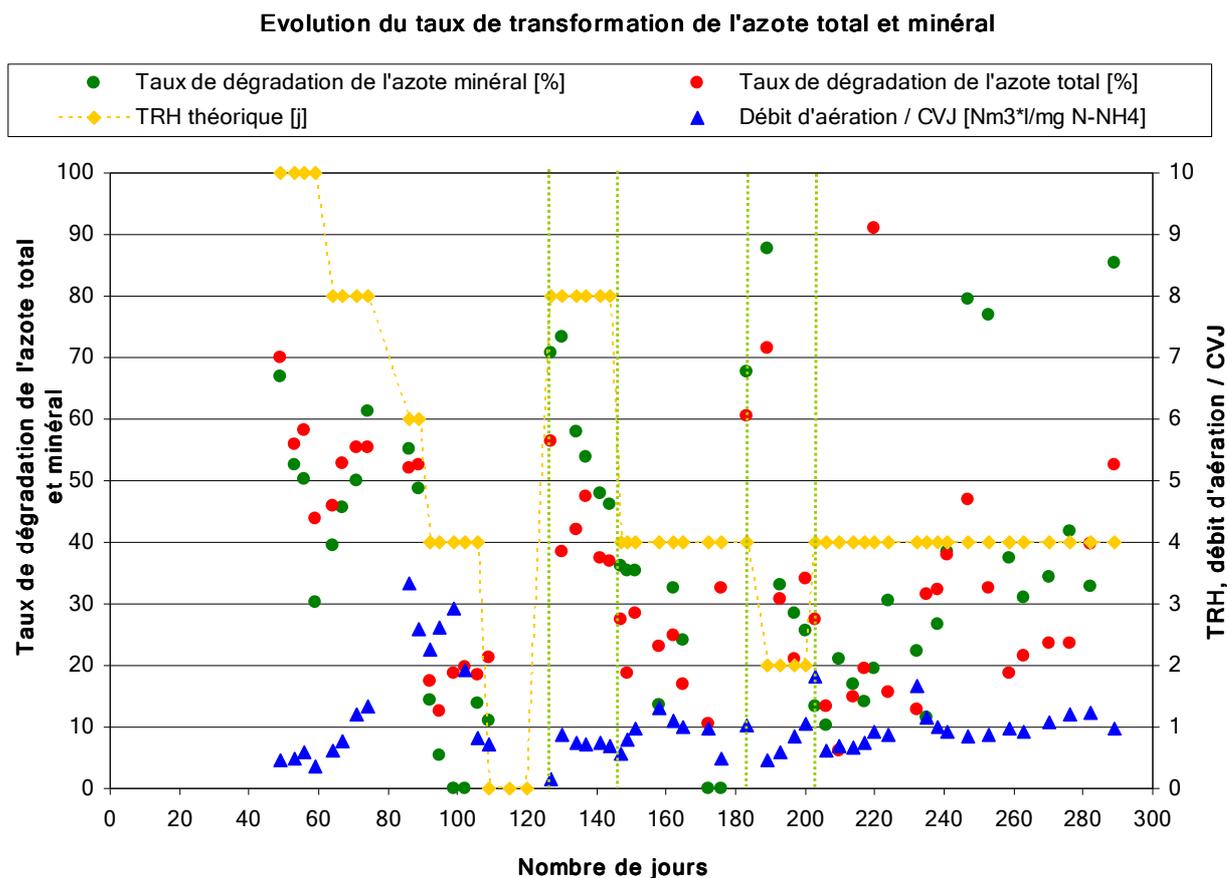


Figure 13-4 : Évolution du taux de transformation de l'azote

On constate qu'une aération inadaptée et/ou un TRH court défavorise(nt) le rendement simultané de la nitrification et de la dénitrification. L'azote « minéral » n'est alors que très faiblement dégradé.

Par contre, en présence d'une aération suffisante, il semble qu'une partie de l'azote total est dégradée, même quand l'azote « minéral » n'est pas du tout éliminé (jours 99, 102, 172, 176). Cette observation peut être due au fait que les échantillons analysés étaient au préalable centrifugés, ce qui peut induire un biais dans les résultats.

Lorsque l'oxygène est trop limité, la nitrification n'est pas complète et une quantité significative d'ammonium est présente dans l'effluent. Ceci explique que, même si le taux de dénitrification est très haut, une partie de l'azote « minéral » reste dans la phase liquide.

13.5 Relation aération spécifique et taux de nitrification / dénitrification

Afin d'observer une possible relation entre l'aération et les taux de nitrification et de dénitrification, les graphiques suivants sont présentés, dans lesquels sont montrés :

- ▶ le taux de nitrification en fonction de l'aération spécifique (figure 13-5)
- ▶ le taux de dénitrification en fonction de l'aération spécifique (figure 13-6)
- ▶ les taux de nitrification et de dénitrification en fonction de la concentration d'oxygène (figure 13-7)

Les valeurs ont été prises sur la période située entre les jours 203 et 289.

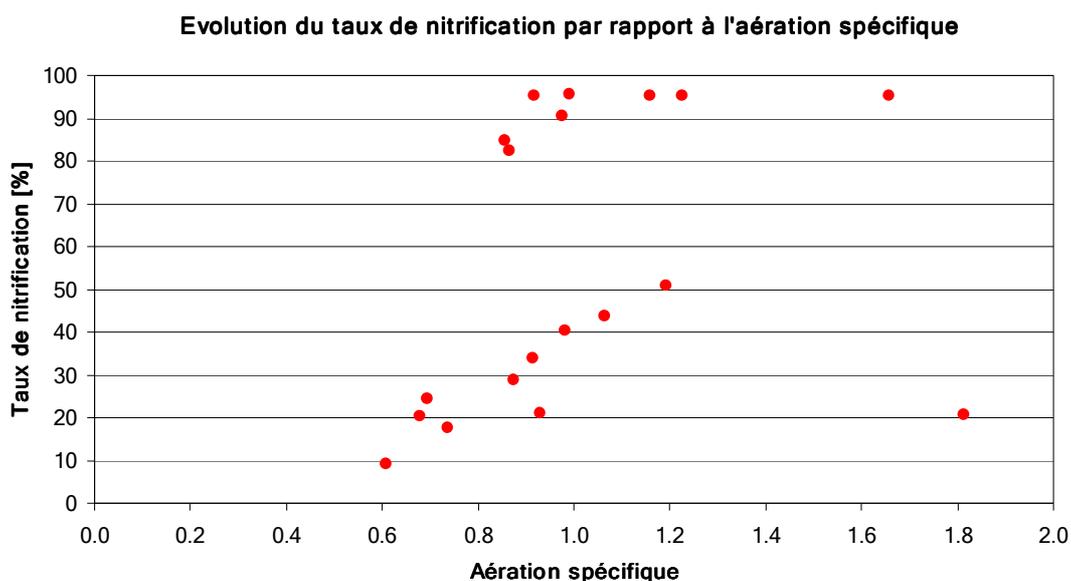


Figure 13-5 : Relation entre aération spécifique et le taux de nitrification

Il semblerait qu'une augmentation de l'aération spécifique (en Nm^3 par mg/l d'azote ammoniacal introduit) augmente également le taux de nitrification.

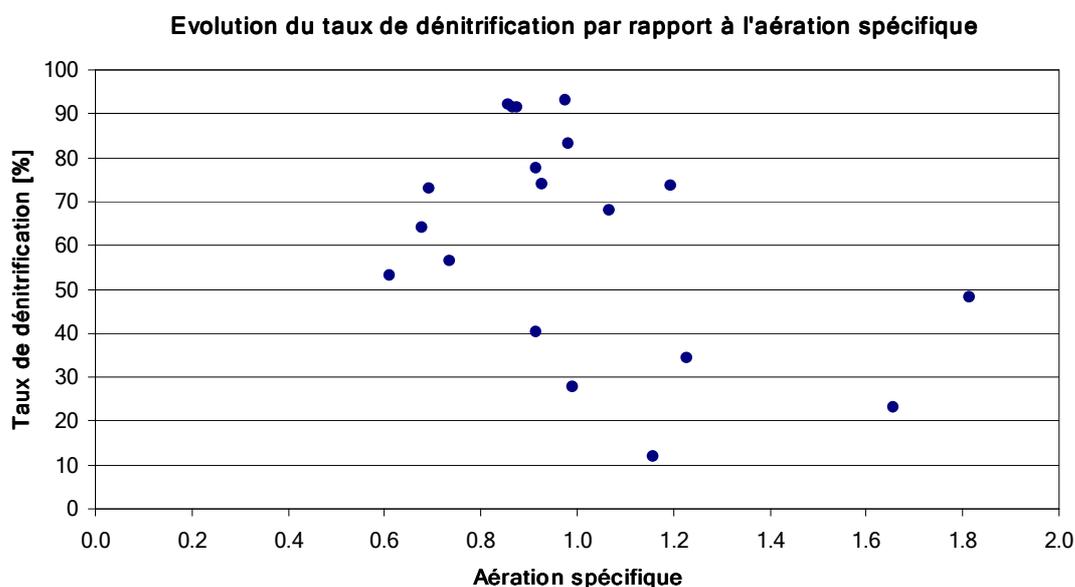


Figure 13-6 : Relation entre aération spécifique et le taux de dénitrification

Il semblerait qu'une augmentation de l'aération spécifique fait diminuer le taux de dénitrification.

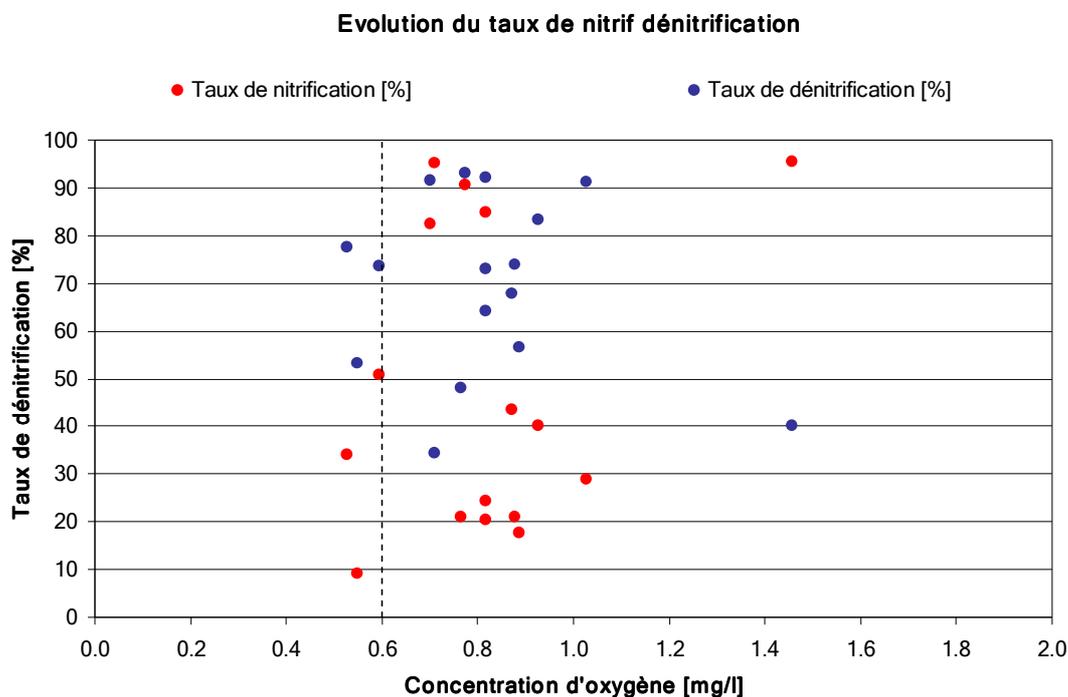


Figure 13-7 : Relation entre la concentration d'oxygène et les taux de nitrification et de dénitrification

Une relation entre la concentration d'oxygène et les taux de nitrification et de dénitrification est très difficile, voire impossible à observer. Il semble qu'avec une concentration d'oxygène inférieure à 0.6 mg/l le taux de dénitrification est supérieur au taux de nitrification. Le taux de nitrification est en-dessous de 50%, le taux de dénitrification en-dessus.

Il paraît difficile d'ajuster le débit d'aération de façon à assurer des conditions optimales simultanément à la nitrification et à la dénitrification. Une faible déviation de la valeur idéale nuit à la nitrification si l'aération est trop basse, alors que la dénitrification est défavorisée dans le cas contraire. Il est alors très important de déterminer cette valeur optimale, qui se situe très près de **1 Nm³ par mg NH₄-N introduit / l de réacteur** introduit dans notre cas. Le réacteur comprenant 1500 l, il faut alors environ 1 Nm³ d'air pour traiter 1500 mg d'ammonium, soit un peu plus d'un litre de digestat liquide.

13.6 Consommation énergétique

La consommation électrique telle que relevée au compteur comprend 4 postes, à savoir :

- ▶ le système d'aération (soufflante)
- ▶ le chauffage du contenu du réacteur
- ▶ les pompes et instrumentation
- ▶ le chauffage du conteneur

13.6.1 Système d'aération

Durant la fin de la période d'expérimentation, les divers éléments de chauffage n'étaient presque plus utilisés et le débit d'aération était relativement constant. La consommation énergétique totale était stable autour de 15.5 kWh / j durant la période depuis le jour 142 jusqu'à la fin. Ceci correspond à une consommation de 41 kWh par m³ de digestat traité.

Une consommation de 15.5 kWh par jour correspond à une puissance électrique de 0.65 kW. La puissance de la soufflante pour l'aération est de 0.3 kW, soit 46% de la puissance consommée totale, ce qui correspond à une consommation de 18.9 kWh par m³. Ceci est conforme avec les données de la littérature [Bakx et al. 2009] avec des valeurs entre 12 et 30 kWh / m³. Il faut quand-même noter qu'il s'agit du traitement de lisier de porc dans lequel la concentration en ammonium pourrait être plus élevée que celle traitée dans le pilote. Selon [Agroscope 2009] ces valeurs sont entre 3.3 et 4.2 g NH₄-N/l.

Une optimisation de consommation énergétique du système d'aération n'ayant pas pu avoir lieu, à cause des phénomènes spécifiques de l'aération (voir paragraphe 13.2).

13.6.2 Chauffage du réacteur

La consommation thermique pour le chauffage du réacteur comprend les postes suivants :

- ▶ chauffage intrants
- ▶ pertes radiation réacteur
- ▶ pertes par évacuation de l'air saturé de l'eau évaporé (débit soufflante)
- ▶ production de la chaleur par l'activité microbienne

La consommation totale (en période d'été) est estimée à 0.3 kW. En situation réelle on utilisera le digestat directement issu de l'installation de biogaz. La température du digestat sera ainsi autour de 30°C. La consommation pour un réacteur de même taille mais en situation réelle est estimée à 0.1 - 0.2 kW.

À échelle réelle la consommation thermique est estimée à 8.5 kWh / m³ entrant. Elle pourrait être fournie par l'unité de couplage chaleur-force de l'installation de biogaz.

13.6.3 Pompes et instrumentation

La consommation d'autres équipements, à savoir le pompage et l'instrumentation est faible par rapport à la consommation de la soufflante. On peut l'estimer à 0.05 kW, pour le pompage principalement.

13.7 Bilan global de l'azote

Des analyses servant à doser les substances azotées ont été menées au jour 289 sur l'intrant, sur l'effluent liquide ainsi que sur l'effluent gazeux. Celles-ci permettent d'esquisser un bilan ponctuel de l'azote. Toutefois, les raisons suivantes incitent à considérer ce bilan avec prudence :

- ▶ Étant donné que l'oxygénation du milieu réactionnel était réalisée grâce à de l'air et non de l'oxygène pur, il a été impossible de mesurer la production en diazote des réactions biochimiques. Celle-ci a alors été déterminée par différence. Pour contrer ce problème, il aurait été possible de travailler avec de l'ammonium enrichi en isotopes stables N13 et de mesurer la production de diazote enrichi en isotopes N13. Toutefois, cette solution était logistiquement difficile à mettre en place dans notre cas et n'a pas été réalisée.
- ▶ Les sources d'erreur exposées à la section 7.1, comme l'inertie du réacteur, peuvent biaiser les données récoltées.
- ▶ Aucun élément ne nous permet d'affirmer qu'il n'y a ni accumulation ni lessivage d'azote dans le réacteur ou dans la phase solide (pas analysée). De plus, l'élimination d'une partie de l'azote par production de nouvelle biomasse est couramment rencontrée, notamment dans les stations d'épuration.
- ▶ Ce bilan ne se base que sur un dosage ponctuel des divers composés, réalisé au jour 289. Les dysfonctionnements techniques rencontrés tout au long de l'expérimentation et les changements rapides des conditions expérimentales n'ont pas permis de dresser d'autres bilans de l'azote, ce qui aurait augmenté la représentativité des résultats. Cependant, le système était stable autour du jour 289 et les résultats obtenus précédemment semblent confirmer les hauts taux de dégradations de l'azote pour un TRH supérieur à 4 jours.

La figure ci-dessous donne une idée des proportions d'azote dans les différents flux au jour 289. On constate que 61% de l'azote contenu dans l'intrant se trouve sous forme d'ammonium, pour 10 % de nitrates et nitrites. On considère que les 29% restant sont intégrés dans des molécules organiques ou d'autres composés indéterminés.

Grâce à un très bon taux de nitrification, plus de **90 %** de l'ammonium introduit est dégradé. La bonne tenue simultanée de la dénitrification permet d'éviter une accumulation de nitrates et de nitrites dans l'effluent. Cet azote est alors éliminé dans la phase gazeuse, sous forme de diazote.

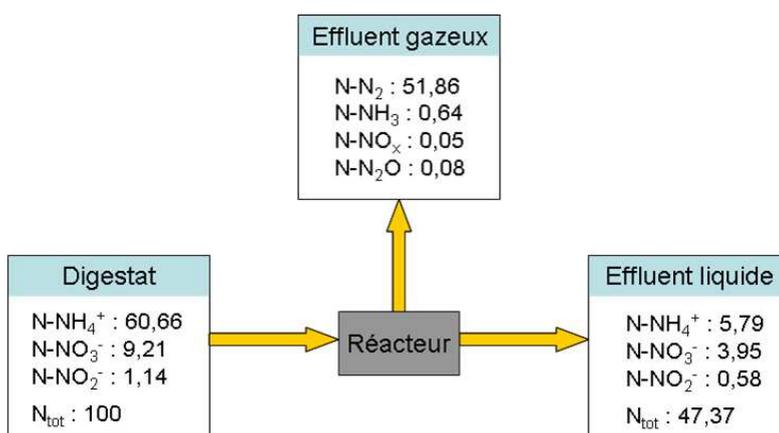


Figure 13-8 : Bilan de l'azote en % massiques

Ces résultats très encourageants (**85 %** d'élimination de l'azote minéral) doivent cependant être nuancés par le fait que l'alimentation a connu de brèves interruptions durant les jours précédents ce bilan. Le TRH réel n'est alors pas exactement de 4 jours mais plus probablement de 5 à 6 jours.

13.8 Paramètres opératoires

On peut affirmer que la recherche menée a permis de déterminer les objectifs décrits au chapitre 2. Ces derniers se concentrent avant tout autour des performances en relation avec le TRH et la charge en ammonium, des conditions optimales et des limites du système, ainsi que des aspects techniques de l'installation. La recherche pilote nous donne les informations suivantes concernant les paramètres-clés définis antérieurement :

- ▶ Taux de nitrification 80 - 95%, taux de dénitrification 60 - 90% à un TRH de 4 jours. Pour un TRH de 2 jours, le taux de nitrification était inférieur à 40 %.
- ▶ La charge volumétrique d'ammonium correspondant à un TRH de 4 jours est de 330 mg NH₄-N / l.j.
- ▶ En raison de la sensibilité du système par rapport au débit d'aération, il a été très difficile d'obtenir de hauts rendements simultanés pour les deux réactions, et donc pour le taux d'élimination de l'azote. Toutefois, un taux d'élimination supérieur à 80 % a été obtenu alors que le TRH théorique était de 4 jours.
- ▶ Le rapport DBO₅ / N-NH₄ qui indique la quantité de carbone disponible pour la dénitrification présente une valeur moyenne de 1.3, ce qui est relativement bas.

Les résultats ont quand-même montré qu'il n'est pas nécessaire d'ajouter de source de carbone externe, du moins pour les TRH de 4 jours et plus. Toutefois, il semblerait que l'ajout d'une source de carbone puisse favoriser la dénitrification, en la rendant moins sensible au niveau d'aération.

- ▶ Le système a montré une bonne stabilité et rien ne laisse penser que la biomasse ait subi de lessivage.
- ▶ La consommation d'air est estimée à environ 1 Nm³ par mg d'azote ammoniacal et par unité de volume de réaction (en litre)
- ▶ La consommation énergétique est estimée à 18.9 kWh / m³ entrant pour l'aération et à 8.5 kWh / m³ entrant pour le chauffage du réacteur en situation réelle.
- ▶ L'influence de la température sur les performances du système n'a pas pu être évaluée lors de la présente recherche.
- ▶ Les émissions gazeuses d'éléments autres que le diazote sont relativement faibles : moins de 1% pour l'ammoniac et moins de 0,1 % pour les oxydes d'azote et le protoxyde d'azote.
- ▶ Il a été constaté que les hautes salinités, viscosité et teneur en matière sèche du digestat défavorisent le transfert d'oxygène et ainsi les performances du système.
- ▶ Après une première phase de stabilisation, le pH s'est équilibré à environ 8,5 et aucun correcteur de pH n'a été nécessaire.
- ▶ La nitrification n'a pas été observée.

D'un point de vue technique, il est évident qu'il faut prendre en compte les caractéristiques du liquide traité. Notamment, la fraction solide présente dans le digestat pose énormément de problèmes (bouchage des conduites, usure des pompes, difficultés d'obtenir des mesures fiables, ...) .La présente recherche a permis de trouver des solutions à ces diverses difficultés. Naturellement, ces dernières pourraient être évitées par un prétraitement du digestat (filtration, centrifugation, dilution, ...) mais la réalité économique d'une installation agricole ne permet pas d'envisager cette option.

Au niveau des réactions biochimiques, il a été mis en lumière que les performances sont intimement liées au TRH ainsi qu'à l'oxygénation. Un TRH de 4 jours paraît suffisant pour obtenir de bons rendements, pour autant que l'on puisse doser précisément le débit d'aération.

13.9 Comparaison avec la recherche expérimentale au laboratoire du LBE

Lors de la recherche pilote des aspects sur le fonctionnement de l'installation ont été rencontrés qui n'avaient pas été remarqués lors de la recherche en laboratoire précédente [Fruteau 2007]. Ceci est lié aux différences entre les caractéristiques des effluents provenant du digesteur. Le tableau suivant montre les principales caractéristiques entre les effluents traités.

Caractéristique	Digestat LBE [Fruteau 2007, test support Kaldness]	Digestat pilote
Traitement actuel du digestat	Presse à vis	Presse à vis
Prétraitement supplémentaire	Tamis vibrant circulaire avec grille à maille de 1 mm	-
Matière Sèche [%]	3	6
Azote ammonium [g/l]	0.9 (après dilution)	1.2
TRH	2 jours	4 jours
Charge en ammonium	200 - 400 mg NH ₄ ⁺ -N /l.j	330 mg NH ₄ ⁺ -N /l.j
Taux de nitrification	95%	80 - 95%
Taux de dénitrification	>80%	60 - 90%

Lors des périodes de fonctionnement optimal du système (à partir de jour 203) des taux de nitrification et de dénitrification ont été obtenus qui sont comparables, voir un peu en dessous, de ceux observés lors de la recherche expérimentale au laboratoire du LBE. En revanche, le digestat utilisé au LBE a été dilué, diluant également et par conséquent les concentrations en matières sèche et DCO.

La sensibilité du système en relation avec l'oxygénation n'a pas été rencontrée lors des expériences menées en laboratoire au LBE. Au-delà de la taille différente des installations testées, deux différences majeures peuvent expliquer ce phénomène :

- ▶ lors des essais en laboratoire, le digestat était dilué, ce qui réduit fortement les désagréments liés aux caractéristiques de l'intrant et facilite le transfert d'oxygène
- ▶ le support mobile utilisé lors de la recherche pilote, Fluopur, est très différent de celui adopté lors des tests en laboratoire (Kaldness). Aucune étude n'a été menée pour évaluer l'influence du type de support mobile sur les performances du système

14. Dimensionnement d'une installation de taille réelle

14.1 Paramètres de dimensionnement

Suite à l'évaluation des résultats du chapitre précédent on retient les paramètres de dimensionnement suivants :

- ▶ TRH : minimal 4 jours
- ▶ Température : 30 °C
- ▶ Charge volumétrique d'ammonium : 330 mg NH₄-N / l.j
- ▶ Taux de nitrification : 85%
- ▶ Taux de dénitrification : 75%
- ▶ Aération spécifique : 1 Nm³ par mg d'azote ammoniacal et par unité de volume de réaction (en litre)

- ▶ Consommation correcteur pH : 0
- ▶ Consommation électrique : 18.9 kWh / m³
- ▶ Consommation thermique : 8.5 kWh / m³

14.2 Caractéristiques du digestat à traiter

Afin de disposer d'un exemple concret pour décrire et dimensionner l'installation concernée, le digesteur de la famille Martin est pris comme exemple. La taille du digesteur est de 400 m³ et le temps de séjour moyen s'élève à près de 42 jours. Le digestat est séparé en deux phases par une presse à vis et seule la phase liquide, directement en aval du séparateur, est traitée dans le présent projet. La phase traitée possède les caractéristiques suivantes :

- ▶ flux journalier maximal : 10 m³/j
- ▶ taux de matières sèches : 5-7 %
- ▶ teneur moyenne en azote ammoniacal : 1.3 g/l
- ▶ teneur moyenne en DCO : 16 g/l

Si l'installation est disposée directement en aval du séparateur, la température de l'intrant devrait se situer entre 30 et 35°C.

14.3 Dimensionnement

Le dimensionnement est proposé ici pour trois scénarii différents. Les trois options proposées ci-dessous correspondent à des besoins différents pour les agriculteurs. Dans le premier cas, un maximum d'ammonium est éliminé alors que dans le deuxième, on n'en extrait qu'environ 40%. La troisième proposition consiste à transformer l'ammonium en nitrates et à en ôter un tiers. Le stockage de l'effluent conduit à une élimination d'azote bien plus importante.

Selon les régions, les agriculteurs ne disposent pas d'un excès d'azote et n'ont aucun intérêt à voir ce nutriment être enlevé de leurs engrais de ferme. Par contre, il est possible de transformer l'ammonium en nitrates par une simple nitrification (en enlevant le support mobile du réacteur), ce qui réduit les désagréments dus aux émissions d'ammoniac dans l'atmosphère et à l'épandage de l'ammonium sur les champs.

Notons que les rendements affichés n'ont été obtenus que ponctuellement et ne sont alors qu'indicatifs.

14.3.1 Premier scénario

Le temps de séjour est de 6 jours et la totalité du digestat liquide provenant du digesteur de la famille Martin est traitée. Le taux d'élimination de l'azote est d'environ 85 % et l'installation présente les caractéristiques suivantes :

- ▶ volume du réacteur : 60 m³ (plus espace pour la mousse)
- ▶ débit de la pompe P001 : jusqu'à 500 l/h (417 l/h en moyenne)
- ▶ débit d'aération : jusqu'à 600 Nm³/h

14.3.2 Deuxième scénario

Le temps de séjour est également de 6 jours mais seule la moitié du liquide provenant du digesteur est traitée. Le taux d'élimination de l'azote dans la fraction en question est identique au premier scénario, soit environ 85%. On obtient alors :

- ▶ volume du réacteur : 30 m³
- ▶ débit de la pompe P001 : jusqu'à 250 l/h
- ▶ débit d'aération : jusqu'à 300 Nm³/h

14.3.3 Troisième scénario

Le temps de séjour est de 4 jours et on traite tout le liquide sortant du digesteur, ce qui donne les valeurs suivantes :

- ▶ volume du réacteur : 40 m³
- ▶ débit de la pompe P001 : jusqu'à 500 l/h
- ▶ débit d'aération : jusqu'à 600 Nm³/h

Dans ce scénario, 95 % de l'ammonium est nitrifié mais seulement 33 % est éliminé. Toutefois, il a été montré qu'en stockant cet effluent durant 7 jours on pouvait atteindre plus de 85 % d'élimination de l'azote, comme indiqué par le graphique suivant :

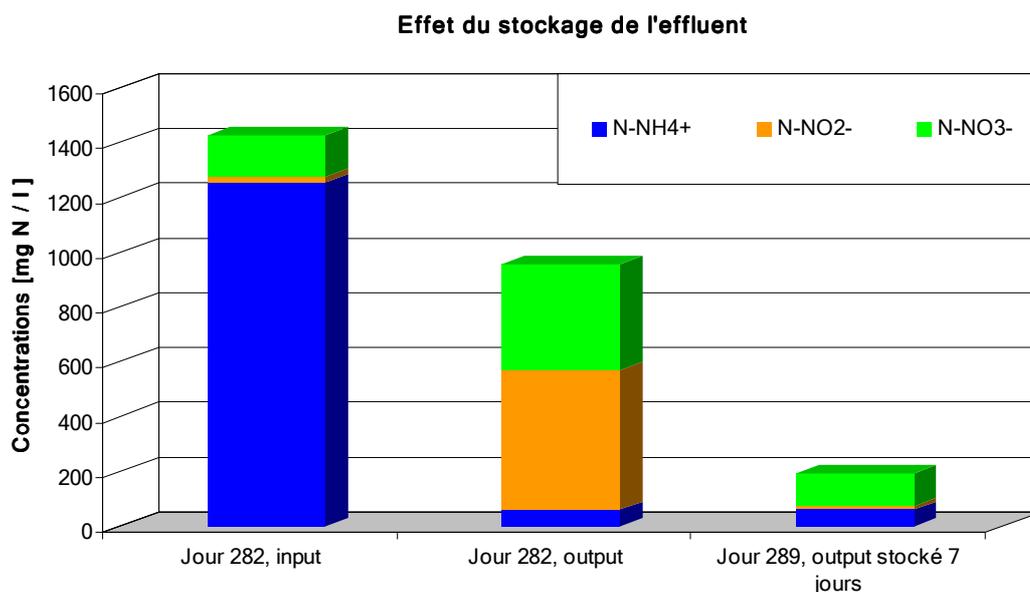


Figure 14-1 : Effet du stockage de l'effluent sur l'azote

Ce graphique montre bien qu'une élimination des nitrites et nitrates a bien lieu lors du stockage de l'effluent. Il faut donc faire attention à ce qu'une transformation de l'ammonium en nitrites / nitrates afin de réduire les nuisances peut avoir comme effet une perte d'azote à cause d'une dénitrification lors du stockage.

14.4 Analyse économique

14.4.1 Coûts d'investissement

Une offre budgétaire a été demandée à la société WABAG pour des installations à l'échelle réelle dont le design imaginé est basé sur le même modèle que le pilote testé à Puidoux. Le réacteur serait en acier émaillé couvert, non isolé, avec une hauteur de 5-6 m et un diamètre de 3-4 m. L'ouvrage serait installé sur une dalle en béton, alors que les équipements annexes seraient disposés dans un container.

Sur la base de la recherche pilote, et dans le but de simplifier au maximum l'installation, les éléments suivants ne sont pas prévus, et donc pas pris en compte dans l'estimation financière :

- ▶ unité de filtration F001 ou centrifugeuse
- ▶ correcteur de pH : cuve B002 et pompe P003
- ▶ système d'aspersion et pompe P002

L'alimentation serait assurée par des pompes à lobes, plus adaptées au digestat à traiter. Le support mobile prévu ici est le même que pour le pilote (Fluopur). Par contre, il est proposé d'opérer l'installation en mode séquentiel (style SBR) en alternant des phases de marche et d'arrêt de l'aération afin d'éviter les difficultés rencontrées pour l'aération et de pouvoir utiliser au mieux le substrat carboné.

Les estimations budgétaires d'investissement, délivrées par WABAG, sans engagement, sont les suivantes :

- ▶ Scénario 1 (réacteur de 60 m³) : CHF 270'000 HT
- ▶ Scénario 2 (réacteur de 30 m³) : CHF 210'000 HT
- ▶ Scénario 3 (réacteur de 40 m³) : CHF 230'000 HT

Pour une installation de biométhanisation de la taille de celle de la famille Martin (400 m³), la taille d'un réacteur pour l'élimination de l'azote se situerait entre 30 et 60 m³, en fonction du rendement désiré. Les coûts de construction d'un tel ouvrage sont estimés entre 210'000 et 270'000 CHF.

14.4.2 Analyse économique

L'analyse économique des 3 scénarios est présentée au tableau suivant :

Tableau 14-1 : Analyse économique

	Scénario 1	Scénario 2	Scénario 3
Coûts d'investissement	270'000	210'000	230'000
Aération [m ³ /h]	600	300	600
Débit [m ³ /h]	0.42	0.21	0.42
Amortissement et remboursement (10 ans, 5%)	27'200	21'200	23'200
Réparations (2%)	5'400	4'200	4'600
Consommation électrique	12'400	6'200	12'400
Assurances (0.5%)	1'350	1'050	1'150
Personnel (1.5 h / semaine)	3'900	3'900	3'900
TOTAL	50'250	36'550	45'250
par m³ traité	13.8	20.0	12.4

Si on compare les coûts par m³ avec les valeurs trouvés dans la bibliographie [Bakx et al., 2009], elles montrent un coût entre 17 et 26 CHF / m³ pour une installation de même taille mais construite selon la technique classique de traitement biologique des eaux usées (bassin nitrification, bassin dénitrification, phase de décantation). Les coûts par m³ pour le scénario 2 sont plus élevés. La capacité de traitement n'est que la moitié de celle des autres scénarios, mais les coûts d'investissement ne le sont pas.

14.5 Recommandations pour une installation à l'échelle réelle

Comme expliqué précédemment, plusieurs dysfonctionnements techniques ont perturbé la bonne tenue de l'expérimentation et des solutions ont été élaborées pour les minimiser. Les recommandations suivantes peuvent alors être émises :

- ▶ Il est important de prévoir un diamètre des canalisations suffisant, afin de permettre la bonne circulation du digestat sans risque de blocage. De plus, les éventuels équipements présentant un diamètre inférieur doivent être facilement nettoyables et faire l'objet d'une attention particulière. Il semble également adéquat de prévoir un système pour nettoyer régulièrement la tuyauterie (rétro-lavage ou air comprimé).
- ▶ L'intrant à traiter s'épaissit à des températures basses (0-5°C) et peut geler si le mercure descend en dessous de 0°C. Une isolation suffisante, voire un chauffage des éléments extérieurs paraissent alors capitaux.
- ▶ Les pompes utilisées doivent être adaptées au matériau transporté et particulièrement à son caractère épais et abrasif. De plus, il est important de pouvoir disposer d'un flux constant. Il a été constaté ici que les pompes à vis excentriques ne répondent pas à ces critères, contrairement aux pompes péristaltiques.
- ▶ Les détecteurs de niveau se déclenchant en fonction de la conductivité du liquide ont tendance à se salir et à ne pas être fiables avec le digestat traité. Pour les niveaux de liquide, il semble que les détecteurs mesurant la pression due à la hauteur de la colonne de liquide paraissent parfaitement adaptés.
- ▶ Naturellement, il est capital de disposer d'un filtre parfaitement hermétique, retenant de manière efficace le support mobile à l'intérieur du réacteur.
- ▶ Aucune sonde de mesure de la concentration en oxygène dissout testée n'a fourni de données fiables concernant le liquide réactionnel alors qu'elles fonctionnaient correctement avec de l'eau. Il semble alors que la nature du digestat ne permette pas d'effectuer cette mesure

avec des sondes optiques ou analogiques. Par contre, il serait possible d'obtenir une indication indirecte de la concentration en oxygène dissout grâce à la mesure du potentiel redox.

- ▶ Un paramètre positif rencontré lors des expérimentations sur le pilote concerne la faible consommation en électricité ainsi que l'absence de nécessité de produits chimiques (correcteur de pH et source de carbone)

La majorité des difficultés citées ci-dessus est due à la concentration importante en matière sèche particulière qui est très corrosive et a tendance à décanter. En effet, cette matière gêne les mesures, bouche les tuyaux, abîme les pompes et est certainement la cause des difficultés rencontrées pour oxygéner correctement le milieu réactionnel. La centrifugation préalable du digestat permettrait d'éviter ces désagréments mais les coûts engendrés ne sont pas compatibles avec les impératifs d'une installation agricole.

En effet, dans le domaine agricole, la priorité est de disposer d'une installation aussi simple et économique que possible, alors qu'il n'est pas nécessaire d'obtenir des rendements maximaux ou parfaitement stables. Au contraire, dans le domaine industriel, la complexité et les coûts sont moins rédhibitoires. L'élément recherché est la performance optimale et constante du procédé, ce qui peut nécessiter plusieurs modifications techniques, entre autres :

- ▶ Le prétraitement de l'intrant par filtration, centrifugation ou dilution permettant de réduire les désagréments liés à la matière solide et facilitant le transfert d'oxygène
- ▶ L'ajout d'une source de carbone peut favoriser de bons rendements pour la dénitrification
- ▶ L'utilisation d'appareils de mesures fiables et précis (oxygène dissout, pH, ...) est nécessaire pour s'assurer que les conditions opératoires sont invariables

14.6 Comparaison avec d'autres techniques de traitement d'azote (ammoniacal)

Le tableau 14-2 à la page suivante compare la technique de traitement de l'azote ammoniacal développée dans ce projet de recherche avec d'autres techniques, ceci pour des capacités de traitement de 2'500 et 5'000 m³ /an de digestat. Ces capacités correspondent à des installations de biogaz de taille petite / moyenne.

Le coût du traitement du digestat pour ces autres techniques, selon [Bakx et al., 2009], se trouve systématiquement au-dessus de celui du traitement biologique à biofilm sur support mobile. En effet, les techniques capables de conserver et concentrer l'azote ne s'avèrent pas rentables pour une installation de biogaz de taille petite / moyenne. Elles le sont pour des capacités de traitement beaucoup plus importantes, à une échelle industrielle donc.

Lorsque l'élimination totale de l'azote n'est pas souhaitée, les exploitants d'installation de biogaz petite/moyenne peuvent toutefois avoir recours à un système rentable de traitement par voie biologique pour une partie seulement du digestat.

On remarque également, que comme évoqué dans le paragraphe 14.4.2, les coûts de traitement du système à biofilm sur support mobile sont également inférieurs à ceux des systèmes de traitement biologique traditionnels, et ce, même en incluant les coûts d'un séparateur de phase.

Tableau 14-2 : Comparatif de techniques de traitement d'azote (ammoniacal) [Bakx et. al., 2009]

Technique	Frais de traitement à une capacité de :		Avantages	Inconvénients
	2'500 m ³ /an [CHF / m ³]	5'000 m ³ /an [CHF / m ³]		
Filtration membranaire	51.60	35.70	Production d'un concentré de fertilisants Réduction quantité de digestat à stocker	Coûts d'investissement élevés Technique complexe multi-étapes Consommation d'énergie élevée
Strippage d'ammoniac	32.74	26.60	Réduction contenu en ammonium Réduction contrôlable Production d'un engrais minéral simple (sulfate d'ammonium)	Consommation d'énergie Risque bouchage du garnissage Utilisation de produits chimiques
Précipitation de struvite	46.50	-	Production d'un fertilisant qui contient également du phosphate Procédé simple et fiable	engrais azote-phosphate à répartition 1 : 1 peu recherché Consommation en produits chimiques assez élevée Selon répartition entre P et N il est nécessaire d'ajouter du P minéral pour la réaction de précipitation
Évaporation / condensation	31.70	-	Technologie standard Production d'un fertilisant concentré	Consommation importante de chaleur
Traitement biologique "classique"	26.30	17.30	Facilité d'opération	Pas de conservation d'azote Consommation assez importante d'énergie
Traitement biologique à biofilm sur support mobile	CHF 16.50 (capacité de traitement de 3'600 m ³ / an, y compris séparateur de phases)		Facilité d'opération	Pas de conservation d'azote Consommation assez importante d'énergie

15. Conclusions

Au regard de la recherche pilote, il apparaît que la technique utilisée est efficace et que le processus est relativement stable. De plus, la simplicité désirée pour l'installation est renforcée par l'absence de prétraitement de l'intrant, d'ajout de source de carbone externe et de correcteur de pH. De plus, tout le traitement biologique est concentré dans un seul réacteur. Toutefois, il faut garder à l'esprit que l'on ne traitait que la partie liquide du digestat, celui-ci étant au préalable séparé grâce à une presse à vis.

La présente étude proposait alors de tester ce processus à l'échelle pilote, afin d'évaluer la transférabilité de la technique à l'échelle réelle et de déterminer les paramètres opératoires. Les résultats obtenus sont les suivants :

- ▶ Il est possible d'obtenir de hauts taux de nitrification et de dénitrification sans prétraiter le digestat ni ajouter de source de carbone
- ▶ Les réactions biochimiques sont extrêmement sensibles au taux d'oxygénation, qui pour sa part est très sensible aux caractéristiques du liquide dans le réacteur, telles que le taux de matière sèche. Il complique passablement la tenue simultanée de la nitrification et de la dénitrification
- ▶ Un temps de résidence hydraulique minimum de 4 jours permet de transformer plus de 90% de l'ammonium et d'en éliminer 85%

On peut dès lors affirmer qu'il est possible d'adapter ce procédé à l'échelle réelle. Le présent travail permet d'estimer les paramètres opérationnels (TRH, aération, ...) et fournit des bases pour le dimensionnement d'une installation de taille réelle, pour autant que l'on fixe précisément les objectifs concernant les taux de nitrification et d'élimination de l'azote.

Toutefois, afin de transférer cette technique à l'échelle réelle, il serait opportun d'effectuer des améliorations sur certains aspects techniques, afin d'optimiser les performances. Les sujets méritant une optimisation sont notamment le type d'aération (particulièrement l'influence d'une aération alternée), la mesure de l'oxygène dissout et le support mobile.

Le procédé d'élimination de l'azote, testé ici sur une installation agricole, paraît parfaitement transférable à d'autres types d'effluents chargés en ammonium. Par exemple, les déchets ménagers présentent de grands problèmes relatifs à l'ammoniac et une étude ultérieure pourrait permettre de démontrer l'efficacité du processus sur de tels déchets.

Les coûts de traitement par m³ du système sont bien en dessous des valeurs pour les systèmes de traitement biologique traditionnels.

Bibliographie

Bakx T., Membrez Y., Mottet A., Joss A., Boehler M., *État de l'art des méthodes (rentables) pour l'élimination, la concentration ou la transformation de l'azote pour les installations de biogaz agricoles de taille petite / moyenne*, rapport final, OFEN projet 153470, 2009.

Brethaut Y., Gremaud D., Margot J., *Traitement de l'ammonium du lisier digéré après biométhanisation*, rapport final « design project », EPFL, 2007.

Dégremont, *Memento Technique de l'Eau*, dixième édition, 2005.

Etter B., Sciacca F., Spuhler D., Holliger C., Gonzáles Gil G. , *Dimensioning a pilot scale installation for nitrogen removal from manure digester liquor*, rapport final « design project », EPFL, 2008.

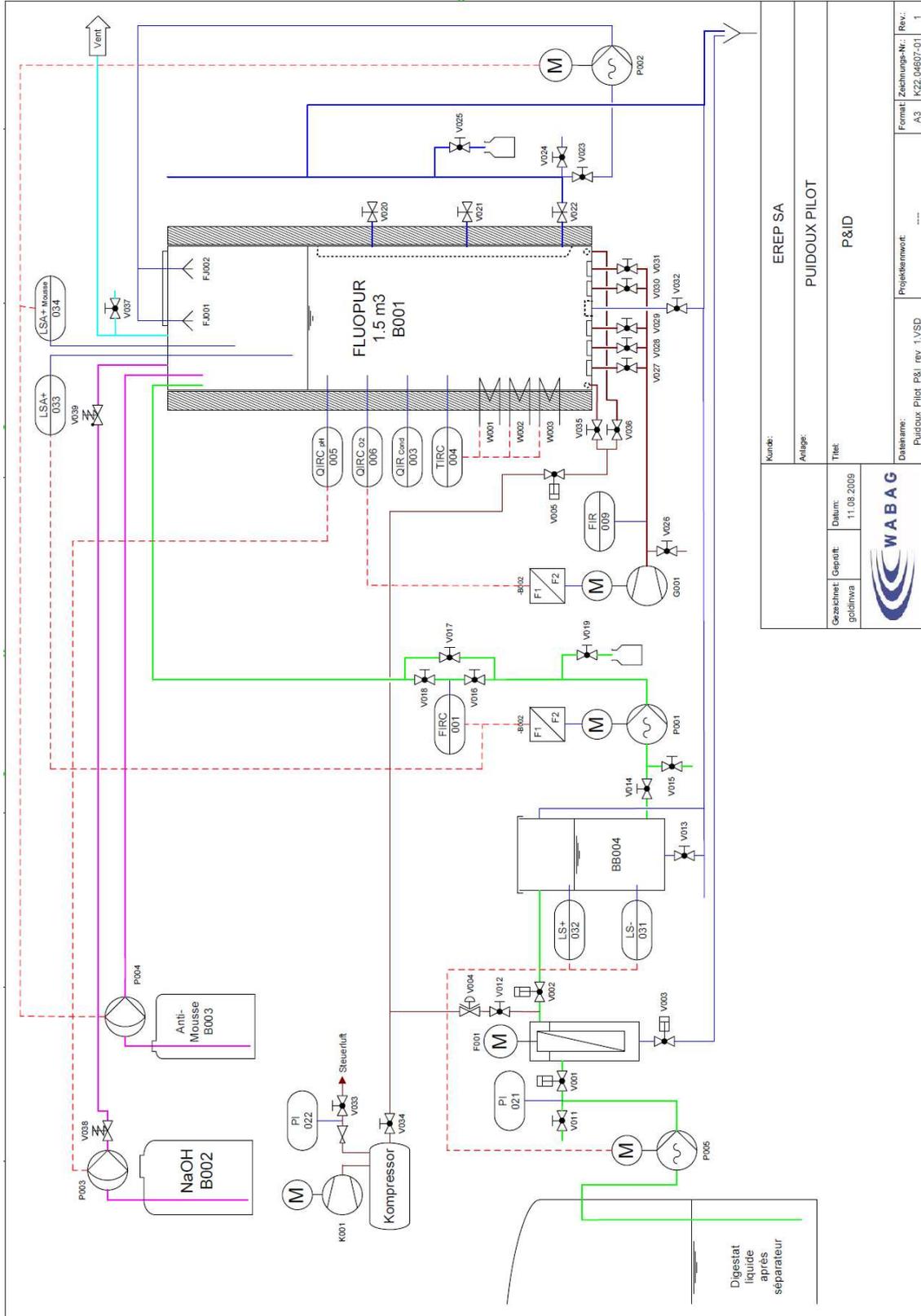
Fruteau H., Membrez Y., Dovat J., Tacchini C., Villegas J., Holliger C. , *Développement d'un concept combiné de production de biogaz et d'élimination de l'ammoniac appliqué aux effluents agricoles*, OFEN projet 101290, 2007.

Lemmens, *Best Beschikbare Technieken (BBT) voor mestverwerking*, 3^{ième} édition, 2007.

Riet, Klaas van 't, Johannes Tramper, *Basic bioreactor design*, 1991.

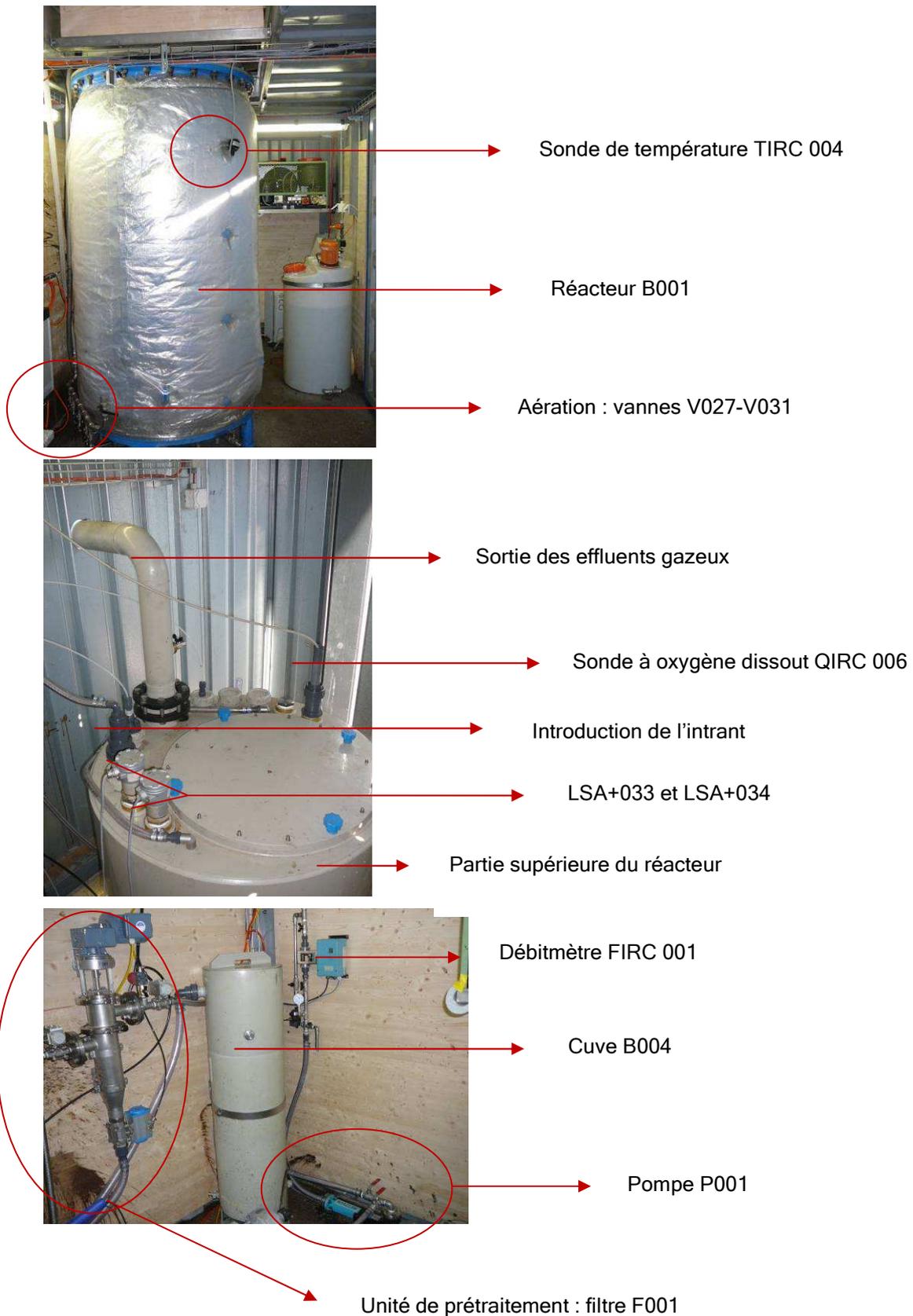
Agroscope, Agridea, Revue Suisse d'agriculture, BDF-GCH 2009 Données de base pour la fumure des grandes cultures et des herbages, Vol. 41 - N°1, Janvier-Février 2009.

Annexe 1. Schéma de l'installation

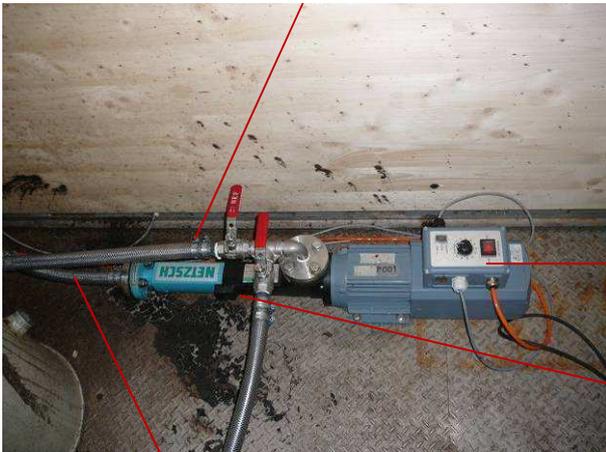


Kunde:		EREP SA	
Anlage:		PUIDOUX PILOT	
Titel:		P&ID	
Gezeichnet:	Datum:	Projektname:	
goldimya	11.08.2009	Puidoux_Pirot_P&I_rev_1.VSD	
		Format:	Zeichnungs-Nr.:
		A3	K22.04607-01
		Rev.:	1

Annexe 2. Photos de l'installation pilote



Valve V014 : aspiration de l'intrant non-dilué



Pompe P001

Valve V015 : aspiration de l'intrant dilué

Refoulement : tuyau d'introduction de l'intrant

Pompe P004 : introduction du produit anti-mousse



Pompe P003 : introduction du correcteur de pH

Cuve B002 : stock de correcteur de pH (NaOH)

Cuve B003 : stock de produit anti-mousse

Annexe 3. Taux de nitrification, de dénitrification et de transformation de l'azote

Jour	Taux nitrification	Taux dénitrification	Transformation N minéral	Transformation N total	TRH théorique	Aération spécifique
49	98.9	67.7	67.0	70.1	10	0.46
53	96.6	54.4	52.7	55.8	10	0.48
56	96.2	52.0	50.2	58.3	10	0.59
59	95.9	31.5	30.3	43.8	10	0.36
64	96.2	41.1	39.5	45.9	8	0.63
67	95.7	47.7	45.7	52.9	8	0.76
71	95.0	52.6	50.1	55.3	8	1.19
74	95.8	63.8	61.2	55.4	8	1.33
86	95.5	57.6	55.2	51.9	6	3.32
89	95.8	50.7	48.6	52.5	6	2.59
92	95.6	15.0	14.4	17.4	4	2.26
95	95.4	5.6	5.4	12.5	4	2.63
99	94.7	0.0	0.0	18.8	4	2.93
102	94.7	0.0	0.0	19.7	4	1.91
106	95.5	14.4	13.7	18.5	4	0.83
109	95.4	11.4	10.9	21.2	0	0.72
115					0	
120					0	
127	95.5	74.1	70.8	56.5	8	0.16
130	78.2	92.2	73.3	38.6	8	0.87
134	60.1	94.4	57.9	42.0	8	0.75
137	58.0	90.5	53.8	47.6	8	0.71
141	52.2	88.8	47.9	37.5	8	0.74
144	53.7	82.1	46.1	37.0	8	0.68
147	47.1	69.3	36.0	27.5	4	0.57
149	38.2	83.7	35.4	18.8	4	0.78
151	38.7	87.3	35.3	28.6	4	0.96
158	22.5	54.2	13.7	23.1	4	1.32
162	36.5	75.0	32.5	25.0	4	1.11
165	26.9	72.4	24.1	17.0	4	1.00
172	94.9	0.0	0.0	10.4	4	0.97
176	95.0	0.0	0.0	32.5	4	0.49
183	94.8	71.2	67.7	60.5	4	1.03
189	95.1	91.9	87.7	71.6	2	0.46
193	37.6	80.2	33.1	30.9	2	0.60
197	37.7	64.6	28.3	21.1	2	0.86
200	36.6	61.8	25.6	34.0	2	1.06
203	20.8	48.2	13.3	27.6	4	1.81
206	9.0	53.1	10.3	13.3	4	0.61
210	24.4	73.1	20.9	6.2	4	0.69
214	20.4	64.2	16.9	14.9	4	0.68
217	17.8	56.6	14.2	19.6	4	0.74
220	21.0	73.8	19.5	90.9	4	0.93
224	28.8	91.3	30.5	15.6	4	0.88
232	95.1	23.2	22.2	12.9	4	1.66
235	95.2	12.0	11.5	31.6	4	1.16
238	95.5	27.7	26.6	32.2	4	0.99
241	95.4	40.3	38.6	38.0	4	0.92
247	84.8	92.1	79.6	46.9	4	0.86
253	82.4	91.5	76.9	32.5	4	0.87
259	40.2	83.3	37.4	18.8	4	0.98
263	33.9	77.4	30.9	21.4	4	0.91
270	43.6	67.9	34.3	23.7	4	1.07
276	50.8	73.6	41.8	23.7	4	1.19
282	95.2	34.2	32.8	39.7	4	1.23
289	90.5	93.1	85.5	52.6	4	0.98

Annexe 4. Tableau récapitulatif des principaux dysfonctionnements rencontrés

Date	Jour	Objet
05.10.2009	0	Démarrage de l'expérimentation, inoculation
09.10.2009	4	Asperseurs bouchés => perte d'environ la moitié du liquide réactionnel
13.10.2009	8	Panne P001 jusqu'au jour 16 (introduction manuelle entre-temps)
13.11.2009	39	Panne P001 jusqu'au jour 51 (introduction manuelle entre-temps)
21.12.2209	77	P005 en panne (stator désséré) et P001 en panne (a tourné à sec)
20.01.2010	107	Alimentation interrompue car canalisations bouchées
20.01.2010	107	pH-mètre défectueux et sonde O2 pas fiable
22.01.2010	109	Depuis jour 77, P005 n'est pas stable et alimentation diminue
25.01.2010	112	Alimentation interrompue car canalisations bouchées
03.02.2010	121	Changement pH-mètre, sonde O2 et P005 (péristaltique avec backwash)
03.02.2010	121	Sonde O2 pas fiable => ajustement manuel aération
09.02.2010	127	Alimentation interrompue car LSA+033 sale
11.02.2010	129	Alimentation interrompue car FIRC bouché
15.02.2010	133	Alimentation interrompue car LSA+033 sale
16.02.2010	134	Alimentation interrompue car FIRC bouché
17.02.2010	135	Alimentation interrompue car P001 usée
19.02.2010	137	Alimentation interrompue car P001 usée
22.02.2010	140	Alimentation interrompue car P001 usée, LSA+033 sale et canalisations bouchées
25.02.2010	143	Présence de Fluopur dans l'outlet => blocage sortie et P002
25.02.2010	143	Changement P001 par péristaltique avec backwash, isolation LSA's
01.03.2010	147	Alimentation interrompue car canalisations bouchées
01.03.2010	147	Présence de Fluopur dans l'outlet => blocage sortie et P002
25.03.2010	171	Depuis jour 147, présence Fluopur dans l'outlet et coupures ponctuelles de l'alimentation
31.03.2010	177	Vidange réacteur pour réparation du filtre
06.04.2010	183	Présence de Fluopur dans l'outlet => blocage sortie et P002
08.04.2010	185	Vidange réacteur pour réparation du filtre
20.04.2010	197	Alimentation interrompue car canalisations bouchées
26.04.2010	203	Asperseurs bouchés => perte d'environ 75% du liquide réactionnel
17.05.2010	224	Alimentation interrompue car fusible central a sauté
25.05.2010	232	Alimentation interrompue car fusible P001 a sauté
28.05.2010	235	Alimentation interrompue car fusible P001 a sauté
31.05.2010	238	Alimentation interrompue car LSA+032 sale
03.06.2010	241	Alimentation interrompue car LSA+032 sale
07.06.2010	245	Alimentation interrompue car fusible P001 a sauté
09.06.2010	247	Alimentation interrompue car LSA+032 sale
11.06.2010	249	Alimentation interrompue car LSA+033 sale
14.06.2010	252	Alimentation interrompue car LSA+032 sale
25.06.2010	263	Alimentation interrompue car LSA+034 sale
28.06.2010	266	Alimentation interrompue car LSA+034 sale
02.07.2010	270	Alimentation interrompue car fusible central a sauté
05.07.2010	273	Alimentation interrompue car fusible central a sauté
12.07.2010	280	Alimentation interrompue car canalisations bouchées
21.07.2010	289	Alimentation interrompue car LSA+034 sale