

Etude d'un réacteur aérobique à culture concentrée couplé à une séparation par micro ou ultra-filtration tangentielle sur membranes minérales. Première approche d'une application en dépollution

Study of an aerobic concentrated culture reactor coupled to separation by crossflow micro- or ultra-filtration through inorganic membranes. Initial approach to a depollution application

B. Lacoste, C. Drakidès and M. Rumeau

Volume 6, Number 4, 1993

URI: <https://id.erudit.org/iderudit/705180ar>

DOI: <https://doi.org/10.7202/705180ar>

[See table of contents](#)

Publisher(s)

Université du Québec - INRS-Eau, Terre et Environnement (INRS-ETE)

ISSN

0992-7158 (print)

1718-8598 (digital)

[Explore this journal](#)

Cite this article

Lacoste, B., Drakidès, C. & Rumeau, M. (1993). Etude d'un réacteur aérobique à culture concentrée couplé à une séparation par micro ou ultra-filtration tangentielle sur membranes minérales. Première approche d'une application en dépollution. *Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science*, 6(4), 363-380. <https://doi.org/10.7202/705180ar>

Article abstract

Urban or industrial waste water organic pollution is most often treated by aerobic biological systems. In this case, commonly used activated sludge plants need large tanks. Membrane bioreactors would give compactness and very high and constant quality effluent. Up to now, organic membranes have been mainly utilized for polishing effluents from conventional secondary treatment. MEMCOR process, using hollow fibers membranes, allows permeate fluxes of 100 l/h.m² for several months under a 1 bar pressure. Chaize (1990), using inorganic membranes for urban waste water treatment, reached high organic and nitrogen removal. Biomass was about 10 to 20 g/l and permeate fluxes of 20 and 28 l/h.m² at 1.1 and 1.4 bar transmembrane pressure with residuals less than 20 ppm COD and SSM and 5 ppm TKN.

Materials and methods :

The pilot studied here combined in the same module a compact bioreactor and a filtration membrane. A synthetic waste water has been treated by crossflow micro or ultrafiltration with aerobic microorganisms and pure oxygen injection. This effluent had a DCOIDBO ratio of 1.5 with very low suspended solid matters (38 mg/l). α -Alumina (pore size : 0.2 μ m) or Zirconium oxide (pore size : 500 Å) inorganic membranes have been used. As membrane fouling is the main weakness of this processes, two treatments have been experimented with both membranes :

1. total biomass recycling without back flush system ;
2. excess biomass draining with back-flush system operating.

Experiments lasted continuously for 3 to 7 days.

Crossflow velocity was about 3.8 m/s, pH was regulated at 7.0 by concentrated sodium hydroxide addition. Heat generated by pumps needed heat exchange with tap water in order to maintain temperature around 30 °C, which was considered optimal for biological reactions.

Permeate COD and nitrogen, biomass Suspended Volatile Matters (SVM) and Suspended Solid Matters (SSM) have been monitored.

Results and discussion :

1) Effluent quality was constant and better than for conventional extended aeration. The two membranes retained the whole of SSM and bacteria, permeate COD was less than 30 mg/l, even under high load conditions (5 to 20 kg COD/kg SVM.d), elimination rates reached 98 % BOD and 97 % COD. Biomass production and oxygen consumption were lower than for high load activated sludge process, tact reported to pure oxygen utilization and unflocculated bacteria predominance. Nitrification remained very low due to short sludge age (< 90 h).

2) Membranes cleaning state at the beginning of the tests didn't modify stabilized permeate fluxes. Particulate fouling predominated with 0.2 μ m membrane, problem solved using back-flush system, but fast slime fouling developed in the first 24 h. Electron microscopy membrane surface examination shown heavy fouling by a biofilm which real composition remains unknown, and by numerous small particles (site range from 0.04 to 0.3 mm).

With total biomass recycling, permeate fluxes were very low for both types of membranes : 15 l/h.m² for 500 Å membrane and 2 l/h.m² for 0.2 μ m membrane. Treatment had to be stopped after only 99 h. Biomass concentration increased up to 32 g/l in 3 days.

When using back flush system and regularly draining excess biomass, better stabilized permeate fluxes could be observed : 35 l/h.m² for 500 Å membrane and 24 l/h.m² for 0.2 μ m membrane. Mean biomass concentration was about 15 g/l.

Enzymatic digestion of slimes on fouled membranes pointed out the role of bacteria colt walls and proteins. These compounds were thought to be produced mainly under substrate limitation conditions. Fouling could thus be avoided by regularly draining excess biomass.

Technology of inorganic membranes is still recent and involves relatively high costs. However, as it may be interesting for some industrial effluents, tests are carried on to confirm those results.

Etude d'un réacteur aérobie à culture concentrée couplé à une séparation par micro ou ultra-filtration tangentielles sur membranes minérales. Première approche d'une application en dépollution

Study of an aerobic concentrated culture reactor coupled to separation by crossflow micro- or ultra-filtration through inorganic membranes. Initial approach to a depollution application

B. LACOSTE¹, C. DRAKIDÈS¹, M. RUMEAU²

Reçu le 10 mars 1992, accepté pour publication le 10 octobre 1993*.

SUMMARY

Urban or industrial waste water organic pollution is most often treated by aerobic biological systems. In this case, commonly used activated sludge plants need large tanks. Membrane bioreactors would give compactness and very high and constant quality effluent. Up to now, organic membranes have been mainly utilized for polishing effluents from conventional secondary treatment. MEMCOR process, using hollow fibers membranes, allows permeate fluxes of 100 l/h.m² for several months under a 1 bar pressure. Chaize (1990), using inorganic membranes for urban waste water treatment, reached high organic and nitrogen removal. Biomass was about 10 to 20 g/l and permeate fluxes of 20 and 28 l/h.m² at 1.1 and 1.4 bar transmembrane pressure with residuals less than 20 ppm COD and SSM and 5 ppm TKN.

Materials and methods :

The pilot studied here combined in the same module a compact bioreactor and a filtration membrane. A synthetic waste water has been treated by crossflow micro or ultrafiltration with aerobic microorganisms and pure oxygen injection. This effluent had a DCO/DBO ratio of 1.5 with very low suspended solid matters (38 mg/l). α -Alumina (pore size : 0.2 μ m) or Zirconium oxide (pore size : 500 Å) inorganic membranes have been used. As membrane fouling is the main weakness of this processes, two treatments have been experimented with both membranes :

1. total biomass recycling without back flush system ;
2. excess biomass draining with back-flush system operating.

Experiments lasted continuously for 3 to 7 days.

Crossflow velocity was about 3.8 m/s, pH was regulated at 7.0 by concentrated sodium hydroxide addition.

1. Laboratoire de Génie des Procédés, Case 056, Université Montpellier II, Sciences et Techniques du Languedoc, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier Cedex 05, France.
2. ENSUT, BP 5085, Case 19, Dakar (Sénégal).

* Les commentaires seront reçus jusqu'au 29 juin 1994.

Heat generated by pumps needed heat exchange with tap water in order to maintain temperature around 30 °C, which was considered optimal for biological reactions.

Permeate COD and nitrogen, biomass Suspended Volatile Matters (SVM) and Suspended Solid Matters (SSM) have been monitored.

Results and discussion :

1) Effluent quality was constant and better than for conventional extended aeration. The two membranes retained the whole of SSM and bacteria, permeate COD was less than 30 mg/l, even under high load conditions (5 to 20 kg COD/kg SVM.d), elimination rates reached 98 % BOD and 97 % COD. Biomass production and oxygen consumption were lower than for high load activated sludge process, fact reported to pure oxygen utilization and unflocculated bacteria predominance. Nitrification remained very low due to short sludge age (< 90 h).

2) Membranes cleaning state at the beginning of the tests didn't modify stabilized permeate fluxes. Particulate fouling predominated with 0,2 µm membrane, problem solved using back-flush system, but fast slime fouling developed in the first 24 h. Electron microscopy membrane surface examination shown heavy fouling by a biofilm which real composition remains unknown, and by numerous small particles (size range from 0.04 to 0.3 µm).

With total biomass recycling, permeate fluxes were very low for both types of membranes : 15 l/h.m² for 500 Å membrane and 2 l/h.m² for 0.2 µm membrane. Treatment had to be stopped after only 99 h. Biomass concentration increased up to 32 g/l in 3 days.

When using back flush system and regularly draining excess biomass, better stabilized permeate fluxes could be observed : 35 l/h.m² for 500 Å membrane and 24 l/h.m² for 0.2 µm membrane. Mean biomass concentration was about 15 g/l.

Enzymatic digestion of slimes on fouled membranes pointed out the role of bacteria cell walls and proteins. These compounds were thought to be produced mainly under substrate limitation conditions. Fouling could thus be avoided by regularly draining excess biomass.

Technology of inorganic membranes is still recent and involves relatively high costs. However, as it may be interesting for some industrial effluents, tests are carried on to confirm these results.

Key-words : *crossflow micro and ultrafiltration, inorganic membranes, waste water treatment, activated sludge, membrane fouling, bioreactor, aerobic concentrated culture.*

RÉSUMÉ

La réduction de la pollution organique des eaux usées, urbaines ou industrielles, fait le plus souvent appel à des procédés biologiques anaérobies ou aérobies. Dans ce dernier cas, les procédés à boues activées sont parmi les plus courants mais nécessitent de grands volumes de bassins.

Les bioréacteurs à membranes présentent l'avantage de la compacité et permettent l'obtention d'un effluent de très bonne qualité, constante, même à très forte charge.

Le système étudié ici est un bioréacteur faisant corps avec le module de filtration utilisé, avec injection d'Oxygène dans la boucle, supprimant ainsi tout bassin conventionnel. Une eau usée synthétique y est traitée en aérobiose sur membranes minérales à une température de 30 °C, soit par ultrafiltration à 500 Å, soit par microfiltration à 0,2 µm.

Le problème de l'encrassement des membranes est étudié et certains de ses mécanismes en présence d'une biomasse concentrée sont mis en évidence. L'encrassement est évitable en utilisant un décolmatage à flux inverse et en pratiquant des purges de boues régulières. La qualité de l'effluent obtenu en sortie est en tout point comparable ou supérieure à celle d'une station à boues activées travaillant en aération prolongée. La comparaison n'inclut pas les aspects économiques, et la nitrification est incomplète.

Mots clés : microfiltration, ultrafiltration tangentielle, membranes minérales, traitement des eaux usées, bioréacteur, encrassement, colmatage, culture aérobic concentrée, boue activée.

1 - INTRODUCTION

La dépollution des eaux usées à dominante organique, urbaines ou industrielles, fait essentiellement appel actuellement aux boues activées et nécessite de vastes bassins. De nombreux auteurs ont compris l'intérêt de travailler à forte charge en utilisant des bioréacteurs à membranes qui présentent l'avantage de la compacité et permettent l'obtention d'un effluent de bonne qualité.

Le traitement des eaux usées par ce procédé n'a fait l'objet que de peu d'études et réalisations. Différents systèmes ont été développés, utilisant principalement les membranes organiques. Ces procédés sont situés la plupart du temps en aval du traitement secondaire, filtrant les eaux de décantation ou en sortie de biofiltre. Ainsi, on peut citer la station d'épuration de l'Ohte Center Building à Tokyo (AUDIC *et al.*, 1986) ou encore le système « UBIS® »¹ qui, associant un réacteur à boues activées à un module d'ultrafiltration « PLEIADE » (ROULLET, 1987 ; LAMBERT, 1983), traite et régénère les eaux usées provenant des cuisines, lavabos et toilettes. L'eau est réutilisée dans les chasses d'eau des immeubles. Ce système traite 100 m³/j avec 34 m² de membranes. Tous les virus et bactéries sont arrêtés par les membranes, la teneur en MES en sortie est inférieure à 1 mg/l, la DCO chute de 89 à 12 ppm. Le procédé MEMCOR® utilise des membranes creuses en polypropylène de 0,2 µm de diamètre de pores et permet l'obtention de densités de flux de filtrat de plus de 100 l/h.m² pendant des mois à des pressions transmembranaires inférieures à 1 bar (LANGLAIS *et al.*, 1992 ; KOLEGA *et al.*, 1990). YAMAMOTO *et al.* (1989) ont pu maintenir un flux stable pendant 80 à 120 jours en couplant des membranes organiques en polyéthylène d'une taille de pores de 0,1 µm et des boues activées à faible charge. La densité de flux au plateau ne dépasse cependant pas la valeur de 2,5 l/h.m² pour une pression transmembranaire de 0,5 bar. CHAIZE (1990), couplant boues activées et membranes organiques ou membranes minérales pour le traitement d'eaux résiduaire urbaines, obtient un bon rendement épuratoire pour la pollution carbonée et azotée (niveaux f et NK3). La teneur

1. Ultra Biological System (Rhône-Poulenc).

en biomasse est de 10 à 20 g/l, les flux de filtrat restent cependant faibles, entre 20 et 28 l/h.m² pour des pressions respectives de 1,1 et 1,4 bar. BOUILLOT (1988), utilisant des membranes minérales CARBOSEP pour l'épuration d'eau usée a obtenu un rendement en épuration allant de 92 à 97 %. Elle note que l'encrassement est dû à l'augmentation de la concentration cellulaire et à un relargage de composés visqueux.

Ces travaux montrent la possibilité d'un traitement d'eau usée par biomasse concentrée associée à une séparation sur membrane. Les rendements épuratoires sont excellents et la qualité de l'effluent constante en dépit des variations de charge massique.

Pour limiter l'encrassement des membranes, les différents auteurs (CABASSUD, 1986 ; RIOS et FREUND, 1989) notent qu'il est important de travailler avec une pression transmembranaire n'excédant pas 2 bars et avec une vitesse tangentielle élevée (> 3 m/s).

Cependant, le système de filtration constitué par la membrane est toujours utilisé comme alternative au bassin de décantation classique des stations d'épuration, à la sortie du bioréacteur. Afin de disposer d'un bioréacteur encore plus compact, un nouveau système dans lequel le bioréacteur est intégré à la boucle de filtration, supprimant ainsi tout bassin conventionnel, a été développé. Nous avons employé des membranes minérales apparues récemment, et plus résistantes que les membranes organiques.

Les problèmes soulevés concernent principalement l'encrassement très rapide des membranes, problème important nuisant à la rentabilité économique du procédé. Certains facteurs responsables de l'encrassement *en présence d'une biomasse concentrée ont été mis en évidence en comparant les traitements avec recyclage total ou non de biomasse*. Nous avons souligné la nécessité de pratiquer des purges de boues régulières pour éviter la baisse inexorable du flux de filtrat, contrairement à BOUILLOT (1988) qui préconise le recyclage total de biomasse. En l'absence de purges, la quantité de boues croît jusqu'à une valeur importante (MES > 40 g/l) et il apparaît un phénomène d'autorégulation de la biomasse. Les performances du bioréacteur à membrane ont été comparées à celles d'un procédé classique à boues activées travaillant à forte charge, comparaison qui exclut pour l'instant les contraintes économiques.

2 - MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1 Matériel

Le schéma du pilote des essais est représenté figure 1. Il s'agit d'un système compact ne comportant pas de cuve de fermentation distincte. Ce choix a été fait dans l'intérêt du concept. Ce sont les canalisations en PVC qui constituent le bioréacteur d'un volume de 2,2 l. La pompe d'alimentation est

une pompe centrifuge à canal latéral SIHI AOL 1201. Elle permet la mise sous pression de la boucle de rétentat. La pompe de circulation est une pompe centrifuge SOMÉFLU HMI-N 25/120 qui assure une vitesse tangentielle maximum de 3,8 m/s au niveau de la membrane. Des by-pass permettent le réglage du débit et de la pression délivrés par ces pompes. La boucle de rétentat est fermée, seules des purges périodiques permettent l'élimination des boues accumulées lors d'un essai de traitement d'eau usée. Nous avons choisi des membranes minérales regroupées dans un élément filtrant multicanal (19 canaux) SCT¹, soit en alumine α de taille de pore 0,2 μm (que nous désignerons par membrane M_1), soit en oxyde de zirconium de taille de pore 500 Å (membrane M_2). Leur seuil de coupure nous permet d'arrêter la majeure partie des MES ainsi que les bactéries nécessaires à l'épuration.

La composition de l'effluent synthétique est donnée par le tableau 1. Il comporte une fraction carbonée (sucres, protéines, vitamines) avec un rapport DCO/DBO = 1,5 et une fraction minérale apportant les principaux éléments nécessaires à la croissance bactérienne. L'eau du réseau (préfiltrée à 0,2 μm) et le substrat concentré (50 fois) sont introduits par 2 pompes distinctes. La teneur en MES est très faible (38 mg/l). Nous nous sommes volontairement placés dans un cas difficile de traitement sur membrane (effluent soluble). Un traitement conventionnel de ce type d'effluent aurait par ailleurs connu une mauvaise décantation.

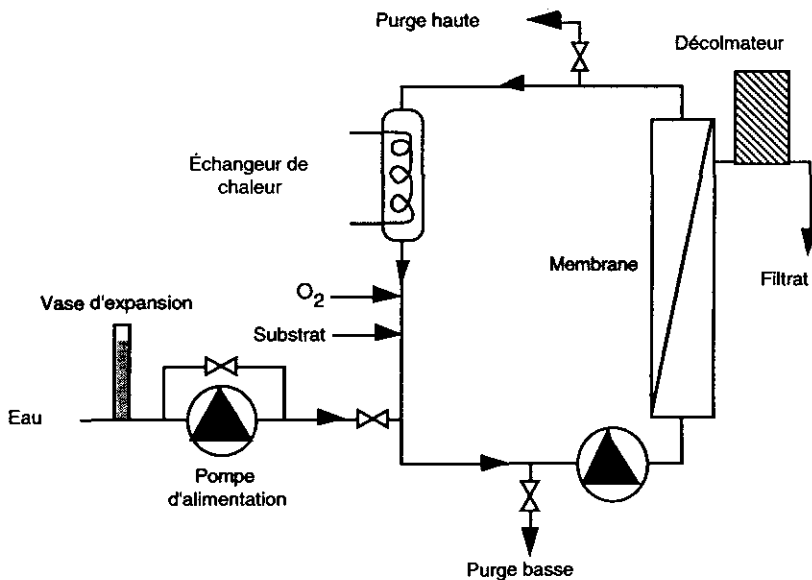


Figure 1 Schéma du bioréacteur à membrane.
Scheme of membrane bioreactor.

1. Société des Céramiques Techniques, 65 Tarbes.

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre TACUSSEL PHIT/S et d'une électrode INGOLD Xérolyt. Un régulateur ajuste le pH à 7 par addition de soude 0,5 M lorsque l'on se trouve en dessous de cette valeur. L'oxygène dissous est régulé à une valeur de 10 mg/l par injection d'oxygène pur gazeux. L'oxymètre utilisé est un WTW OXI 96 avec une sonde à oxygène dissous pouvant supporter une pression de 10 bars.

Tableau 1 Composition de l'eau usée synthétique (DCO = 600 mg/l – DBO₅ = 430 mg/l – NTK = 66,2 mg/l – MES = 38 mg/l).

Table 1 Synthetic wastewater composition (COD = 600 mg/l – BOD₅ = 430 mg/l – NTK = 66,2 mg/l – SSM = 38 mg/l).

Amidon	180 mg/l	(NH ₄) ₂ HPO ₄	22 mg/l
Peptone	180 mg/l	NH ₄ CL	36 mg/l
Glucose	160 mg/l	FE ₂ (SO ₄) ₃	4 mg/l
Extrait de levure	40 mg/l	MGCL ₂ , 6 H ₂ O	8 mg/l
Lait en poudre	40 mg/l	KCL	8 mg/l

L'énergie calorifique apportée par les pompes nécessite l'emploi d'un échangeur de chaleur qui permet de maintenir une température voisine de 30 °C, optimale par ailleurs pour les réactions biologiques. La température est mesurée avec une thermistance GULTON.

Un système de décolmatage pneumatique par flux inverse SCT opère toutes les 2 mn pendant 1,5 s.

2.2 Méthodes

2.2.1 Analyses

Les mesures effectuées aux différents points de prélèvement sont portées tableau 2. La DBO₅ n'a été suivie qu'occasionnellement pour le filtrat, de même que le taux de MES en sortie, constant et quasi nul. Seuls l'azote et la DCO sont déterminés régulièrement pour le filtrat. La quantité de boues est représentée par les MES et la biomasse par les MVS.

Tableau 2 Mesures effectuées pour le suivi des réactions biologiques (X : suivi régulier – O : suivi occasionnel).

Table 2 Measures carried out to monitor biological reactions (X : regular – O : occasional).

	Alimentation	Filtrat	Boues
DBO ₅		O	
DCO	X	X	
MES	X	O	X
MVS			X
Nitrates		X	
Nitrites		X	
Ammonium		X	

La DCO est analysée par colorimétrie à l'aide d'un spectrophotomètre HACH, modèle DR/3. Il s'agit de micro-DCO portant sur un échantillon de 2 ml.

Le dosage de l'ammonium a été réalisé par colorimétrie (colorimètre AQUALYTIC AL 200 et réaction de Nessler), ainsi que le dosage des nitrites (AQUALYTIC AL 200 et réaction naphtylamine - acide sulfonique) et celui des nitrates (spectrophotomètre HACH DR/3 et méthode par réduction au cadmium). Les MES et MVS ont été déterminées par filtration de l'effluent sur filtres sans cendre PROLABO. La DBO₅ a été mesurée par méthode manométrique (DBO-mètre WTW BSB 602).

2.2.2 Essais de traitement d'eau usée synthétique

L'ensemencement bactérien est réalisé à partir d'une boue activée provenant de la station d'épuration de Montpellier. Avant chaque essai, le bioréacteur est rempli manuellement par un orifice haut avec la boue préalablement concentrée jusqu'à une teneur en MES d'environ 10 g/l, puis les pompes et les différents capteurs sont mis en route ainsi que les régulations de pH, de température et d'oxygène dissous. La pression transmembranaire (pression relative) est de 1 ou 2 bars selon les essais. L'eau de dilution du substrat provient du réseau. Les tests se font à pression constante. Des prélèvements réguliers de boues sont opérés afin de mesurer les MES et MVS. Après chaque test, le pilote est d'abord rincé à l'eau additionnée de chlore pendant 20 mn puis rincé à l'eau du réseau préfiltrée à 0,2 µm pendant 20 mn. Le traitement d'une eau usée synthétique a été suivi sur 3 à 7 jours, durée limitée par les difficultés d'alimentation.

2.2.3 Attaque enzymatique du dépôt d'une membrane encrassée

Pour étudier quelques composés responsables de l'encrassement des membranes, 2 tests ont été réalisés à l'issue desquels la membrane M₁ encrassée a été sommairement rincée à l'eau du réseau puis trempée dans une série de solutions enzymatiques à 25 °C pendant un temps et à un pH fonctions de l'enzyme utilisé (*tableau 4*). Après chaque trempage, le flux de filtrat a été mesuré avec de l'eau du réseau (préfiltrée à 0,2 µm). Le premier test a été réalisé à la suite d'un traitement n'utilisant pas le décolmatage et sans pratiquer de purges régulières de boues. Le deuxième test a été réalisé à la suite d'un traitement utilisant le décolmatage et pendant lequel des purges régulières de boues ont été pratiquées.

En fonction des composés d'origine bactérienne susceptibles d'encrasser la membrane, les enzymes suivants ont été utilisés :

Polypeptidases :

- trypsine type II de pancréas de porc, (SIGMA T 8128)
- leucine aminopeptidase (cytosol) de rein de porc, (SIGMA L 9876)
- carboxypeptidase A de pancréas de bœuf, (SIGMA C 0261)

Coupure des parois bactériennes :

- lysozyme de blanc d'œuf de poulet, (SIGMA L 6876)

Hydrolyse de certaines capsules bactériennes :

– pectinase d'*Aspergillus niger* (contenant des traces de protéases), (SIGMA P 5146)

3 - RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les densités de flux indiquées sont toutes ramenées à 1 bar. Il s'agit de flux nets, la quantité de perméat renvoyée périodiquement par le décolmateur (soit dans notre cas 15 l/h.m²) ayant été déduite. Nous avons considéré que lorsque l'on réinjectait 50 % des flux transférés, il n'était plus opportun de poursuivre les essais. La température était constante et d'environ 30 °C dans tous nos essais. Toutes les pressions indiquées sont des pressions transmembranaires.

3.1 Fonctionnement avec recyclage total de biomasse

Le suivi du système pour les 2 essais de traitement d'eau usée est donné figure 2. Les valeurs initiales à 1 bar mesurées à l'eau du réseau préfiltrée à 0,2 µm (à 20 °C) sont de 1 300 l/h.m² pour la membrane M₁ et de 700 l/h.m² pour la membrane M₂. La pression transmembranaire est de 2 bars pour M₁ et M₂. Les densités de flux indiquées sont ramenées à 1 bar. Les courbes de résultats ne sont exploitables qu'à partir d'un temps de latence d'environ 24 h, correspondant à la mise en route du système.

La température du rétentat dans la boucle étant de 20 °C en début d'expérience, il est possible de comparer les densités de flux immédiatement après la mise en route avec celles de la membrane « propre ». On observe un encrassement immédiat dès le remplissage du pilote avec les boues faisant chuter la perméabilité de 95 à 97 %. Les deux membranes se comportent différemment. Plus élevé à l'origine, le flux relatif à M₁ augmente puis chute brusquement pour se situer en dessous de 5 l/h.m² au plateau. Avec M₂, on observe aussi une décroissance rapide du flux mais très limitée dans le temps, le flux baissant ensuite très progressivement de 20 à 13 l/h.m² en 96 h. Les flux de filtrat restent faibles pour les 2 membranes. Du fait des très faibles valeurs constatées, les essais ont été interrompus au bout de 66 h pour la membrane 0,2 µm et de 99 h pour la 500 Å. L'augmentation de la densité de flux constatée le premier jour pour la membrane M1 peut s'expliquer par la mise en route du système : remplissage manuel de la boucle de rétentat et passage d'une vitesse de circulation nulle à une vitesse de 3,5 m/s, associé à une dilution de la boue.

Après une période de latence de 24 h pour M₂ et très courte pour M₁, la biomasse croît par paliers. La vitesse maximale d'augmentation de la biomasse est observée entre 24 et 48 h pour M₁ et 42 et 72 h pour M₂. Le temps minimal de doublement de la biomasse est d'environ 48 h dans les deux cas.

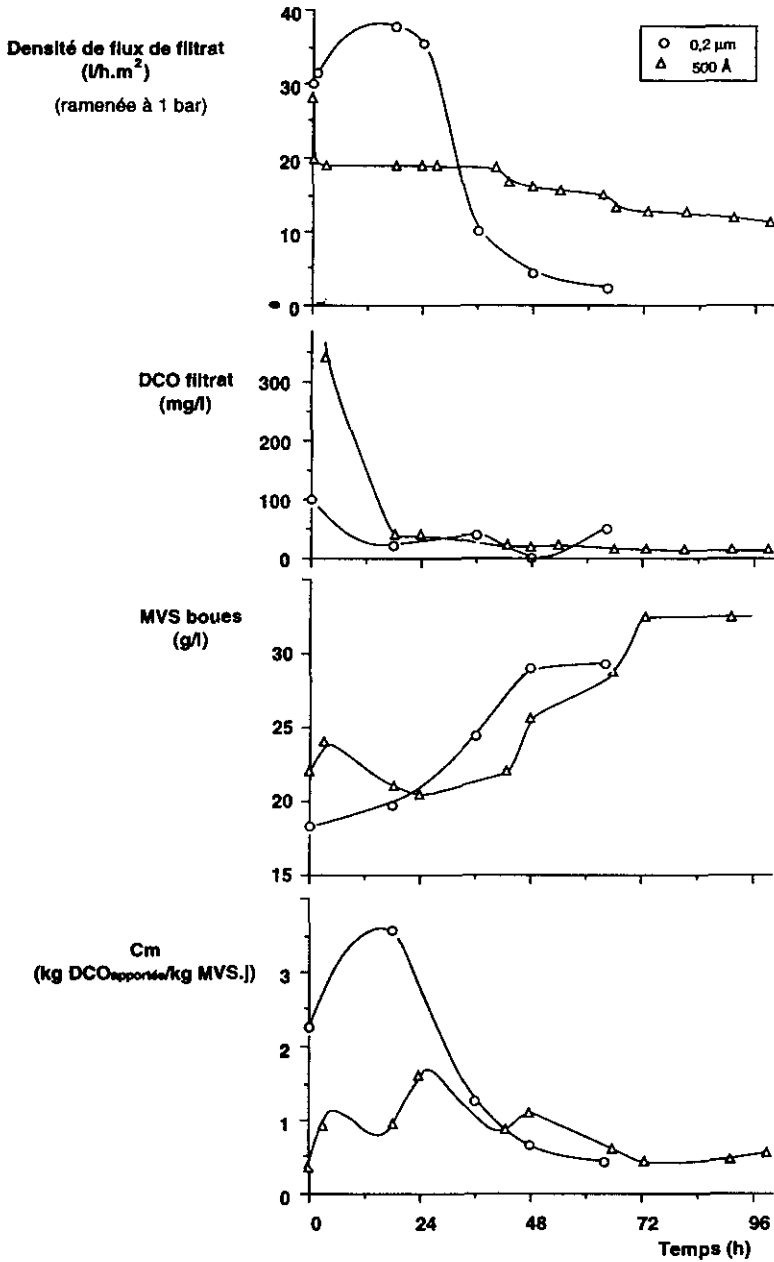


Figure 2 Suivi du flux de filtrat, de la DCO du filtrat, des MVS et de la charge massique pour le traitement d'eau usée synthétique en recyclage total de biomasse sur membranes 0,2 μm et 500 Å.

Monitoring of permeate flux, permeate COD, SVM and organic load for synthetic wastewater treatment with total biomass recycling with 0.2 μm and 500 Å membranes.

La qualité du filtrat, suivie par la DCO, est excellente après seulement 24 h de traitement puisque l'on atteint des valeurs comprises entre 10 et 30 mg/l, ceci pour des charges massiques moyennes de 1 kg DCO appliquée/kg MVS.j. La charge massique étant fonction des MVS du rétentat et du flux de filtrat, des variations sont observées au cours du fonctionnement du système.

3.2 Fonctionnement avec décolmatage et extraction de boues

Les résultats des 2 essais de traitement d'eau usée sont portés figure 3. Pour ces 2 essais, la température est maintenue à 30 °C. La durée de l'essai sur M_1 a été de 77 h et de 176 h pour M_2 . L'accroissement de la densité de flux constaté entre $t = 96$ h et $t = 144$ h pour la membrane 500 Å est peut-être lié à une hausse de la température dans le bioréacteur de 30 °C à 40 °C (arrêt du système de régulation). La pression transmembranaire est de 2 bars pour M_1 et de 1 bar pour M_2 . Les flux indiqués ont été ramenés à 1 bar pour M_1 .

La densité de flux initiale mesurée à l'eau du réseau était de 1600 l/h.m² pour M_1 et de 800 l/h.m² pour M_2 (valeurs ramenées à 1 bar). Ces valeurs, différentes de celles trouvées précédemment, sont fonction de l'état de nettoyage de la membrane. La différence est faible et ne joue pas sur les densités de flux observées au palier. On constate toujours un encrassement immédiat, faisant chuter de 90 à 93 % le débit par rapport au débit de filtrat de la membrane « propre ». Le débit continue à chuter rapidement pendant une durée de 24 h avant d'atteindre un plateau. La chute est plus forte pour M_1 que pour M_2 . Cette décroissance lente du débit de filtrat ne correspond pas à l'établissement d'une couche de polarisation dont la mise en place se fait généralement en 1 à 2 h. Pour M_1 , le flux de filtrat au plateau est de 24 l/h.m² ; pour M_2 , il est de 35 l/h.m². Il a été possible de maintenir cette valeur pendant 7 jours en pratiquant des purges régulières de boues. L'âge de boues est alors de 2 jours environ.

La biomasse, non concentrée à l'origine, atteint en 24 h une valeur moyenne de 15 g/l. Les brusques chutes de biomasse constatées correspondent aux purges régulières de boues pratiquées. La croissance bactérienne est très rapide et exponentielle après chaque purge ($0,1 < \mu < 0,3$ h⁻¹) pendant quelques heures puis la concentration se stabilise à environ 15 g/l lorsque le substrat devient à nouveau limitant.

L'abattement de la pollution carbonée est excellent, la DCO du filtrat restant globalement inférieure à 20 mg/l, ceci pour des charges massiques extrêmement élevées comprises entre 10 et 20 kg DCO apportée/kg MVS.j. Nous n'avons cependant pas pu expliquer l'accident de DCO en sortie, à $t = 30$ h.

3.3 Performances du procédé

Bien que les essais aient été de courte durée, la stabilisation des systèmes étudiés a pu être obtenue au vu du taux de renouvellement important de la culture (âge deux jours).

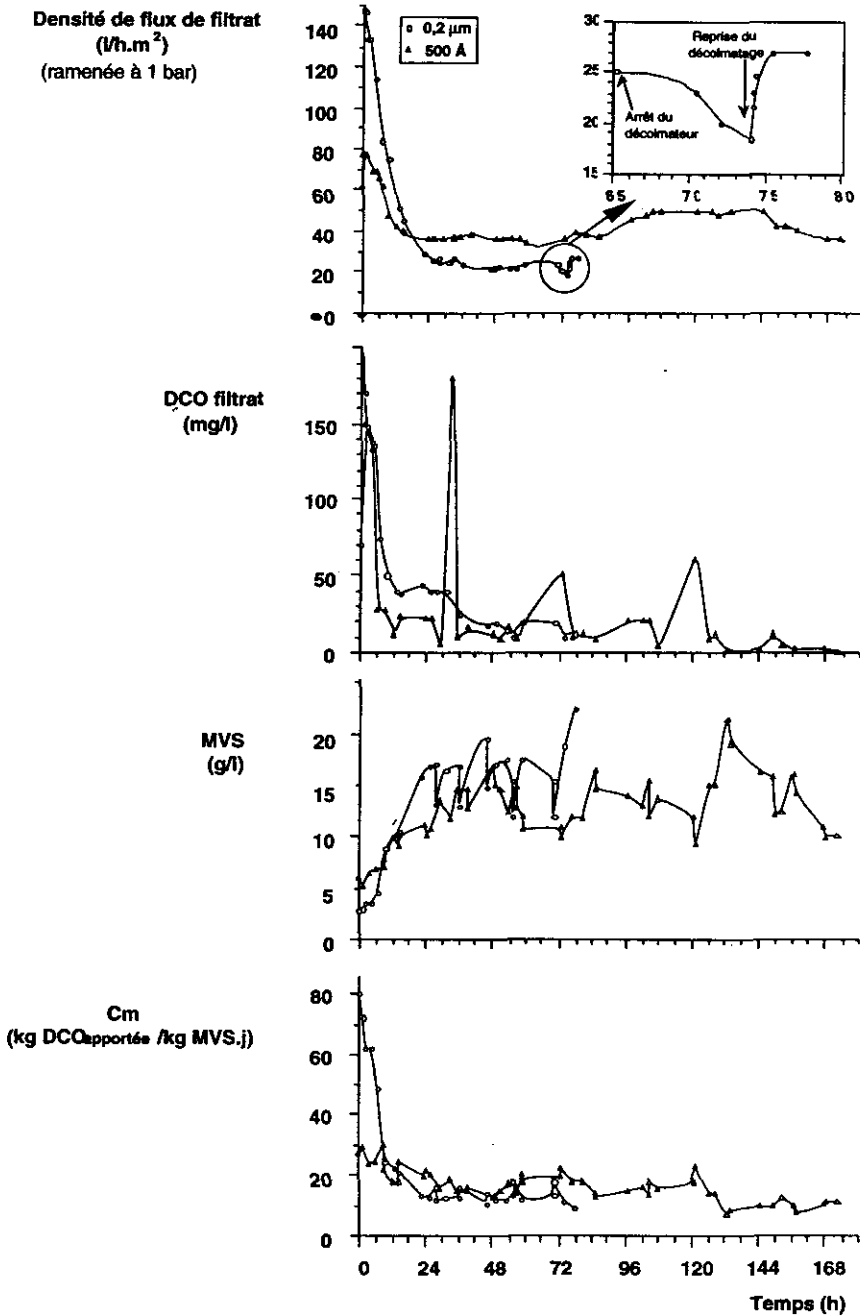


Figure 3 Suivi du flux de filtrat, de la DCO du filtrat, des MVS et de la charge masique pour le traitement d'eau usée synthétique sur membranes 0,2 μm et 500 Å.

Monitoring of permeate flux, permeate COD, SVM and organic load for synthetic wastewater treatment with 0.2 μm and 500 Å membranes.

Après une phase de mise en équilibre de 24 h environ, malgré des temps de séjours très courts imposés par ce système (3 à 30 mn) et la charge massique extrêmement élevée ($5 < Cm < 20$ kg DCOapportée/kg MVS.j), l'abattement de la DCO est supérieur à 95 %, la DCO en sortie étant inférieure à 40 mg/l. Le seuil de coupure des membranes arrêtant la quasi-totalité des MES, leur quantité dans le filtrat est considérée comme nulle. Par contre, l'âge de boues très faible (2 à 4 j) ne permet pas une nitrification efficace (0 à 10 % d'abattement du NTK).

Tout en gardant à l'esprit la différence essentielle portant sur la nature de l'effluent, il est possible de comparer le principe d'un réacteur couplé ultrafiltration/ biomasse en suspension (UFBS) avec ceux des station à boues activées forte charge (BÉCHAC *et al.*, 1984) ou des systèmes de biofiltres (ROGALLA et SIBONY, 1992). Cette comparaison montre une production de boues inférieure ($< 0,4$ kg MES/kg DBO₅ éliminée), une consommation d'oxygène inférieure ou égale ($< 0,5$ kg O₂/kg DBO₅ réduite), avec des performances très intéressantes, sauf pour l'Azote qui est mal éliminé. Ces résultats sont donnés tableau 3 et concernent la membrane M₂. Il faut bien noter que le traitement d'une eau usée urbaine avec ce procédé nécessiterait plus encore que pour les procédé existants un prétraitement poussé.

Tableau 3 Performances et principaux paramètres d'exploitation pour des systèmes réels de traitement d'effluents urbains et pour l'unité pilote testée.

Table 3 Performances and main operating parameters for actual plants treating urban wastewaters, and for the studied pilot plant.

Paramètres	Boues activées	Biofiltres T.S. = 2 h	Biofiltres T.S. = 1 h	Réacteur couplé UFBS
MES sortie (mg/l)	15 - 30	10	15 - 30	≈ 0
DBO ₅ sortie (mg/l)	15 - 30	10	15 - 30	< 10
NTK rendement	15 - 25 %	70 %	10 %	< 10 %
Consommation en oxygène (kg O ₂ /kg DBO ₅ éliminée)	0,4 - 0,8		0,5	0,1 - 0,5
Production de boues (kg/kg DBO ₅ éliminée)	0,4 - 0,8		0,8	0,1 - 0,4
Cv (kg DBO ₅ appliquée/m ³ .j)	1		4	40

Cette faible production de boues peut s'expliquer par une modification du métabolisme bactérien : les conditions imposées (fortes contraintes de cisaillement, mise sous pression des boues et rajeunissement de la culture) favorisent la multiplication cellulaire au détriment de la production de polymères, donc de boues. Les bactéries étant dispersées, il en résulte une plus grande surface d'échange et de meilleures performances en dépollution.

La faible consommation des boues en Oxygène peut s'expliquer par une variation des composés synthétisés, et, en accord avec CHAIZE (1990), par la purge régulière d'une certaine quantité de bactéries non viables, qui peuvent continuer à respirer sans se multiplier.

3.4 Étude de l'encrassement

Un arrêt du décolmatteur pendant quelques heures a pour conséquence la chute rapide du débit de filtrat (voir cartouche de la figure 3). Cela traduit donc l'existence d'un colmatage particulaire. L'observation en microscopie électronique d'un échantillon de membrane M_1 , encrassée montre l'existence de nombreuses particules, plus petites que les grains d'alumine, d'une taille comprise entre 0,04 et 0,3 μm (photo 1). Leur petite taille explique les densités de flux de filtrat plus faibles observés pour la membrane M_1 , ces particules ayant tendance à pénétrer plus facilement dans les pores les plus gros. Leur nature reste cependant inconnue. L'effluent synthétique n'apportant que très peu de MES, il peut s'agir soit de composés issus de l'activité bactérienne, soit de débris cellulaires. Les bactéries ne peuvent pénétrer dans les pores du fait de leur taille (environ 2 μm de longueur pour 0,5 μm de largeur).

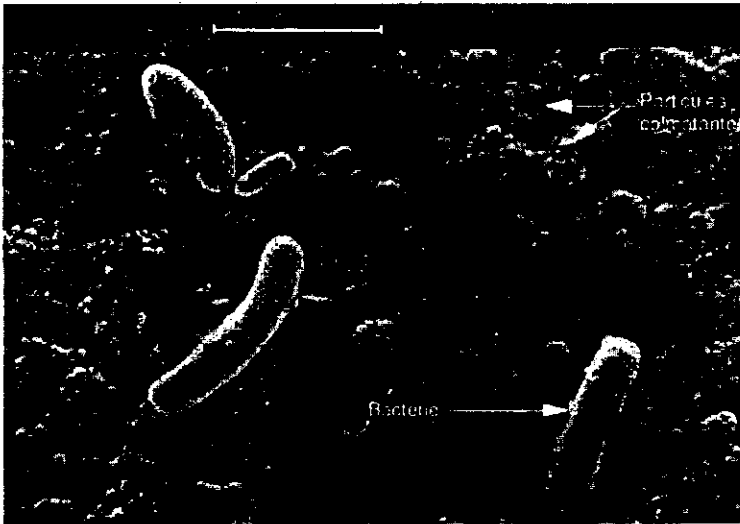


Photo 1 Vue en microscopie électronique à balayage de la surface encrassée de la membrane M_1 après l'essai de traitement d'eau usée pendant 77 h (séchage à l'air libre).

Scanning electron microscopy images of fouled M_1 membrane surface after 77 h of wastewater treatment (free air drying).

On peut également distinguer un film biologique très encrassant déposé sur la surface de la membrane aux côtés de bactéries dont le nombre est estimé entre 30000 et 50000/mm². Un tel film a déjà été observé par DUCLERT (1989) et CHAIZE (1990). Ces auteurs pensent que ce film pourrait être de nature polysaccharidique, ce que nous n'avons pas vérifié.

Tableau 4 Principaux résultats de l'attaque enzymatique sur 2 membranes 0,2 μm encrassées.

Table 4 Main results of enzymatic attack on two fouled 0.2 μm membranes.

Densité de flux de filtrat après contact de l'enzyme (2 bars)	Ordre d'action des enzymes utilisés	Temps de contact, Température, pH	Densité de flux de filtrat après contact de l'enzyme (2 bars)	Ordre d'action des enzymes utilisés	Temps de contact, Température, pH
Après recyclage total de biomasse			Après purges régulières de boues		
20 l/h.m ²	Valeur initiale		45 l/h.m ²	Valeur initiale	
75 l/h.m ²	Lysozyme (20 mg/l)	24 h, 25 °C, pH = 6,2	75 l/h.m ²	Carboxypeptidase A (14 mg/l)	90 h, 25 °C, pH = 7,5
85 l/h.m ²	Pectinase (12 mg/l)	15 h, 25 °C, pH = 4	81 l/h.m ²	cytosol (1,15 mg/l)	22 h, 25 °C, pH = 8,5
85 l/h.m ²	Trypsine (145 mg/l)	16 h, 25 °C, pH = 7,6	81 l/h.m ²	Lysozyme (200 mg/l)	24 h, 25 °C, pH = 6,3

Le tableau 4 regroupe les principaux résultats de l'attaque enzymatique réalisée sur la membrane M_1 encrassée après un traitement d'eau usée en recyclage total de biomasse et sur une membrane identique après un traitement d'eau usée au cours duquel des purges ont été réalisées. Les densités de flux ont été mesurées à 20 °C à l'eau du réseau préfiltrée à 0,2 μm .

Première membrane : L'action positive du lysozyme et de la pectinase montre qu'un encrassement important provient de l'adsorption de composés issus des parois et des capsules bactériennes (mucopéptides, mucopolysaccharides et sucres acides), donc de bactéries mortes.

Deuxième membrane : seule l'action des polypeptidases (cytosol et carboxypeptidase A) permet l'amélioration du flux. Ces résultats montrent, en accord avec VÉTIER (1986), l'existence d'un encrassement par des composés protéiques. L'encrassement dû aux parois bactériennes a donc disparu en grande partie. La pratique de purges régulières explique ce résultat, maintenant une culture bactérienne jeune.

Un essai complémentaire de traitement d'eau usée synthétique sur membrane M_1 a été réalisé pendant 96 h (30 °C $\Delta P = 1$ bar). Des purges de boues ont été pratiquées régulièrement. Si l'on observe l'évolution conjointe du flux de filtrat et des MES des boues lors de ce test (fig. 4), on s'aperçoit

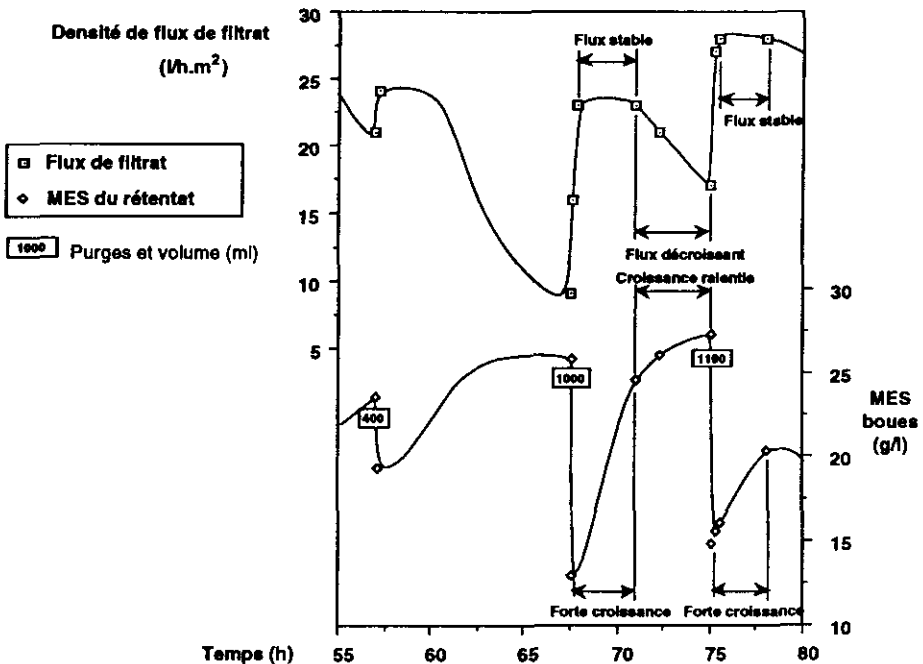


Figure 4 Suivi du flux de filtrat et des MES sur membrane 0,2 μm ($\Delta P = 1$ bar, 30 °C).

Permeate flux and changes in SSM with 0.2 μm membrane ($\Delta P = 1$ bar, 30 °C).

que le flux reste stable lorsque la biomasse croît fortement, après chaque purge et décroît fortement lorsque la croissance se ralentit. L'encrassement des membranes est donc lié au relargage par les bactéries de composés produits pendant la phase de ralentissement de croissance ainsi qu'aux bactéries mortes, ce qui confirme les hypothèses faites à la suite de l'étude enzymatique. Ce phénomène s'observe également lorsqu'aucune purge n'est réalisée (fig. 2). Il ne s'agit donc pas d'un simple effet de dilution résultant des purges.

4 - Conclusion

Il est possible de traiter de l'eau usée à dominante soluble dans une installation très compacte couplant un traitement aérobic et une filtration sur membranes minérales (UFBS). Les rendements obtenus en ce qui concerne l'abattement des DCO, DBO, MES et bactéries, sont excellents, avec de plus de faibles consommations d'Oxygène et production de boues.

Le procédé proposé ici ne constitue pas une alternative complète au traitement des eaux usées. Un prétraitement serait indispensable pour éliminer les particules trop grosses et trop abrasives susceptibles de se bloquer dans les membranes, ainsi que les graisses qui accélèrent notablement le colmatage. Il n'est pas non plus possible d'envisager la nitrification dans ce système de traitement du fait du faible âge des boues, bien que CABASSUD (1986) ait obtenu des résultats très satisfaisants avec un système similaire. Un traitement tertiaire (i.e. filtration sur Zéolites) serait donc nécessaire en fonction des conditions de rejet.

L'inconvénient majeur de ce type de procédé reste le risque de colmatage, qui, joint au coût élevé des membranes et de la mise en charge, obère sérieusement son développement. Cependant, plusieurs facteurs responsables de l'encrassement en présence d'une biomasse concentrée (production d'un biofilm, accumulation de parois bactériennes et de composés protéiques, colmatage particulaire) ont été mis en évidence. Certains peuvent être évités en employant un système de décolmatage et en pratiquant des purges régulières de boues, qui maintiennent la culture en phase de croissance exponentielle.

Sous réserve d'essais complémentaires, le procédé pourrait néanmoins s'avérer déjà intéressant pour certains effluents industriels dans des situations où la place disponible est faible.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AUDIC J.M., FUJITA Y., FAUP G.M., 1986. Le couplage boues activées - membrane. Une réalité au Japon. *Techniques Sciences Méthodes*, 6, 297-300.
- BÉCHAC J.P., BOUTIN P., MERCIER B., NUER P., 1984. Traitement des eaux usées. *Éditions Eyrolles*, 6-8, 104-145.
- BOUILLOT P., 1988. Bioréacteurs à recyclage des cellules par procédés membranaires : application à la dépollution des eaux en aérobie. *Thèse, I.N.S.A. Toulouse, France*.
- CABASSUD C., 1986. Microfiltration tangentielle et séparation de biomasse. Application aux bioréacteurs à membrane en dénitrification des eaux. *Thèse, Institut National Polytechnique de Toulouse, France*.
- CHAIZE S., 1990. Les bioréacteurs à membrane : utilisation en traitement d'eau résiduaire urbaine. Étude du colmatage bactérien. *Thèse, Université Montpellier II, France*.
- DUCLERT F., 1989. Étude de divers phénomènes de colmatage limitant l'écoulement de l'eau à travers une membrane minérale microporeuse. *Thèse, Université Montpellier II, France*.
- KOLEGA M., KAYE R.B., CHIEN R.F., GROHMANN G.S., 1990. Disinfection and clarification of secondary sewage effluent by advanced membrane treatment. *5th World Filtration Congress*, Nice, France, Société Française de filtration, 3, 124-127.
- LAMBERT S., 1983. L'ultrafiltration : application aux eaux résiduaires industrielles et au recyclage des eaux d'immeubles. *L'eau, l'industrie, les nuisances*, 5 (74), 35-38.
- LANGLAIS B., DENIS P., FAIVRE M., 1992. La microfiltration, moyen de désinfection d'un effluent après traitement biologique. *L'Eau, l'Industrie, les Nuisances*, (167), septembre, 42-45.
- RIOS G.M., FREUND P., 1989. Basic studies on transport and fouling phenomena during protein UF and EUF on alumina membranes. *Congrès ICIM 1989*, 3-6 juillet, Montpellier, France, Regional Technological Multi Purpose Center Languedoc-Roussillon, 171-176.
- ROGALLA F., J. SIBONY, 1992. Biocarbone aerated systems - ten years after : past, present and plenty of potential. *Wat. Sci. Tech.*, 26, 2043 - 2048.
- ROULLET R., 1987. Traitement des eaux par bioréacteur à boues activées associé à un module d'ultrafiltration. *Journée Internationale d'Agén : la place des techniques à membrane en traitement et épuration des eaux industrielles*, 5 novembre, Agén, France, Organisateur : Institut de la Filtration et des Techniques Séparatives, Éditeur : GEPS (Toulouse, France), 105-111.
- VÉTIER C., 1986. Étude du colmatage d'une membrane minérale de microfiltration par microscopie électronique à balayage et analyses physico-chimiques, application au lait. *Thèse, Université Montpellier II, France*.
- YAMAMOTO K., HIASA M., MAHMOOD T., MATSUO T., 1989. Direct solid-liquid separation using hollow fiber membrane in an activated sludge aeration tank. *Water Science and Technology*, 21, 43-54.