# Université du Québec INRS-Institut Armand-Frappier

# ÉVALUATION DE PROCÉDÉS DE BIOFILTRATION ET DE BOUES ACTIVÉES POUR COMPLÉTER L'ÉPURATION DU LISIER DE PORC À LA SUITE D'UN PREMIER TRAITEMENT AÉROBIE THERMOPHILE

# Par Ngoc-Hoa TRAN

Mémoire présenté pour l'obtention du grade de Maître ès Science (M.Sc.) en Microbiologie Appliquée

Jury d'évaluation

Président du jury et examinateur interne

u jury Dr Réjean Beaudet teur interne INRS- Institut Armand-Frappier

Examinateur externe Dr Marcel Paquet

Université du Québec à Chicoutimi

Directeur de recherche Dr Jean-Guy Bisaillon

INRS- Institut Armand-Frappier

Codirecteur de recherche Dr Pierre Juteau

INRS- Institut Armand-Frappier

© droits réservés de Ngoc-Hoa Tran, 2005

# **RÉSUMÉ**

L'industrie porcine est en croissance au Québec. Cette activité génère un grand volume de lisier (mélange de fèces, d'urine et d'eau de lavage). Les éléments fertilisants excédentaires (azote et phosphore), la matière organique ainsi que les pathogènes deviennent donc une source de pollution importante. Il est possible de traiter le lisier de porc, mais les procédés disponibles sont peu nombreux et ne sont pas encore très satisfaisants.

Des chercheurs du groupe de recherche en microbiologie de l'environnement de l'INRS - Institut Armand-Frappier ont développé un biotraitement aérobie thermophile pour le lisier de porc. Celui-ci permet de détruire les organismes pathogènes et les composés malodorants en plus de fortement réduire la charge organique et la teneur en ammoniac. Cependant, dans les cas où un rejet du liquide au cours d'eau est souhaité, une étape de traitement supplémentaire sera requise pour éliminer les charges polluantes restantes. Pour ce faire, nous avons testé deux types de technologie: la biofiltration et un procédé de boues activées dans un réacteur biologique séquentiel (RBS). Les tests se faisaient sur de petites unités de laboratoire de 1L. Ces réacteurs étaient opérés à la température de la pièce.

Pour la biofiltration, nous avons utilisé un garnissage de tourbe qui jouait le rôle d'un support pour les micro-organismes. Des réductions moyennes de 45%, 87%, 83% et 11% ont été obtenues pour la demande chimique en oxygène (DCO), la demande biologique en oxygène (DBO<sub>5</sub>), l'azote ammoniacal et le phosphore, respectivement. Ces rendements ont cependant rapidement diminué à cause d'un problème de colmatage.

Un réacteur biologique séquentiel (RBS) avec des séquences d'opération différentes durant une batch a été utilisé. Les suivis de DCO, DBO<sub>5</sub>, pH, OD, ORP, N-NH<sub>4</sub> et N-NO<sub>x</sub> étaient réalisés fréquemment pour évaluer l'efficacité des traitements. Après 4 expériences, les résultats recueillis étaient en dessous de nos attentes. Nous nous sommes enfin concentrés sur l'aspect de nitrification du procédé. Après un mois d'opération d'une nouvelle expérience, nous avons

effectivement obtenu une biomasse qui présente une bonne activité de nitrification. Une nitrification complète a été observée dans cet essai. Parallèlement, des tests en fioles ont montré que la nitrification complète a lieu plus rapidement dans les milieux inoculés par une boue activée acclimatée. Cette biomasse pouvait tolérer une concentration d'azote ammoniacal initiale assez élevée (environ 350 mg/L). La dernière expérience a été réalisée avec deux bioréacteurs RBS. Le pH du premier était ajusté avec du NaOH et l'autre avec du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Ces deux réacteurs ont rapidement développé une population nitrifiante après une semaine d'opération et une nitrification complète après 13 jours d'aération continuelle. Peu de différences au niveau des quantités d'azote (diminution d'ammoniac, formation de nitrite et de nitrate) ont été observées durant le temps de démarrage entre les deux bioréacteurs mais l'effet de tampon du carbonate a été confirmé. Le cycle a été raccourci progressivement à 48 heures, puis à 18 heures, ensuite à 8 heures et enfin à 6 heures au jour 35. Ces deux réacteurs n'étaient pas encore au régime permanent à ce moment.

## REMERCIEMENTS

Je voudrais remercier mes directeurs de recherche, Dr Jean-Guy Bisaillon et Dr Pierre Juteau qui m'ont accueilli si gentiment dans leur laboratoire. J'aimerais particulièrement remercier Dr Pierre Juteau pour sa supervision, pour son appui constant, ses nouvelles idées et ses connaissances scientifiques.

Il faut également mentionner monsieur Louis Racine, le technicien du laboratoire qui m'a donné beaucoup de support technique. Mes remerciements sont aussi réservés au Dr Réjean Beaudet, madame Rita Alary et à toutes les personnes dans le groupe de recherche en Microbiologie de l'Environnement, ensemble, pour tous leurs conseils et techniques apprises.

Je désire aussi envoyer mes remerciements à tous les professeurs de l'INRS-IAF qui m'ont donné les cours professionnels au cours des deux années d'étude (Richard Villemur, François Shareck, François Lépine, etc.). Ainsi, toutes les personnes qui ont contribué, de près ou loin, à la réussite de ce projet ont droit à ma reconnaissance la plus sincère (Martine Isabelle).

Mes remerciements vont également à l'Agence canadienne pour le développement international (ACDI) et le Programme canadien de bourse pour la Francophonie (PCBF) pour le support financier de mon séjour au Canada et de mes études à l'INRS-IAF. Merci également au Conseil de recherches en sciences naturelles et génie du Canada (CRSNG) qui finance le projet de recherche sur lequel j'ai travaillé.

Finalement, un énorme et infini merci à ma famille, à mes amis et particulièrement à mon cher Dac Trung pour leur support moral et psychologique, leurs encouragements et leur présence tout au long de mes études.

# TABLE DES MATIÈRES

Résumé	ii
Remerciements	iv
Table des matières	v
Listes des figures et des tableaux	viii
Liste des abréviations	x
INTRODUCTION	1
Chapitre 1. REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1. Production porcine au Québec	3
1.1.1. Élevage du porc au Québec	3
1.1.2. Lisier du porc	3
1.1.2.1. Production et entreposage du lisier	3
1.1.2.2. Compositions	4
1.2. Problématique environnementale associée au lisier de porc	5
1.2.1. Généralité	6
1.2.2. Impacts de l'azote et du phosphore	6
1.2.2.1. Formes d'azote et son impact	6
1.2.2.2. Formes du phosphore et son impact	9
1.3. Traitement du lisier de porc	9
1.3.1. Survol des technologies de traitement du lisier de porc	10
1.3.2. Processus biologiques	10
1.3.2.1. Nitrification	10
1.3.2.2. Dénitrification	14
1.3.2.3. Déphosphatation biologique	16
1.3.3. Biofiltration	20
1.3.3.1. Généralité	20
1.3.3.2. Biofiltre à tourbe	21
1.3.3.2.1. La tourbe	21
1.3.3.2.2. Le biofiltre à tourbe	23
1.3.3.3. Exemples	24

	1.3.4. Boues activées	. 25
	1.3.4.1. Généralité	. 25
	1.3.4.2. Réacteur biologique séquentiel	. 26
	1.3.4.3. Exemples	. 28
	1.3.5. Traitement aérobie thermophile	. 29
(	Chapitre 2: MATÉRIEL ET MÉTHODES	. 32
	2.1. Affluent	. 32
	2.2. Inoculum	. 32
	2.3. Biofiltre	. 33
	2.4. Réacteur biologique séquentiel	. 34
	2.5. Échantillonnage et conservation des échantillons	. 38
	2.6. Dosage de la demande chimique en oxygène (DCO)	. 39
	2.7. Dosage de la demande biologique en oxygène après 5 jours (DBO <sub>5</sub> )	. 39
	2.8. Dosage de l'azote ammoniacal (N-NH <sub>4</sub> )	. 41
	2.9. Dosage d'azote sous forme nitrate (N-NO <sub>3</sub> ) et nitrite (N-NO <sub>2</sub> )	. 41
	2.10. Dosage de l'azote total (N-total)	. 42
	2.11. Dosage du phosphore (P-PO <sub>4</sub> )	. 43
	2.12. Dosage des solides totaux	. 44
	2.13. Essais de nitrification en fiole	. 44
	2.13.1. Test préliminaire sur la volatilisation de l'ammoniac	. 44
	2.13.2. Test sur les inoculums, les différentes concentrations initiales en	
	azote ammoniacal et l'effet de l'ajout de CaCO <sub>3</sub> (test fiole N <sup>0</sup> 1)	. 45
	2.13.2.1. Test sur les inoculums différents	. 45
	2.13.2.2. Test sur les différentes concentrations initiales en azote	
	ammoniacal	. 45
	2.13.2.3. Test sur l'effet de l'ajout de CaCO <sub>3</sub>	. 46
	2.13.3. Test sur l'effet de CaCO <sub>3</sub> sur la nitrification durant une batch de	
	8 heures (test fiole N <sup>0</sup> 2)	. 46
С	Chapitre 3. RÉSULTATS	. 47
	3.1. Affluent	. 47
	3.2. Biofiltration sur un lit de tourbe	47

3.3. Réacteur biologique séquentiel	52
3.3.1. Expérience exp-RBS 1	54
3.3.2. Expérience exp-RBS 2	56
3.3.3. Expérience exp-RBS 3	58
3.3.4. Expérience exp-RBS 4	60
3.3.5. Expérience exp-RBS 5	60
3.3.6. Expérience exp-RBS 6	64
3.4. Tests en fiole N <sup>0</sup> 1	68
3.5. Test en fiole sur l'effet du CaCO <sub>3</sub> (test en fiole N <sup>0</sup> 2)	70
Chapitre 4. DISCUSSION	71
4.1. Biofiltration par un lit de tourbe	71
4.2. Réacteur biologique séquentiel	73
4.2.1. Moussage et séparation solide/liquide	73
4.2.2. Déphosphatation	74
4.2.3. Nitrification	75
4.2.3.1. Adaptation de la biomasse	75
4.2.3.2. Effet des carbonates	76
4.2.3.3. Effet de la concentration initiale en azote ammoniacal	79
4.2.3.4. Impact sur le pH	80
4.2.4. Performances	81
CONCLUSION	83
Ribliographie	QA

# LISTES DES FIGURES ET DES TABLEAUX

Figure 1:	Cycle de l'azote	7
Figure 2:	Relation entre NH <sub>3</sub> et NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> vs le pH	7
Figure 3:	Nitrification	11
Figure 4:	Dénitrification	14
Figure 5:	Principes de la déphosphatation biologique et l'évolution	
	simplifiée des concentrations en ions P, polyphosphates, acides	
	gras volatiles et polyhydroxyalcanoates entre phase aérobie et	
	phase anaérobie	19
Figure 6:	Les étapes d'un traitement par RBS	28
Figure 7:	Montage du biofiltre à tourbe	34
Figure 8:	Montage du RBS	35
Figure 9:	Interface du panneau principal du programme informatique	
	utilisé pour contrôler l'opération du RBS	38
Figure 10:	Couleur de l'affluent dilué 5x et de l'effluent sorti du biofiltre	49
Figure 11:	Absorbance de l'affluent et de l'effluent dans l'essai avec le	
	biofiltre	50
Figure 12:	Évolution de la DCO et du N-NH4 durant les 12 premiers jours	
	de l'expérience exp-BF 1	51
Figure 13:	Évolution de la DCO et du N-NH4 durant l'expérience exp-BF	
	2	52
Figure 14:	Description chronologique des conditions d'opération durant	
	une batch pour les six essais avec le RBS	54
Figure 15:	Suivis de la DCO, du N-NH <sub>4</sub> , du P-PO <sub>4</sub> et du TS durant	
	l'expérience exp-RBS 1	55
Figure 16:	Suivis de la DCO, du N-NH <sub>4</sub> , du P-PO <sub>4</sub> et du TS durant l'essai	
	exp-RBS 2	57
Figure 17:	Suivis de la DCO, du N-NH <sub>4</sub> , du P-PO <sub>4</sub> , et du TS durant l'essai	
	exp-RBS 3	59

Figure 18:	Suivis de la DCO, du N-NH <sub>4</sub> , du N-total, du P-PO <sub>4</sub> , du TS et	
	de la DBO <sub>5</sub> durant l'essai exp-RBS 4	61
Figure 19:	Évolution de la DCO, du N-NH4 et du N-NOx de l'affluent et	
	de l'effluent durant l'essai exp-RBS 5	62
Figure 20:	Suivis du N-NH <sub>4</sub> et du N-NO <sub>x</sub> de l'effluent dans deux	
J	bioréacteurs durant l'essai exp-RBS 6	65
Figure 21:	Suivis du N-NH <sub>4</sub> , du N-NO <sub>2</sub> et du N-NO <sub>3</sub> de la liqueur mixte	
<b></b>	des deux bioréacteurs au cours d'un cycle de 6 heures	66
Figure 22:	Profils du pH, de l'ORP et de l'OD durant une période de 30	
rigure zz.	heures de deux bioréacteurs	67
		07
Figure 23:	Suivis du N-NH <sub>4</sub> , du N-NO <sub>2</sub> et du N-NO <sub>3</sub> dans le test en fiole	
	N <sup>0</sup> 1	69
Figure 24:	Suivis du N-NO <sub>3</sub> au cours d'une période de 8 heures sur l'effet	
	de l'ajout de CaCO <sub>3</sub>	70
Tableau 1:	Composition moyenne du lisier de porc	4
Tableau 2:	Quantité d'azote et de phosphore excrété sur une période de	
	365 jours par animal (kg)	5
Tableau 3:	Variation de la DCO, du N-NH <sub>4</sub> , du P-PO <sub>4</sub> et du TS de	
	l'effluent thermophile en fonction du temps de	
	l'expérimentation	47
Tableau 4·	Tests de biofiltration sur un lit de tourbe	
	Procédure chronologique d'expérimentation et conditions	+0
		53
	d'opération	- N 4

# LISTE DES ABRÉVIATIONS

AAC Agriculture et Agroalimentaire Canada

AGV Acides gras volatiles

DBO<sub>5</sub> Demande Biologique en Oxygène (après 5 jours)

DCO Demande Chimique en Oxygène

DCOt Demande Chimique en Oxygène totale

(soluble et en suspension)

DCOs Demande Chimique en Oxygène (soluble)

FPPQ Fédération des producteurs de porcs du Québec

HPLC Chromatographie liquide à haute performance

(High Performance Liquid Chromatography)

HRT Temps de rétention hydraulique (Hydraulic Retention Time)

OD Oxygène dissous

ORP Potentiel d'oxydo-réduction (Oxydo - Reduction Potential)

PAO Bactéries déphosphatantes

(Polyphosphate Accumulating Organisms)

PHA poly-β-hydroxyalcanoates

PVC chlorure polyvinyle (polyvinyl chlorure)

RBS Réacteur Biologique Séquentiel

(SBR - Sequence Biological Réactor)

rpm Rotations par minute (rpm = round per minute)

SRT Âge de boues (Sludge Retention Time)

SS Solides en suspension

TS Solides totaux (Total Solids)

### INTRODUCTION

L'industrie porcine est une production rentable au Québec et au Canada avec une croissance rapide. Pourtant, ce secteur d'activité est aussi une source de pollution importante. Son sous-produit principal est le lisier de porc. Il s'agit d'un mélange de fèces, d'urine, de débris alimentaires, d'eau de lavage et d'autres déchets. Il contient généralement une charge fertilisante et organique élevée. En conséquence, il est utilisé normalement pour l'épandage dans les champs de culture. Le problème réside dans le fait que cette production est concentrée dans des grands élevages et dans certaines régions. Comme il contient environ 95% d'eau, il n'est pas rentable de transporter le lisier sur de grandes distances pour fertiliser des champs éloignés. Le lisier est donc souvent épandu en trop grande quantité dans les champs. Cet épandage excessif se traduit forcément par une surcharge d'éléments fertilisants qui se retrouvent dans l'eau de surface et l'eau souterraine. Les principaux contaminants sont l'azote et le phosphore. L'azote, sous forme de nitrate, est toxique pour l'être vivant lorsque les concentrations deviennent trop élevées. Le phosphore engendre la prolifération des algues dans les cours d'eau ce qui se traduit par leur eutrophisation. Il y a également d'autres problèmes de pollution associés au lisier de porc tels que la dissémination d'organismes pathogènes, la production de gaz à effet de serre, les odeurs désagréables, la présence d'antibiotiques, etc.

Une des solutions possibles est le traitement du lisier de porc pour le désodoriser, le stabiliser et concentrer des éléments fertilisants de manière à faciliter leur transport sur de grandes distances. Dans certains cas, les producteurs pourraient choisir un traitement partiel (transport des éléments fertilisants concentrés pour utilisation éloignée et épandage local de la fraction liquide appauvrie), alors que d'autres pourraient opter pour un traitement complet (épuration complète de la fraction liquide pour son rejet direct au cours d'eau). Il n'y a cependant pas beaucoup de procédés disponibles et ceux existants ne sont pas encore pleinement satisfaisants.

Les chercheurs de l'INRS - Institut Armand-Frappier ont développé un traitement aérobie thermophile autochauffant qui repose sur la capacité de certains micro-organismes à être actifs à des températures comprises entre 55 et 70°C. Ce traitement pourrait être couplé à une étape de centrifugation pour séparer les solides du liquide à la sortie du bioréacteur. Lors de l'évaluation d'une telle chaîne de traitement, il a été démontré que l'effluent liquide contenait une charge réduite en DBO<sub>5</sub> (-99%), en DCO (-88%), en azote ammoniacal (-82%) et en phosphore (-94%). Les pathogènes testés (*Campylobacter* spp., *Clostridium perfringens*, coliformes fécaux) avaient également été entièrement détruits.

Ce traitement représente donc un traitement partiel très satisfaisant. Cependant, pour atteindre un traitement plus complet permettant d'avoir un rejet liquide direct au cours d'eau, il sera nécessaire d'ajouter une étape de polissage pour l'effluent liquide.

L'objectif du travail présenté ici était donc de tester deux types de technologies, soit la biofiltration sur un lit de tourbe et un procédé de boues activées en batch. Les expériences ont été réalisées à l'aide de petits bioréacteurs d'environ un litre. Les paramètres physico-chimiques comme la DBO<sub>5</sub>, la DCO, l'azote ammoniacal, le phosphore sous forme phosphate, les solides totaux ont été analysés pour évaluer l'efficacité de traitement.

# Chapitre 1. REVUE DE LITTÉRATURE

# 1.1. Production porcine au Québec

# 1.1.1. Élevage du porc au Québec

La production porcine constitue une activité agricole majeure au Québec. Avec 2800 entreprises de production en 2001, c'est une des industries les plus importantes du paysage agroalimentaire québécois, après la production laitière. Elle est une des principales exportations alimentaires du Québec (Fortin, 2002; FPPQ, 2004). Cette industrie a connu une croissance de plus de 100% depuis 1982, passant de 3.5 millions de têtes en 1982 à plus de 7.3 millions en 2002 (FPPQ, 2004). Elle s'est progressivement concentrée dans les grands élevages et dans certaines régions du Québec (les bassins versants des rivières Yamaska, l'Assomption et Chaudière) (FPPQ, 2004) qui regroupent aujourd'hui plus de 90% de la production sur près de la moitié du territoire cultivé. Cette intensification est la cause de plusieurs problèmes environnementaux dans les régions concernées, notamment en raison de l'insuffisance des superficies de sol requises pour un épandage du lisier en conformité avec les normes agronomiques et environnementales (AAC, 1998).

#### 1.1.2. Lisier du porc

# 1.1.2.1. Production et entreposage du lisier

La gestion des déjections animales dans un bâtiment de production porcine intensive consiste généralement à accumuler provisoirement sous le plancher de la porcherie le mélange des fèces et de l'urine des porcs enclos. À ce niveau, on obtient des déjections sous une forme liquide. De plus, l'éleveur nettoie régulièrement sa porcherie avec des volumes variables d'eau et de détergent qui contribuent à augmenter le volume des liquides à entreposer par la suite. Régulièrement, le lisier accumulé est amené dans une préfosse, généralement par simple gravité, pour y séjourner deux ou trois semaines. Finalement, le lisier est pompé et dirigé dans une fosse de stockage construite en béton armé.

D'après une étude de la Direction générale de la recherche de l'Agriculture et Agroalimentaire Canada en 1998, un porc produit en moyenne une tonne de lisier (AAC, 1998).

#### 1.1.2.2. Compositions

Le lisier est constitué des déjections animales, auxquelles s'ajoutent d'autres déchets (poils, résidus de nourriture, etc.) et des eaux de lavage ce qui donne un mélange contenant environ 95% d'eau. La composition du lisier, en vieillissant et selon les méthodes de collecte et d'entreposage utilisées, peut appréciablement varier (AAC, 1998; Beaudet, 1996). Le tableau 1 en présente les caractéristiques principales.

Tableau 1: Composition moyenne du lisier de porc. (Trudelle, 1996)

Paramètres		Teneur
Matière sèche	(%)	3.5
Densité apparente	$(t.m^{-3})$	1.0
Teneur en azote tot	al (kg.t <sup>-1</sup> )	3.1
Teneur en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	$(kg.t^{-1})$	2.5
Teneur en K <sub>2</sub> O	(kg.t <sup>-1</sup> )	2.2

Le lisier offre peu de potentiel comme amendement organique en raison de sa faible teneur en matières solides. Il constitue cependant un fertilisant dont les éléments nutritifs (N et P) sont rapidement disponibles pour les cultures, pour les productions végétales et pour l'enrichissement des sols (AAC, 1998; Beaudet, 1996; Cournoyer et Bernier, 1983; Trudelle, 1996). La quantité d'azote et de phosphore produite par un porc calculée sur une période d'un an est présentée dans le tableau 2. Le lisier de porc est très différent de produits tel que les eaux usées municipales à cause des concentrations beaucoup plus élevées des constituants (Baril, 2002).

Tableau 2: Quantité d'azote et de phosphore excrété sur une période de 365 jours par animal (kg). (Beaudet, 1996)

Paramères	N (kg/an)	$P_2O_5$ (kg/an)
Porc (engraissement)	11	6
Porc (maternité)	16	9

# 1.2. Problématique environnementale associée au lisier de porc

#### 1.2.1. Généralité

La croissance de l'industrie porcine a provoqué plusieurs problèmes environnementaux. Les odeurs du lisier sont une préoccupation environnementale dans tout le Canada, tandis que la pollution de l'eau par les nitrates et le phosphore est un problème dans certaines zones de concentration, surtout à l'échelle du Québec (AAC, 1998).

Le lisier de porc contient des quantités relativement importantes de minéraux dont la valeur fertilisante est indéniable. C'est pourquoi il est utilisé habituellement pour l'épandage sur les terres agricoles. Cependant, la technique de l'épandage, à elle seule, ne peut pas suffire à recycler tous les volumes de lisier produits au Québec dans les zones de fortes concentrations. Au niveau de l'ensemble du Québec, si l'on ajoute au fumier les engrais chimiques, la charge moyenne de phosphore comparée à la capacité de support des sols et des cultures est de 243% (161% dans les zones les moins affectées) et la charge d'azote de 160% (31% dans les zones les moins affectées) (Union Paysanne, 2002). Alors, ces surplus par rapport aux besoins des cultures d'une région entraînent des problèmes environnementaux considérables.

La solution de transport de ce type d'engrais naturel pour l'épandage dans les autres régions est insatisfaisante en raison du coût de transport trop élevé. Le lisier est donc souvent épandu en quantité supérieure aux besoins des cultures. Dans ces conditions, l'épandage du lisier entraîne particulièrement l'accumulation de phosphore dans le sol et le rejet de phosphore et de nitrates dans les eaux souterraines et de ruissellement. Le lisier, avec une teneur élevée en carbone et en

phosphore soluble, peut entraîner la présence de fortes concentrations de phosphore hydrosoluble dans la couche arable et le sous-sol, augmentant ainsi le risque de transport du phosphore par les eaux de surface et souterraines. Dans le cas de forts taux d'épandage, le calcium et le magnésium peuvent être délogés des sites d'échange par les ions concurrents présents dans le lisier, comme Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> et NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. Ils pourraient être lessivés de la couche arable pour s'accumuler en partie dans les couches plus profondes. Le lessivage des éléments fertilisants excédentaires par des pluies et des cours d'eau génère une pollution diffuse dans la région (AAC, 1998).

### 1.2.2. Impacts de l'azote et du phosphore

L'azote et le phosphore sont deux éléments indispensables à la croissance des végétaux. D'un point de vue écologique, la présence de nitrates et de phosphates dans les systèmes aquatiques stimule la poussée planctonique, ce qui peut provoquer l'eutrophisation accélérée (ou hypereutrophisation ou dystrophisation) des milieux aquatiques (Harrison, 2003; Ryker et Jones, 1995; Vitousek et al., 1997). Ce phénomène est d'abord caractérisé par la croissance excessive d'algues et de plantes aquatiques et peut mener à la disparition de certaines espèces. Lorsque trop abondante, la respiration nocturne et la décomposition des végétaux diminuent la concentration en oxygène dans l'eau, ce qui peut entraîner la mort de certains poissons (Brelot et Chocat, 1996; Vitousek et al., 1997; Wolfe et al., 2002). Également, pour l'eau de consommation, cette croissance végétale peut entraîner le colmatage des conduites d'amenée d'eau et donner un goût désagréable lorsque des algues microscopiques se sont développées (Brelot et Chocat, 1996).

#### 1.2.2.1. Formes d'azote et son impact

L'azote est présent dans les eaux usées principalement sous forme d'azote ammoniacal et d'azote organique (protéines, urées, acides nucléiques) (Guillen-Jimenez *et al.*, 2000). Ce dernier est transformé en forme inorganique par

hydrolyse (ammonification). La figure 1 présente les principales transformations de l'azote pouvant avoir lieu sous l'activité microbienne.

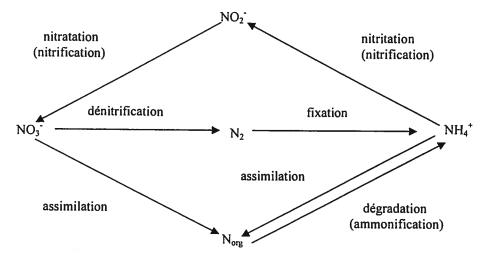


Figure 1: Cycle de l'azote.

La forme d'azote ammoniacal dans les eaux usées dépend du pH et de la température. En solution, l'ammonium NH<sub>4</sub><sup>+</sup> et l'ammoniac NH<sub>3</sub> sont en équilibre l'un avec l'autre:

$$NH_4^+ \longleftrightarrow NH_3 + H^+$$

À des pH supérieurs à 9.2, la forme dominante est l'ammoniac. Il peut être considéré comme absent à des pH inférieurs à 7.0 (Guillen-Jimenez *et al.*, 2000; St-Arnaud, 1987). La relation entre deux formes d'azote ammoniacal versus le pH est présentée dans la figure 2.

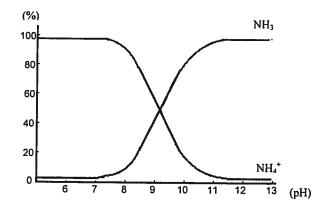


Figure 2: Relation entre NH<sub>3</sub> et NH<sub>4</sub><sup>+</sup> vs le pH. (modifié à partir de Metcalf and Eddy, 2003)

La toxicologie de l'azote dépend de la forme sous laquelle il se trouve. Sous la forme ionisée, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (l'ion ammonium) est relativement peu toxique. Il limite l'effet désinfectant du chlore ajouté à l'eau potable pour inhiber la prolifération des bactéries et des germes pathogènes. Sa teneur dans l'eau potable est alors limitée à 0.5 mg/L (Mensinga, Speijers et Meulenbelt, 2003).

L'autre forme, l'ammoniac libre (NH<sub>3</sub>), est toxique non seulement pour les poissons (à la concentration de 1 mg d'azote/L) mais aussi pour les autres animaux aquatiques (Mensinga, Speijers et Meulenbelt, 2003).

Les nitrites ne sont pas très stables et disparaissent assez rapidement dans le milieu naturel. Ceci dit, ils sont extrêmement toxiques et leur toxicité ne dépend pas du pH. Leur présence dans l'estomac peut provoquer une oxydation de l'hémoglobine en méthémoglobine (transformation de Fe<sup>2+</sup>, élément de l'hémoglobine, en Fe<sup>3+</sup>, inhibiteur du transport de l'oxygène dans les poumons ou les tissus), qui se manifeste par une cyanose (ou maladie bleue), surtout chez les nourrissons, pour qui l'eau constitue la part prépondérante de l'alimentation. L'absorption de 500 mg de nitrites peut aussi provoquer une inflammation des muqueuses intestinales chez les adultes. Les nitrites pourraient être à l'origine de la formation de composés N-nitrosés (nitrosamine et nitrosamide) soupçonnés d'être cancérogènes (Bruning-Fann et Kaneene, 1993; Mensinga, Speijers et Meulenbelt, 2003; Wolfe et al., 2002).

Les nitrates (NO<sub>3</sub>') sont la forme la plus courante, la plus stable et la plus biodisponible de l'azote. Ils sont peu réactifs et leur transfert dans le sol se fait essentiellement sous forme dissoute. Pour l'humain, les nitrates ne sont pas euxmêmes dangereux pour la santé, mais leur transformation en nitrites dans l'estomac représente un risque potentiel, comme mentionner ci-dessus. Il peut y avoir une prédisposition du nourrisson à cette maladie si sa mère a consommé des eaux riches en nitrates pendant sa grossesse. Entre 50 et 100 mg de nitrate par litre, la consommation de l'eau n'est plus recommandée pour les femmes enceintes et les nourrissons de moins de six mois. Au-delà de 100 mg/L, l'eau doit être interdite à la consommation (Bruning-Fann et Kaneene, 1993; Mensinga, Speijers et Meulenbelt, 2003; Ryker et Jones, 1995; Wolfe et al., 2002).

#### 1.2.2.2. Formes du phosphore et son impact

L'élément phosphore (P) entre dans la composition de toutes les cellules des organismes vivants. Êtres humains, animaux et plantes, tous dépendent entièrement du phosphore pour vivre et se reproduire. Les bactéries contiennent 1.38% de phosphore qui est un élément constitutif de la cellule bactérienne. Il est l'élément nutritif le plus important pour les plantes après l'azote (N). Le phosphore, contrairement à l'azote (sous forme NH<sub>3</sub>), ne possède pas de forme volatile et ne subit donc pas de transport atmosphérique (Bonnard et al., 2003). La majorité du phosphore présent dans les eaux usées est sous forme inorganique d'ortho-phosphate (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), ou de poly-phosphate (P<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>4-</sup>) alors qu'une plus faible quantité est sous forme organique (Henze et al., 1995). Les phosphates sont généralement rapidement transformés. Ce sont des composés très réactifs. Ils sont prélevés par les plantes à partir du sol. Ils sont aussi adsorbés très rapidement à la surface des particules colloïdales, et leur transfert dans le sol se fait donc presque exclusivement sous forme particulaire. La concentration en phosphates dissous dans l'eau du sol est très faible et ne dépasse généralement pas 100 µg/L. Le risque de contamination des eaux souterraines par les phosphates contenus dans le sol ne sera donc dû qu'à leur transport particulaire (lessivage) (AAC, 1998).

Cet oligo-élément est nécessaire à l'homme à des doses journalières de 1 à 3 grammes. Une carence en phosphore peut provoquer la fatigue, l'anorexie ou les douleurs osseuses. À des doses élevées, les sels de pyro et méta-phosphates peuvent inhiber l'effet des sels de calcium et engendrer nausées, vomissement, troubles gastro-intestinaux (Bonnard *et al.*, 2003).

#### 1.3. Traitement du lisier de porc

Tel que mentionné précédemment, le transport du lisier sur de grandes distances n'est pas économiquement réaliste. Le traitement du lisier apparaît donc comme un élément de solution possible. Cependant, les caractéristiques intrinsèques du lisier, soit la charge organique, la teneur en matière sèche, l'hétérogénéité et la charge fertilisante élevée, représentent un défi important pour la mise au point d'une technologie efficace et économique viable.

### 1.3.1. Survol des technologies de traitement du lisier de porc

Le traitement du lisier vise à modifier ses caractéristiques chimiques et/ou physiques par différents procédés, simples ou complexes. Un système de traitement est considéré complet s'il y a une fraction liquide suffisamment épurée pour être rejetée au cours d'eau et des sous-produits utilisables comme fertilisant, amendement ou autres. Pour ce faire, le système peut faire appel à plusieurs procédés comme, par exemple, une séparation solide-liquide suivie d'un procédé biologique. Le traitement est partiel lorsque la fraction liquide ne peut être rejetée directement au cours d'eau. Cette fraction liquide est destinée à l'épandage à proximité de la ferme d'élevage alors que la ou les fractions solides pourront être valorisées à plus grande distance. Le traitement peut également s'appliquer à la ferme ou s'adresser à un ensemble plus ou moins important d'entreprises (semi-collectif ou collectif) (AAC, 1998; PAPP, 2001; Union Paysanne, 2002).

La majorité des traitements recourt à des procédés qu'on peut regrouper en cinq grands types: mécanique, biologique, chimique, thermique et physico-chimique. Pour les besoins du présent travail, nous nous attarderons plus particulièrement aux traitements biologiques aérobies.

#### 1.3.2. Processus biologiques

Le traitement biologique du lisier de porc représente une adaptation des procédés qui ont été développés pour l'épuration des eaux usées municipales. Ceux-ci peuvent mettre en œuvre quatre principales activités microbiennes: oxydation de la matière organique, nitrification, dénitrification et déphosphatation biologique.

#### 1.3.2.1. Nitrification

L'ammoniac est oxydé en nitrate par deux groupes de bactéries autotrophes. Le premier groupe oxyde l'ammoniac en nitrite, et le deuxième oxyde le nitrite en nitrate. Le principal genre associé à la première étape est *Nitrosomonas* alors que *Nitrobacter* est associé à la deuxième étape (Henze *et al.*, 2000). Ceci dit il existe également d'autres groupes bactériens nitrifiants comme

Nitrospira et Nitrococcus (Henze et al., 2000; Rehm et Reed, 1986; Schmidt et al., 2003).

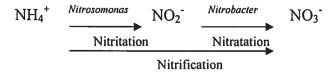


Figure 3: Nitrification.

Les réactions du processus se composent de deux étapes d'oxydation:

$$NH_4^+ + {}^3/_2 O_2 \rightarrow NO_2^- + 2 H^+ + H_2O$$
  
 $NO_2^- + {}^1/_2 O_2 \rightarrow NO_3^-$ 

La nitratation se déroule beaucoup plus rapidement que la nitritation (Henze *et al.*, 2000; Metcalf and Eddy, 2003).

Les bactéries nitrifiantes sont aérobies strictes, c'est-à-dire qu'elles ont besoin d'oxygène dissous (OD) pour achever leur travail. Normalement, il faut avoir approximativement une quantité de 4.6 grammes d'oxygène pour chaque gramme d'ammoniac oxydé (Metcalf and Eddy, 2003; Surampalli et al., 1997; Wett et Rauch, 2003). La vitesse de croissance des bactéries nitrifiantes dépend de la concentration en OD. Elle est minimale quand l'OD est moins de 0.5 mg/L. Les bactéries de nitrification sont plus sensibles à la teneur faible en oxygène que les bactéries hétérotrophes. D'après plusieurs études, la concentration minimale en OD devrait être de 2.0 mg/L pour une opération conventionnelle (Henze et al., 2000; Rehm et Reed, 1986). Par contre, il y a des études qui utilisent de faibles valeurs d'OD pour obtenir une nitrification partielle seulement. Le nitrite qui est alors formé est ensuite éliminé par dénitrification (voir section suivante). Cette façon de faire permet de réduire les coûts d'aération par rapport à un système de nitrification/dénitrification classique où la nitrification est complète. Cette technique est appliquée souvent à un affluent possédant une concentration initiale élevée en ammoniac et un faible ratio en C/N (Jianlong et Ning, 2003; Pollice, Tandoi et Lestingi, 2002; Ruiz, Jeison et Chamy, 2003; Schmidt et al., 2003). Ruiz, Jeison et Chamy (2003) a montré une conversion jusqu'à 98% d'ammoniac et une accumulation de 65% de nitrites dans un milieu avec l'OD limité à 0.7 mg/L pour traiter un affluent de 610 mg N-NH<sub>4</sub>/L. Elle permet d'économiser environ de 20% d'énergie utilisée pour l'aération, de diminuer la demande en substrats organiques pour la dénitrification et la production de boue, et elle stimule la cinétique de dénitrification. Un inconvénient de la nitrification partielle est l'accumulation de nitrites qui est toxique pour la biomasse même à une concentration relativement faible (10-30 mg N-NO<sub>2</sub>/L) (Pollice, Tandoi et Lestingi, 2002).

Les bactéries nitrifiantes sont également autotrophes, donc, elles utilisent le carbone inorganique (carbone dioxyde (CO<sub>2</sub>), carbonate (CO<sub>3</sub><sup>2</sup>), bicarbonate (HCO<sub>3</sub><sup>3</sup>)) pour la synthèse. Dans ce processus, l'ammoniac et le nitrite sont des sources d'énergie (Henze *et al.*, 1995).

Le processus de nitrification et la croissance des bactéries nitrifiantes sont très sensibles aux conditions du milieu, en particulier pour les *Nitrobacters*. Plusieurs facteurs comme le pH, la température, la présence des matières organiques, leurs substrats, et même la lumière peuvent les inhiber (Antoniou *et al.*, 1990; Henze *et al.*, 2002; Surmacz-Gorska, Cichon et Miksch, 1997; Yang, Tay et Liu, 2004).

Le pH optimal pour la croissance de *Nitrosomonas* et *Nitrobacter* est entre 7.5 et 8.5 (Antoniou *et al.*, 1990; Guillen-Jimenez *et al.*, 2000). Les valeurs hors du champ 7.0 et 8.6 peuvent affecter l'efficacité de la nitrification. La dernière s'arrête sous le pH de 6.0 (Wett *et al.*, 1998). Notons que les valeurs rapportées varient quelque peu selon les auteurs (Antoniou *et al.*, 1990; Hunik, Meijer et Tramper, 1992; Hunik, Meijer et Tramper, 1993; Ruiz, Jeison et Chamy, 2003). Durant la nitrification, il y a une production d'acide. Celle-ci correspond à une consommation d'environ de 7.14 grammes d'alcalinité (calculé en CaCO<sub>3</sub>) pour 1 gramme d'ammoniac oxydé en nitrate (Metcalf and Eddy, 2003). Cette consommation pourrait diminuer le pH de la liqueur mixte et provoquer une réduction de la vitesse de croissance des bactéries nitrifiantes. Un contrôle de pH peut donc être requis (St-Arnaud, Bisaillon et Beaudet, 1991). À un pH bas et en présence d'une aération continuelle, le dégagement du CO<sub>2</sub> entraîne une

diminution en carbone inorganique disponible (Wett et Rauch, 2003; Wett et al., 1998; Yang et al., 1999).

Grâce à un effet tampon de l'alcalinité sur le pH du milieu, le bicarbonate de sodium (soda à pâte) est utilisé fréquemment pour augmenter l'alcalinité dans les eaux usées à traiter et c'est également un apport de carbone inorganique pour les bactéries nitrifiantes. D'après Blouin *et al.* (1989), l'alcalinité devrait toujours être au moins huit fois supérieures à la teneur en ammoniac pour assurer un traitement efficace.

La température influence également la nitrification. Une bonne nitrification a lieu entre 30 et 35°C. Et elle est inhibée totalement à plus de 40°C (Sabalowsky, 1999). Le taux d'enlèvement peut diminuer approximativement de moitié pour chaque diminution de 10°C. Ainsi, un système opérant à 30°C peut enlever le même taux d'ammoniac qu'un autre système ayant deux fois plus de capacité mais opérant à 20°C (Henze *et al.*, 2000; Rehm et Reed, 1986; Wett *et al.*, 1998).

La vitesse de nitrification dépend également de la fraction des bactéries nitrifiantes dans la biomasse. Généralement, les bactéries nitrifiantes représentent juste un petit pourcentage dans la biomasse qui est typiquement principalement hétérotrophe. Leur rendement cellulaire est plus faible par rapport à celui des hétérotrophes. Afin d'éviter une concurrence bactérienne avec les hétérotrophes, il faut abattre le carbone en amont (Wett et al., 1998). De plus, il faut maintenir un âge de boue suffisant long pour obtenir une bonne population nitrifiante et éviter le lavage de la boue (Henze et al., 2002; Pollice, Tandoi et Lestingi, 2002). La nitrification serait souvent l'étape limitante du traitement.

Des inhibiteurs organiques comme l'aniline, les acides gras volatiles et le triméthylamine pour les nitrifiants présentent également un rôle important sur l'efficacité de la nitrification (Eilersen, Henze et Kloft, 1994; Xiong et al., 1998). Les bactéries nitrifiantes sont inhibées également même par la forme libre de leurs substrats, soit l'ammoniac libre pour les bactéries oxydant l'ammoniac (AOB) et l'acide nitreux (HNO<sub>2</sub>) pour les bactéries oxydant le nitrite (NOB) (Hunik, Meijer et Tramper, 1992; Hunik, Meijer et Tramper, 1993; Yang, Tay et Liu, 2004). Les

AOB deviennent inhibées à une concentration entre 10 et 150 mg d'ammoniac libre par litre. Les NOB sont plus sensibles et sont inhibées à des concentrations aussi faibles de 0.1 à 1 mg NH<sub>3</sub> libre/L et de 0.22 à 2.8 mg N-HNO<sub>2</sub>/L (Whichard, 2001). Au moment où la biomasse nitrifiante est en contact avec un affluent contenant des inhibiteurs, la nitrification cesse presque immédiatement. Mais une acclimatation est possible. La durée d'acclimatation dépend du type d'inhibiteur et de la biodégradabilité des composés présents dans les eaux usées (Xiong *et al.*, 1998).

#### 1.3.2.2. Dénitrification

La dénitrification est le processus de respiration anaérobie dans lequel le nitrate joue le rôle d'un accepteur d'électron et est transformé en azote moléculaire (N<sub>2</sub>). Autrement dit, la dénitrification se produit quand le niveau d'oxygène est faible et que le nitrate devient la source primaire d'oxygène pour les micro-organismes (Henze *et al.*, 2000; Rehm et Reed, 1986).

Figure 4: Dénitrification.

La chaîne de réaction est la suivante:

$$NO_3 \rightarrow NO_2 \rightarrow NO \rightarrow N_2O \rightarrow N_2$$

ou résumée en une seule réaction comme:

$$C_{10}H_{19}O_3N + 10 NO_3^- \rightarrow 5 N_2 + 10 CO_2 + 3 H_2O + NH_3 + 10 OH^-$$
  
(Metcalf and Eddy, 2003).

La réduction des nitrates est abondante dans la nature. Elle se passe dans n'importe quel lieu, il suffit d'avoir les nitrates et une concentration d'oxygène limitée (nulle ou presque nulle) (Henze *et al.*, 2000; Rehm et Reed, 1986).

La dénitrification se passe avec la présence d'une variété de bactéries (Henze et al., 2000; Metcalf and Eddy, 2003; Rehm et Reed, 1986). La plupart sont facultatives, ceci signifie que si l'oxygène et le nitrate sont présents à la fois

dans le milieu, elles vont consommer l'oxygène d'abord. Elles utilisent un système de respiration cytochromique et produisent l'énergie par phosphorylation. La majorité de ces bactéries sont aussi hétérotrophes. Les substances nutritives nécessaires sont les mêmes que pour les bactéries hétérotrophes aérobies (Henze et al., 2000; Rehm et Reed, 1986).

Une caractéristique de la dénitrification est la production d'alcalinité entraînant l'augmentation du pH (Yang et al., 1999). Une quantité approximative de 3.6 grammes d'alcalinité (calculée en CaCO<sub>3</sub>) est produite par gramme de nitrate réduit en azote moléculaire gazeux. Le pH optimal pour la dénitrification varie entre 6.0 et 7.5 (Henze et al., 2000; Metcalf and Eddy, 2003). D'après Liu et Koenig (2002), la dénitrification est inhibée gravement à un pH de moins de 5.5.

La dénitrification peut avoir lieu sur une large étendue de température qui peut atteindre jusqu'à 60°C (Henze *et al.*, 2000). Pour les bioprocédés de traitement, le processus se déroule normalement entre 5 et 30°C. Dans cet intervalle, la vitesse est proportionnelle à l'augmentation de température.

La source de carbone a aussi un impact important. Les bactéries dénitrifiantes ont besoin d'une source de carbone facilement assimilable assez importante pour être activées. Cette dernière peut être présente dans les eaux usées brutes ou peut être une source externe qui peut prendre la forme de méthanol, d'éthanol, d'acide acétique ou d'acide citrique. La dénitrification peut également avoir lieu par la consommation de substances de réserves ou de matériel libéré par la lyse d'une partie de la biomasse (respiration endogène). La vitesse de croissance microbienne est plus élevée avec le méthanol ou l'acide acétique qu'avec les sources de carbone contenues dans les eaux usées brutes (Isaacs et al., 1994; Louzeiro et al., 2001; Ra et al., 2000; Shin et Jun, 1992; Tam, Leung et Wong, 1994; Tam, Wong et Leung, 1992a; Tam, Wong et Leung, 1992b). Généralement, les bactéries dénitrifiantes sont moins sensibles aux substances chimiques toxiques par rapport aux bactéries nitrifiantes, et elles reprennent plus rapidement l'activité après un choc causé par une modification de la charge (Isaacs et al., 1994).

Les produits intermédiaires de la dénitrification comme le nitrite (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) et les oxydes d'azote (comme NO, N<sub>2</sub>O), qui sont toxiques et indésirables, peuvent être fabriqués si le processus est interrompu (dénitrification incomplète), par exemple à cause d'un manque de substrat. Le nitrite est un inhibiteur des microorganismes et il est utilisé normalement comme un agent de conservation. Le monoxyde d'azote (NO) pourrait être converti en hémioxyde d'azote (N<sub>2</sub>O) dans l'atmosphère. Le dernier est un gaz toxique qui cause l'effet de serre (Henze *et al.*, 2000; Rehm et Reed, 1986).

Dans les dernières années, les microbiologistes ont montré que les bactéries nitrifiantes et dénitrifiantes sont très diversifiées. Il y a plusieurs bactéries dénitrifiantes qui peuvent dénitrifier dans les conditions aérobies (Bock et al., 1995; Helmer et Kunst, 1998). Par exemple, il a été montré que Nitrosomonas europea et Nitrosomonas eutropha ont la capacité de dénitrifier avec une faible teneur en oxygène. Aussi, une grande quantité de microbes hétérotrophes peuvent nitrifier et plusieurs bactéries nitrifiantes hétérotrophes peuvent dénitrifier également dans les conditions aérobie et anaérobie (Helmer et Kunst, 1998; Schmidt et al., 2003). Donc, dans ces cas là, il y a une conversion directe de l'ammoniac en N2. Les processus sont raccourcis et décrits par deux réactions: l'ammoniac est transformé premièrement en nitrites, et puis le dernier est réduit en N2 (Helmer et Kunst, 1998; Villaverde et al., 2000). La souche la plus étudiée est Thiosphaera pantotropha (Helmer et Kunst, 1998).

#### 1.3.2.3. Déphosphatation biologique

La déphosphatation biologique est un mode de traitement des eaux usées qui consiste à enrichir une biomasse en phosphate. Parmi les trois formes de phosphore existant dans les eaux usées (cités dans la partie 1.2.2.2), l'orthophosphate est la forme la plus facile à éliminer (Surampalli et al., 1997). Lorsque placés dans les conditions optimales, certains micro-organismes ont la capacité d'emmagasiner le phosphore en excès sous forme de poly-phosphate. Il est ainsi possible d'augmenter le contenu en phosphore, par unité de poids sec, d'une boue

activée jusqu'à 10% alors qu'elle en contient normalement de 1,5-2% (Comeau, 1990a; Comeau, 1990b; Van Loosdrecht *et al.*, 1997).

Les bactéries ayant cette capacité d'accumulation de polyphosphate sont connues sous l'abréviation PAO (Polyphosphate Accumulatory Organisms). Celle qui est la plus connue est *Acinetobacter* (Comeau, 1990b; Henze *et al.*, 2000; Rehm et Reed, 1986). On a aussi prouvé l'existence de plusieurs autres PAO ayant une grande importance dans les procédés de boues activées.

## Mécanismes de la déphosphatation biologique

La première condition favorisant la croissance d'une population de PAO dans un réacteur à boues activées est la recirculation de boues à travers une alternance de phases anaérobie et aérobie (Comeau, 1990a). Les poly-phosphates intracellulaires produits au cours de la phase aérobie servent de source d'énergie pour les PAO durant la phase anaérobie, avec le glycogène, et leur permettent donc de capter et d'emmagasiner les acides gras volatiles (AGV) sous forme de poly-β-hydroxyalcanoates (PHA) en absence d'un accepteur externe d'électron (Comeau, 1990a; Larose, 1998).

En condition anaérobie, l'acétate est transporté à travers la membrane cellulaire, puis emmagasiné sous forme de poly-β-hydroxyalcanoates (PHA) grâce à l'énergie fournie par la dégradation des réserves de poly-phosphates. Comme il n'y a pas de croissance dans la condition anaérobie chez les PAO, le bris de chaînes de poly-phosphates génère une accumulation intracellulaire de phosphore. Un relargage de phosphore survient lorsque la quantité de phosphates libérée dépasse la capacité de rétention de la cellule. Par ailleurs, le relargage de phosphore est accompagné d'un co-transport de cations métalliques (potassium, magnésium, calcium) hors de la cellule. La présence et le rôle de ces cations, en particulier le potassium et le magnésium, ont une très grande importance sur la bonne marche et l'équilibre ionique du procédé de déphosphatation biologique.

Quand les PAO entrent dans la condition aérobie, elles ont accumulé des réserves de PHA et contiennent une quantité réduite de poly-phosphates. Les PHA produits sont alors utilisés pour la croissance et leur métabolisme contribue au

transport d'ions phosphates (et par le fait de même au co-transport de cations métalliques) et à la production des molécules d'adénosine triphosphate (ATP). L'ATP produit sert alors pour le stockage de phosphate sous forme de polyphosphates. En favorisant le captage des AGV par les PAO et la synthèse de PHA intracellulaire en phase anaérobie, leur croissance est avantagée en phase aérobie puisqu'elles sont les seules bénéficiaires de ces PHA. La déphosphatation biologique est décrite dans la figure 5.

Différentes sources de carbone ont été éprouvées pour stimuler le procédé de déphosphatation biologique, surtout des AGV comme l'acétate, le propionate, le butyrate, le valérate, le formate, le lactate, etc. (Comeau, 1990b; Henze et al., 2000; Larose, 1998). Les AGV courts, principalement l'acétate et le propionate, sont parmi les sources de carbone les plus disponibles pour l'amélioration de l'élimination biologique des nutriments dans l'épuration des eaux usées, surtout pour la dénitrification et déphosphatation biologique (Kargi et Uygur, 2003; Li, Mavinic et Kelly, 2002). De plus, d'autres auteurs ont trouvé que l'addition du glucose à l'affluent donne un effet stimulant similaire par rapport à celui de l'acétate (Choi, Shin et Lee, 1996; Jun et Shin, 1997; Shin et Jun, 1992).

Sous conditions anoxies, des bactéries sont également capables d'accumuler du phosphore, alors que l'oxygène dissous en tant qu'accepteur d'électron est remplacé par les nitrates. Ces organismes sont appelés PAO dénitrifiants. En présence des AGV et en conditions anoxies, Comeau (1990a) distinguent deux types de PAO: les PAO dénitrifiants qui accumulent le phosphore en solution en synthétisant des poly-phosphates comme en présence d'oxygène et les PAO non-dénitrifiants qui relarguent le phosphore comme en phase anaérobie. L'effet net du relargage et de l'accumulation des phosphates en conditions anoxies dépend essentiellement de l'importance et de l'activité relative des deux groupes de bactéries déphosphatantes. Kerrn-Jespersen et Henze (1993) ont trouvé que la déphosphatation biologique sera plus rapide dans les conditions aérobies qu'anoxies car les PAO dénitrifiants sont en minorité. Gerber, Mostert et al. (1987) observent pour leur part qu'en période aérobie ou anoxie, la présence

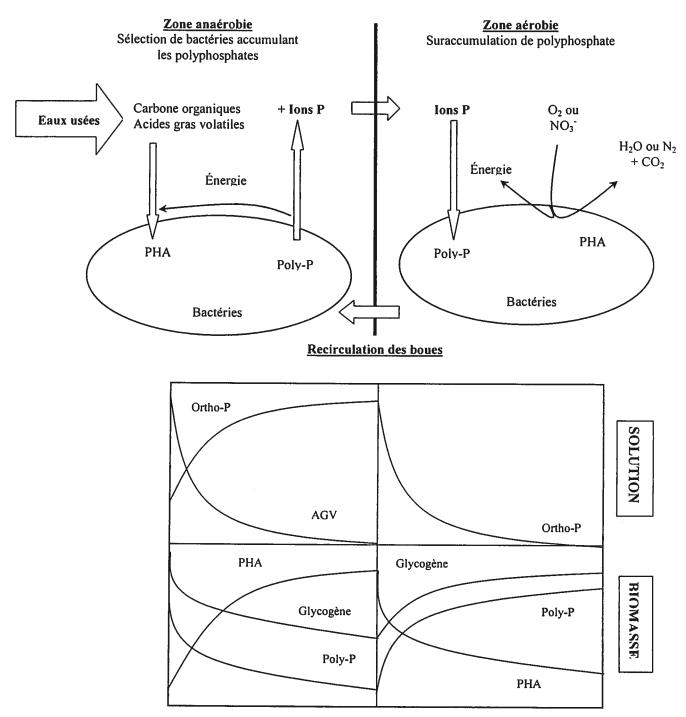


Figure 5: Principes de la déphosphatation biologique et évolution simplifiée des concentrations en ions P, polyphosphates, acides gras volatiles et polyhydroxyalcanoates entre phase aérobie et phase anaérobie. (modifié à partir de Van Loosdrecht, Hooijmans et al. (1997)

d'AGV induit un relargage de phosphore. Cependant, une accumulation simultanée du phosphore survient également, ce qui a pour conséquence de réduire le niveau de phosphore relargué par rapport à des conditions strictement anaérobies.

Cloete et Oosthuizen (2001) ont suggéré un autre mécanisme d'enlèvement du phosphore par les boues activées qui impliquerait les exopolymères extracellulaires (EPS). Après avoir étudié les agrégats cellulaires des bactéries déphosphatantes par une méthode de caractérisation quantitative in situ, les résultats montrent que les agrégats cellulaires associés aux EPS contiennent environ 57-59% de phosphore, alors que les EPS seuls contiennent eux-mêmes déjà 27-30% de phosphore. Donc, les auteurs avancent l'hypothèse que les EPS sont un réservoir de phosphore (Gaspard, 2002).

La déphosphatation biologique est influencée fortement par le pH (Ndegwa, 2004; Zhu, Luo et Ndegwa, 2001a; Zhu, Luo et Ndegwa, 2001b) parce que le pH décide le niveau de solubilité d'ortho-phosphate dans le lisier. Le pH trop bas cause une re-dissolution d'ortho-phosphate qui avait déjà précipité précédemment. Durant la phase anaérobie où se passe l'accumulation des AGV, l'élevation du pH entraîne une augmentation du métabolisme de libération du phosphore (Smolders, Vanloosdrecht et Heijnen, 1994; Zhu, Luo et Ndegwa, 2001a). Le transport de l'acétate à faible pH requiert moins d'énergie, ce qui résulte en une sollicitation moins importante des chaînes de poly-phosphate. Un pH de 6.8 à 7.0 est proposé par (Wen-Tso *et al.*, 1996) pour le métabolisme anaérobie parce qu'à ce pH un taux relativement élevé de captage d'acétate accompagné d'une consommation moindre d'énergie peut être maintenu par les PAO.

#### 1.3.3. Biofiltration

#### 1.3.3.1. Généralité

Le traitement des eaux usées par un biofiltre est un procédé à film fixe. Les bactéries se développent sous forme de biofilm sur un support solide. Les supports solides pour l'attachement des populations microbiennes peuvent être fait de matériaux inertes comme le plastique ou la pierre concassée (Metcalf and Eddy, 2003) ou de matériaux organiques comme la tourbe (Coleman et Gaudet, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987).

Le biofiltre peut être submergé ou à percolation. Avec une humidité relativement élevée, une température stable et un apport de nutriments continuel, l'environnement intérieur du biofiltre est idéal pour la propagation des microorganismes (Sabalowsky, 1999). Le biofilm formé dans le biofiltre contient généralement une couche biologique de bactérie, protozoaire, champignon, etc. Lorsque les eaux usées passent à travers le biofilm, les composés organiques solubles sont diffusés dans le biofilm. Ils sont ensuite absorbés et métabolisés par les micro-organismes présents. Les matériaux organiques colloïdaux absorbés sur le biofilm peuvent être solubilisés par les enzymes extracellulaires. Les microorganismes près de la surface du biofilm, où les concentrations de substrats sont élevées, croissent rapidement. L'oxygène moléculaire diffusé dans le biofilm joue le rôle d'un accepteur d'électron dans le métabolisme aérobie. Avec la croissance des microorganismes, l'épaisseur du biofilm augmente et l'oxygène est consommé dans la couche externe. Une couche anaérobie est alors formée entre la couche aérobie et la surface du support. L'épaisseur du biofilm peut être de 1-2 mm ou plus avec une zone aérobie de 0.1-0.2 mm d'épaisseur. Les organismes près du support sont mis dans la condition de respiration endogénique et ils perdent la capacité d'attachement aux surfaces. La force de cisaillement causée par le passage d'affluent peut alors enlever des sections de biofilm, ce qui sera suivi par la formation d'une nouvelle couche de biofilm (Bishop, 1997; Henze et al., 2000).

#### 1.3.3.2. Biofiltre à tourbe

#### 1.3.3.2.1. La tourbe

La tourbe est un produit à bas prix qui est présent dans plusieurs régions du monde (Ringqvist, Holmgren et Oborn, 2002; Viraraghavan et Mihial, 1995). Elle est formée par la décomposition au fond des étangs de sphaigne, de carex et

d'autres végétaux en condition pauvre en oxygène. L'accumulation de la tourbe, qui définit l'écosystème tourbière, est la résultante de deux processus: la production de matières organiques par la végétation tourbigène et la décomposition, limitée par l'acidité et l'anoxie du milieu. L'accumulation traduit un déséquilibre entre eux, les quantités produites étant supérieures aux quantités décomposées. L'importance relative de la production et de la composition est déterminée par les interactions entre les paramètres allogènes (climat, contexte géomorphologique, morphométrie du site, perturbation) et autogènes (succession végétale, hydrologie interne) (Couillard, 1992; Couillard, 1994; Muller, 2002). L'examination de micromorphologie et la composition macérale de la tourbe ont montré qu'il existe des différences entre des endroits (Hawke, Martini et Stasiuk, 1999).

Depuis les deux dernières décennies, la tourbe est beaucoup étudiée. Elle est utilisée depuis 1971 comme lit de biofiltration grâce à sa capacité d'enlever des impuretés des eaux usées (Couillard, 1992; Couillard, 1994). L'observation microscopique a montré qu'elle est un matériel complexe, polaire et poreux. Elle possède en conséquence une capacité d'absorption élevée. Dans la condition naturelle, elle peut absorber plusieurs éléments comme les métaux et des matières organiques polaires (Brown, Gill et Allen, 2000; Tanjore et Viraraghavan, 1997; Viraraghavan et Alfaro, 1998; Viraraghavan et Ayyaswami, 1987; Viraraghavan et Dronamraju, 1993; Viraraghavan et Kapoor, 1995; Viraraghavan et Mathavan, 1989; Viraraghavan et Mihial, 1995; Viraraghavan et Slough, 1999). Une tourbe décomposée partiellement pourrait avoir une porosité de 95% et une superficie spécifique de 200 m²/g. Elle est caractérisée par une couleur brune et elle se compose normalement de deux constituants principaux: la lignine et la cellulose (Viraraghavan et Ayyaswami, 1987). Les propriétés de la tourbe dépendent de facteurs comme les conditions d'existence et de formation, la manière de récupération, etc. (Hawke, Martini et Stasiuk, 1999). Des tourbes de grosses fibres ont une grande structure poreuse dont la capacité de rétention de l'eau est importante (environ de 90%). Son humidité affecte l'activité microbienne (Couillard, 1994). Cet auteur a affirmé qu'à une humidité plus élevée de 85%,

l'activité microbienne diminue nettement et à celle moins de 30%, cette activité cessera entièrement. Quant au pH, il influence la structure et les propriétés de la tourbe. Normalement, son pH est autour de 4.0 (à cause de la présence des acides). Sa structure se dégrade à pH supérieur de 9.0 et inférieur de 3.0 (Couillard, 1994).

#### 1.3.3.2.2. Le biofiltre à tourbe

Les bioréacteurs à lit de tourbe représentent un type particulier de biofiltre à percolation. Dans ce système, une phase liquide avec l'air passent à travers un milieu organique solide (la tourbe qui joue le rôle d'un support pour l'attachement des microbes). Il y a alors un processus d'adsorption et une dégradation biologique aérobie des nutriments présents dans la phase liquide. Ces nutriments peuvent être transférés également par l'air, dans le cas de traitement des odeurs. L'efficacité et la proportion entre le processus d'adsorption et la biodégradation dans l'élimination des nutriments varient selon les conditions du milieu solide utilisé: le pH, la nature du milieu solide, la température. L'adsorption des solutés sur la surface de la tourbe peut aider ou inhiber la dégradation postérieure par des micro-organismes (Le Bihan et Lessard, 2000; McNevin et Barford, 1998).

L'efficacité de traitement dépend de la nature de la tourbe, de la hauteur de la couche, de la charge hydraulique, de la charge organique d'affluent (Couillard, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987). La méthode de distribution (la charge hydraulique, la pression) n'a pas d'influence significative sur le traitement (Rizzuti et al., 2002).

Comme les autres types de biofiltre, pour obtenir de bons résultats de traitement, on doit appliquer une charge organique convenable. Les recherches réalisées ont montré que la charge hydraulique ne doit pas dépasser 8 cm/jours si le DBO<sub>5</sub> de l'affluent est de 200-250 mg/L (Couillard, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987). Ces paramètres sont assez faibles par rapport à un biofiltre conventionnel qui peut fonctionner à une concentration plus élevée. Quant à la température optimale, elle est autour de 20°C (Couillard, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987). À une telle température et avec une charge suffisamment

faible, la croissance microbienne sur la tourbe est limitée. Alors, cette caractéristique aide à diminuer la quantité de boue formée qui, contrairement aux autres types de biofiltre, n'est pas évacuée du lit filtrant. En générale, un biofiltre à tourbe est prévu d'être colmaté après quelques années de fonctionnement.

Les désavantages principaux de l'utilisation de la tourbe sont le problème de la coloration de l'effluent à cause de la présence de cendre dans la tourbe, et le rejet de DCO par la décomposition de la tourbe dans les conditions défavorables.

# 1.3.3.3. Exemples

Différents types de tourbe ont été expérimentés et le rendement d'enlèvement observé varie selon la porosité, la teneur en cendre, la teneur en acides, la teneur en cellulose, etc. (Rizzuti et al., 2002). La méthode conventionnelle de traitement des eaux usées par la tourbe est l'utilisation d'un bassin avec des couches de sable, de tourbe, et de gravier. Une fosse septique conventionnelle suivie d'un biofiltre à tourbe peut éliminer plus de 95% des coliformes, et plus de 75% de DBO5 (Brooks, Rock et Struchtemeyer, 1984; Coleman et Gaudet, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987; Viraraghavan et Dronamraju, 1993). Certains auteurs ont mentionné également que la tourbe avait une capacité de retenir l'azote et le phosphore (Rizzuti et al., 2002). D'autres contestent cette affirmation (Rana et Viraraghavan, 1987). D'après eux, l'utilisation seule de la tourbe ne peut pas éliminer le phosphore. Selon les résultats d'expériences réalisées avec des colonnes à tourbe, Rana et Viraraghavan (1987) affirment que l'enlèvement de phosphore n'est pas dû à l'absorption mais plutôt à l'activité microbienne. De même, Couillard (1994) a conclut que l'élimination de l'azote par la tourbe est attribuée à la nitrification et à la dénitrification biologiques. Il a mentionné aussi que l'ammoniac pouvait être facilement éliminé par volatilisation en utilisant de la tourbe de faible humidité. Mais lorsque le pH est bas, la volatilisation de l'ammoniac est limitée (Couillard, 1994).

L'évaluation des performances des bassins utilisés pour traiter les effluents de fosses septiques avec une couche de 75 cm de tourbe (à grande échelle, dont le

résultat du traitement correspond avec celui de 30 cm au laboratoire) a montré une efficacité de plus de 90% pour la DBO et de plus de 80% pour la DCO, ainsi qu'une réduction significative de la concentration de phosphore et d'azote (Brooks, Rock et Struchtemeyer, 1984).

## 1.3.4. Boues activées

#### 1.3.4.1. Généralité

Le processus d'épuration par boues activées est très répandu. Son développement est dû à ses excellentes performances vis-à-vis des pollutions carbonée, azotée et phosphorée. Le principe de ce procédé est vraiment simple; la biomasse bactérienne libre élimine les composés polluants par un processus contenant des séquences de phase aérobie, anoxique et anaérobie. Le bassin d'aération reçoit l'affluent prétraité, par exemple dégrillé, dessablé et dégraissé. La biomasse dispersée absorbe et élimine une partie plus ou moins importante de la pollution. La pollution de type soluble ou colloïdal est transférée aux bactéries pour former les boues activées. La boue biologique est constituée de bactéries et de matière polluante qui forme un floc. Ce floc assure l'élimination par adsorption et assimilation de la matière organique. Les bactéries floculées décantent facilement. Ainsi après la dégradation de la matière organique par la biomasse, la séparation de l'eau claire et des boues est réalisée par simple gravité dans un décanteur secondaire ou soit dans le même bassin. Les conditions aérobies sont assurées par un système d'aération-brassage de la liqueur mixte (mélange de l'eau usée à traiter et des boues activées). L'aération est assurée par turbine, par insufflation d'air ou par ponts brosse dans le cas des chenaux d'oxydation. La recirculation et l'extraction des boues biologiques permettent le maintien d'une biomasse constante dans les bassins. Le rendement d'épuration dépend de la charge massique de l'installation et il peut atteindre aux alentours de 90% pour tous les paramètres (Gaspard, 2002; Lee et al., 1997). Le procédé par boue activée est un des procédés les plus efficaces en terme de rendement épuratoire et de fiabilité (Gaspard, 2002; Shin et Jun, 1992; Vallée et al., 1989).

La communauté microbienne prédominante dans les boues activées est constituée de bactéries organotrophes. Elles sont pour la plupart agrégées sous forme de flocs, mais il y a aussi des bactéries dispersées dans la phase liquide. Dans les flocs (de 100-200 µm de diamètre) les conditions de croissance ne sont pas optimales. Donc, il y a au moins 50% de bactérie qui sont moribondes ou mortes. Pourtant, les flocs contiennent encore 10<sup>7</sup>-10<sup>9</sup> cellules vivantes/g de poids sec. Les levures et champignons présents dans les boues ne peuvent pas dominer sauf s'il y a une condition exceptionnelle comme une concentration élevée de sucre ou une alimentation constante de substances organo-chimiques huileuses.

Le traitement simultané de nitrification et dénitrification par les boues activées est affecté par plusieurs facteurs. La source de carbone est considérée le plus important. On a trouvé que le ratio DCOt/NKT (demande chimique en oxygène totale/azote total dosé par la méthode Kjeldahl) de 7.0 permet une dénitrification complète pour le traitement des eaux usées domestiques (Lee et al., 1997; Pochana et Keller, 1999). Et celui-là doit être au moins de 9.0 pour avoir une bonne élimination simultanée d'azote et de phosphore (Goronszy, 1992). Pour leur part, Isaacs et Henze (1994) ont proposé les proportions suivantes: DCO/P de 1.5-2.5 (g/g) pour la déphosphatation et DCO/N de 3.5-4.5 pour la dénitrification. Les résultats de Pochana et Keller (1999) indiquent que le rôle de la DCOs (demande chimique en oxygène soluble) est plus important que celui de la DCOt. Tous les ratios donnés dans cet article sont différents avec celui donné par Kargi et Uygur (2002) qui ont effectué des expériences avec un réacteur biologique séquentiel (RBS - qui est un type de bioréacteur à boues activées). Le ratio général pour un enlèvement efficace des substances nutritives est de 100/2/0.54 (DCO/ N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/ P-PO<sub>4</sub><sup>3</sup>), avec la DCO initiale est de 1200 mg/L.

La charge organique de l'affluent est donc un paramètre primordial pour la dénitrification et déphosphatation biologique dans le bassin. Si la charge organique est faible, les nitrates vont persister et vont affecter le dégagement du phosphore. Une partie significative de la charge organique est consommée dans la dénitrification. Ainsi, si la disponibilité de carbone biodégradable pour les PAO est trop réduite, cela provoque une détérioration de la déphosphatation biologique

(Furumai et al., 1999). Un affluent ayant une forte charge d'azote pourrait aussi diminuer l'efficacité du traitement (Lee et al., 1997).

# 1.3.4.2. Réacteur biologique séquentiel

Le procédé RBS (Réacteur Biologique Séquentiel) est une technologie modifiée de traitement par boues activées pour les eaux usées municipales et industrielles (Coelho, Russo et Araujo, 2000). Contrairement aux technologies conventionnelles, le RBS effectue toutes les étapes de traitement dans un même bassin. Il en résulte une nette économie d'espace, une simplification appréciable des opérations et un meilleur contrôle des étapes de traitement. Un autre avantage du RBS est sa flexibilité puisque des changements majeurs peuvent être apportés en modifiant simplement la séquence d'opération. Depuis les années 1970, il y a eu plus de recherches approfondies sur l'application de RBS dans le traitement des eaux usées.

Normalement, les séquences d'opération d'un RBS comprennent 5 étapes. comme décrit dans la figure 6. La première est le remplissage durant lequel le bassin contenant déjà la biomasse (la boue activée) est rempli par un affluent à traiter jusqu'à ce que le niveau maximum soit atteint. Ceci est suivi d'une étape de réaction qui se déroule par le contact entre la biomasse et l'eau usée à traiter. Pendant cette étape, les quatre activités biologiques (oxydation des matières organiques, nitrification, dénitrification et déphosphatation) peuvent toutes avoir lieu en variant les conditions d'aération. L'élimination de carbone, d'azote et de phosphore peut alors être réalisée. Après le traitement, le réacteur est laissé au repos pour favoriser la séparation entre les solides et le liquide par sédimentation gravitaire. Ensuite, l'effluent clarifié est retiré. Une partie de la biomasse est aussi enlevée pour contrôler le volume de boue nécessaire au traitement des prochains affluents. Alternativement, la boue peut être soutirée durant la phase de réaction, sous forme de liqueur mixte. À la fin d'un cycle, une cinquième étape de repos de boue pourrait être appliquée en attendant la préparation d'une nouvelle batch. Cette étape est connue souvent sous un terme anglais «idle» (Coelho, Russo et Araujo, 2000; Hu et al., 2004; Kargi et Uygur, 2002).

Les cycles proposés pour un traitement du lisier par un seul RBS durent généralement de 4 à 24h, la durée étant dépendante de la charge, de l'aération, etc. Ils commencent souvent avec une phase anaérobie, puis aérobie, anoxie et enfin soit une phase anoxie ou aérobie (Bortone et al., 1992; Carucci et al., 1994; Coelho, Russo et Araujo, 2000; Kargi et Uygur, 2002; Lee, Jeon et Park, 2001; Lee et al., 1997; Pochana et Keller, 1999; Ra, Lo et Mavinic, 1999; Ringqvist, Holmgren et Oborn, 2002; Tilche et al., 1999). Il peut aussi y avoir plusieurs courtes alternances de conditions anoxie/aérobie (Kargi et Uygur, 2002; Obaja et al., 2003; Pochana et Keller, 1999) ce qui donnerait une efficacité plus élevée qu'une longue séquence d'anoxie/aérobie (Kargi et Uygur, 2002).

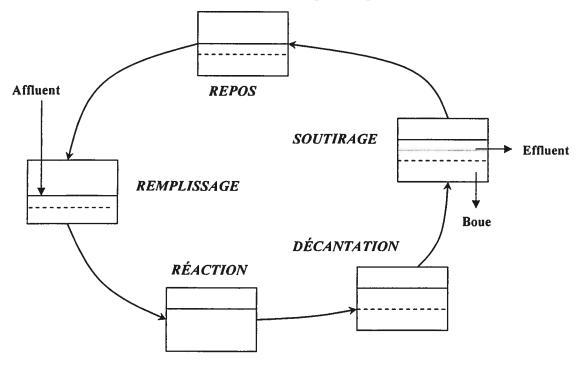


Figure 6: Les étapes d'un traitement par RBS.

Bien que le RBS ait montré une grande efficacité pour l'élimination biologique des charges polluantes et organiques des eaux usées, jusqu'à présent, il n'y a que quelques études sur le traitement d'un affluent concentré comme le lisier du porc (Bernet et al., 2000; Bortone et al., 1992; Choi et Eum, 2002; Hu et al., 2004; Obaja et al., 2003; Ra et al., 2000).

#### **1.3.4.3. Exemples**

Des auteurs ont évalué qu'un RBS pouvait être approprié pour le traitement du lisier de porc (Bernet *et al.*, 2000; Bortone *et al.*, 1992; Obaja *et al.*, 2003; Tilche *et al.*, 1999). Edgerton *et al.* (2000) ont utilisé un RBS pour traiter le lisier dilué. Le cycle de 8 h (les 2 premières heures sont anaérobies, l'aérobie dure 3.5 h et l'anoxie est 2.5 h) était alimenté par un affluent dont la charge organique (DCO de 2106 à 6000 mg/L) et la charge fertilisante (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>: de 391 à 669 mg/L; P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>: de 33.5 à 80.9 mg/L) sont assez élevées par rapport aux eaux usées municipales. Le temps de rétention hydraulique (HRT) était de 6.7 jours. L'azote était réduit de plus de 99%, et l'élimination de la DCO était également considérable (79%). L'enlèvement du phosphore était moins bon mais il représentait quand même 49%.

Récemment, Obaja *et al.* (2003) ont réalisé des expériences avec un affluent de lisier dilué dont la teneur en azote et en phosphore était plus élevée par rapport aux expériences précédentes (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>: 1500 mg/L; P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>: 144 mg/L; DCO: >3600 mg/L; cycle de 8 h et HRT d'un jour). L'enlèvement de l'azote et du phosphore était de plus de 95%. Le cycle commençait avec la phase anaérobie (2 h), puis 4 h d'aération et d'agitation et enfin 1 h d'agitation sans aérer. Une source externe de carbone (d'acide acétique plus de 2000 mg/L) était ajoutée au début de la phase anoxie en vue d'assurer le substrat nécessaire pour la dénitrification.

# 1.3.5. Traitement aérobie thermophile

Les traitements aérobies thermophiles sont des procédés biologiques où la température est supérieure à 55°C. Les recherches effectuées sur des procédés opérés dans ces conditions ont montré qu'ils ont la capacité de stabiliser efficacement différentes matières. Ils sont efficaces pour les eaux usées fortement chargées comme le lisier animal ou les eaux usées d'usines de bière (Beaudet et al., 1990; Blackburn, 2001; Lapara et Alleman, 1999; Pagilla, Kim et Cheunbarn, 2000; Zvauya, Parawira et Mawadza, 1994). Ces systèmes combinent plusieurs des avantages reconnus pour les traitements anaérobies et les systèmes

mésophiles. La majorité des traitements thermophiles sont auto-chauffants grâce aux réactions métaboliques microbiennes (Beaudet *et al.*, 1990; Pagilla, Kim et Cheunbarn, 2000; Tremblay, 2003). La principale application de cette technologie est pour la digestion des boues générées par les usines de traitement des eaux usées. On réfère généralement au terme ATAD («Autothermal thermophilic aerobic digestion») pour désigner ces procédés. En 2000, on dénombrait 10 usines de type ATAD au Canada, 25 au Etats-Unis et plus de 40 en Europe (Metcalf and Eddy, 2003).

En présence d'une forte charge organique, le procédé peut être autochauffant. Le procédé se déroule d'abord par l'oxydation de la matière organique par les microorganismes mésophiles. Si le réacteur est conçu pour conserver efficacement la chaleur produite par ces réactions exothermiques, la température du liquide s'élève. Puis avec cette hausse de la température, l'activité des bactéries mésophiles est réduite et remplacée par celle des bactéries thermophiles. Alors, à leur tour, ils génèrent de la chaleur ce qui permet le maintien des conditions thermophiles du bioréacteur (Burt *et al.*, 1990; Lapara et Alleman, 1999).

Les conditions d'opération d'un bioréacteur thermophile ne permettent pas la croissance des bactéries nitrifiantes et déphosphatantes. Par contre, avec une aération intensive, un pH élevé et une haute température, l'azote ammoniacal peut être réduit par volatilisation (Beaudet *et al.*, 1990; Juteau *et al.*, 2004). Ce dernier peut être récupéré par absorption dans une solution acide.

Les procédés aérobies thermophiles présentent plusieurs avantages comme les procédés anaérobies, tels que peu de boues, de biomasse ou de solides générés lors du traitement (Beaudet et al., 1990; Malladi et Ingham, 1993). De plus, ils permettent d'éliminer les microorganismes potentiellement pathogènes (Beaudet et al., 1990; Burt et al., 1990; Cheunbarn et Pagilla, 1999; Juteau et al., 2004; Lapara et Alleman, 1999; Zvauya, Parawira et Mawadza, 1994) et le traitement des résidus est plus rapide que les systèmes conventionnels mésophiles (Lapara, Konopka et Alleman, 2000; LaPara et al., 2000; Zvauya, Parawira et Mawadza, 1994).

Depuis les années 80, les chercheurs de l'INRS-IAF ont mené plusieurs études sur le traitement du lisier de porc en utilisant le traitement aérobie thermophile (Beaudet et al., 1990; Juteau et al., 2004). Au début de 2001, une nouvelle étude était effectuée avec plusieurs améliorations et ses résultats ont montré une performance appréciable. Ce traitement partiel génère des sousproduits stables (effluent liquide, solides, sel d'ammonium) qui peuvent être valorisés comme fertilisants de bonne qualité. Cependant, pour avoir un traitement complet, permettant le rejet de l'effluent au cours d'eau ou son utilisation comme eau de lavage dans les porcheries, un traitement complémentaire sera nécessaire. C'est là le sujet du présent travail.

# Chapitre 2: MATÉRIEL ET MÉTHODES

#### 2.1. Affluent

Le lisier de porc utilisé pour le traitement aérobie thermophile provient de la ferme d'engraissement de monsieur Marc Aubin qui est située à Prévost (Québec). Le nombre de porcs de l'élevage s'élève à 600. Le lisier a été prélevé dans la partie supérieure de la préfosse à l'aide d'une pompe submersible. Les déjections ont été tamisées grossièrement afin d'enlever les particules pouvant obstruer les différentes pompes du système thermophile. Le lisier a été conservé dans des barils de 106 litres à 4°C. Ce lisier a été traité dans un réacteur aérobie thermophile dans lequel la température était limitée à 60°C, tel que décrit par Juteau et al. (2004). L'effluent du bioréacteur thermophile était ensuite conservé à 4°C pour les usages à court terme et à -18°C pour les usages à long terme. Il a ensuite été centrifugé à 4000 X g pendant 30 minutes à 4°C à l'aide d'une centrifugeuse modèle Avanti J-25 (Beckman Instrument, Fullerton, CA, É.U.) utilisant un rotor JLA 10,500 et des bouteilles de 500 mL afin de retirer la majeure partie des solides. Cet effluent centrifugé a été utilisé pour les différentes expériences sauf pour les deux premiers essais avec le RBS où de l'effluent non centrifugé a été employé. Donc, pour le reste du texte, ce liquide sera simplement nommé «affluent». Cet affluent a été conservé à 4°C ou -18°C dans les sceaux de 20L.

#### 2.2. Inoculum

Pour la biofiltration sur un lit de tourbe, un mélange de compost de marque Fertilo (Fafard & Frères Inc., St-Guillaume, QC, CAN.) et de l'eau provenant du robinet avec une proportion volumique de 1:1 a été préparé et agité pendant au moins 3 heures. Ce mélange a été ensuite filtré sur le coton fromage plusieurs fois pour enlever les solides en suspensions avant d'être utilisé comme inoculum.

Pour le réacteur biologique séquentiel, l'inoculum utilisé pour les quatre premières expériences était la boue activée récupérée de l'usine de traitement des eaux usées de Vaudreuil (Québec). Cette usine traite les eaux usées municipales qui sont faibles en azote ammoniacal. Son âge de boue était contrôlé à 5 jours.

Pour les deux dernières expériences, l'inoculum était modifié par l'ajout à la boue activée d'un extrait de compost (préparé comme présenté ci-dessus), d'un extrait de sol (préparé comme l'extrait de compost sauf que le compost était remplacé par le sol de jardin) et d'une suspension commerciale de bactéries nitrifiantes nommée Cycle (Nutrafin, Rolf C. Hagen Inc., Montréal, QC, CAN.). La proportion volumique était de 7:1:1:1 respectivement.

#### 2.3. Biofiltre

Deux biofiltres de 5.25 cm de diamètre et de 80 cm de hauteur ont été construits à l'aide de tuyaux de chlorure de polyvinyle (PVC) transparents. Chaque biofiltre se composait initialement d'une couche de tourbe de 50 cm au dessus d'une couche de sable blanc de 7 cm et d'une couche de gravelle de 10 cm. Dans la deuxième expérience, une couche de sable blanc de 7 cm et une couche de gravelle de 10 cm étaient ajoutées sur la couche de tourbe. La tourbe utilisée était de type Spaghum (Premier Horticulture Inc., Rivière-du-Loup, QC, CAN.) et elle a été tamisée pour obtenir des particules dont la taille était comprise entre 0.3 et 0.5 cm. La figure 7 présente le schéma du montage.

Durant les expériences avec la biofiltration sur un lit de tourbe, l'affluent était dilué avec l'eau du robinet pour obtenir une charge organique désirée (en se basant sur la DCO). Ensuite, il était pompé au haut du biofiltre. L'affluent traversait le biofiltre et l'effluent sortait en bas grâce à la force gravitaire. Le tuyau de soutirage d'effluent a été monté à la hauteur de 15 cm du fond pour former une partie de tourbe submergée dans le liquide (principe de vases communicants). À même hauteur, un tuyau de 0.2 cm de diamètre a été inséré afin d'injecter de l'air. Cette configuration a séparé la colonne en deux parties correspondantes à une zone anoxique et submergée (partie inférieure) et une zone aérobie (partie supérieure).

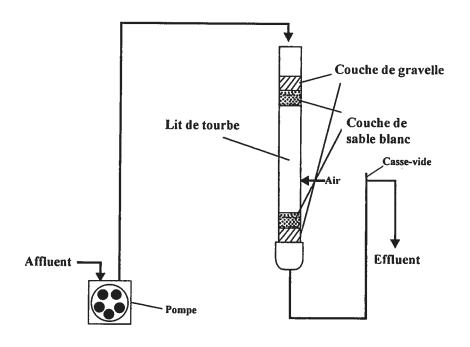


Figure 7: Montage du biofiltre à tourbe.

Une seule pompe péristaltique à deux canaux modèle C/L 1-100 rpm (Cole-Parmer Instruments Co., Chicago, IL, É.U.) a alimenté les deux biofiltres pour assurer le même débit d'affluent.

Les deux biofiltres ont d'abord été lavés en faisant couler environ de 800 mL d'eau par jour pendant une semaine pour enlever les composés organiques solubles et de couleurs brunes présentes dans la tourbe. Ensuite, durant la deuxième semaine, un mélange de l'inoculum (voir section 2.2) et de l'affluent dilué 5-7x (ratio 1/1) a été pompé en vue de favoriser l'implantation d'une population microbienne. À partir de la troisième semaine, l'affluent dilué (5-7x) était pompé pour tester l'efficacité du traitement par le lit de tourbe.

La charge hydraulique initiale était 200 mL/jour pour les deux colonnes. Grâce à des minuteries modèles DT17 de 14 programmes pour 7 jours (Intermatic Inc., Spring Grore, IL, É.U.) l'alimentation était divisée en 6 périodes de 190 minutes par jour entrecoupées de périodes de 50 minutes d'arrêt, le tout correspondant à 19 heures d'alimentation et 5 heures de repos. Le débit durant les

périodes de pompage était de 176 μl/min. L'aération était continuelle durant toute la période d'expérimentation.

### 2.4. Réacteur biologique séquentiel

Pour les cinq premières expériences, le montage expérimental était constitué d'un seul bioréacteur biologique séquentiel. Pour la sixième, un deuxième a été ajouté. Chaque bioréacteur était constitué d'une colonne en PVC transparent de 5.25 cm de diamètre par 80 cm de hauteur. Lors de traitement, le volume utile du réacteur était de 1 à 1.1 L (ceci correspond approximativement à une hauteur de 50 cm). Le montage du RBS est présenté dans la figure 8.

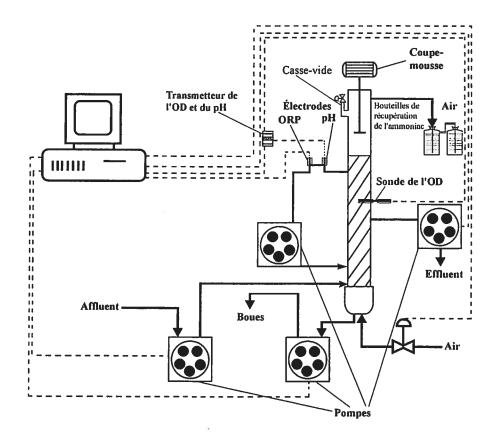


Figure 8: Montage du RBS.

Une pompe de recirculation a été utilisée pour assurer un mélange même pendant les périodes anoxiques. Pour ce faire, une pompe péristaltique (modèle Masterflex 6-600 rpm, Cole-Parmer) soutirait de la liqueur mixte au haut du

bioréacteur et la réinjectait au bas de celui-ci. Le débit de recirculation était de 100 mL/min. Sur le trajet de la recirculation, des électrodes étaient insérées pour mesurer le pH et l'ORP. Les signaux de l'ORP ont été transmis directement à un convertisseur analogique/numérique (PersonalDaq 56, Omega Engineering, Stamford, CT, E.U.) relié à l'ordinateur via une connexion au port USB. Pour le pH, l'électrode était branchée à un contrôleur (modèle PHCN37, Omega Engineering) lui-même connecté au convertisseur analogique/numérique. C'est seulement à partir de la quatrième expérience que le pH a été contrôlé automatiquement. Pour l'expérience 4 et le début de l'expérience 5, de l'acide était injecté à la demande par une pompe modèle C/L (Cole-Parmer) branchée au contrôleur de pH. Pour le reste de l'expérience 5 et pour l'expérience 6, de l'acide ou de la base était injectée à la demande par un algorithme de contrôle implanté sur l'ordinateur. Dans ce dernier cas, les pompes pour l'acide et la base étaient connectées au convertisseur analogique/numérique via des relais. La consigne était de 7.4  $\pm$  0.2, 7.4  $\pm$  0.2 et 7.8  $\pm$  0.2 pour les trois dernières expériences respectivement (RBS 4, 5 et 6).

L'aération était réalisée par injection d'air comprimé grâce à une valve solénoïde (ASCO, Brantroford, ON, CAN.) via un diffuseur d'un cm de diamètre et de 3 cm de longueur (Rolf C. Hagen Inc.). Dans les cinq premiers essais, l'air passait par un rotamètre sur-dimensionné (0-24 L/min). En conséquence, le débit d'air était ajusté de manière imprécise à environ 1.5 L/min. Au 6<sup>e</sup> essai, ce rotamètre a été remplacé par un autre de plus petites dimensions (0-500 mL/min). Le débit d'air a alors été ajusté à 300 mL/min. Cette aération a été maintenue pour que l'OD de la liqueur mixte varie de 1 à 7 mg/L pendant la phase aérobie. L'OD était mesuré continuellement par une sonde (Mettler Toledo, Urdorf, Allemagne) et les valeurs ont été envoyées à un transmetteur (model 4100, Mettler Toledo) branché avec l'ordinateur via le convertisseur analogique/numérique. Les gaz s'échappant du réacteur étaient acheminés vers deux bouteilles contenant 150 mL d'acide HCl 0.1N pour la récupération de l'ammoniac par absorption.

En haut, un moteur RZR1-64 de 70W (Caframo, Wiarton, ON, CAN.) branché à une hélice en acier inoxydable a été installé pour détruire la mousse

formée durant la phase aérobie en vue d'éviter le débordement lors des essais 4 à 5. L'hélice était à environ de 15 cm plus haut que la surface de la liqueur mixte. Avant l'installation de ce moteur, c'était de l'huile de silicone (diméthylpolysiloxane, 20 centistokes, Sigma-Aldrich, Saint-Louis, MO, É.U.) qui a été utilisé pour éliminer le moussage.

Le deuxième bioréacteur utilisé lors de la sixième expérience était identique au premier RBS sauf pour l'ajustement du pH qui était réalisé avec du NaOH pour le premier et avec du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pour le deuxième. Aussi, il y avait une mesure de l'OD seulement dans le deuxième réacteur.

Chaque batch débutait par le pompage de l'affluent dans le bioréacteur à partir d'un réservoir maintenu à 4°C dans un petit réfrigérateur placé en dessous du montage. Il y avait ensuite une période de réaction qui, dans certains essais, était divisée en étapes aérées et non aérées. Suivait ensuite une période de décantation puis de soutirage de l'effluent qui était acheminé à un réservoir réfrigéré. La batch se terminait par une période d'attente qui était utilisée pour faire l'entretien des électrodes de pH, d'ORP et d'OD. Les expériences ont été réalisées à la température de la pièce (varie de 20 à 30°C). Le détail des conditions d'opération (durée des étapes, aération ou non, volumes pompés) est présenté dans la section Résultats.

Toutes les opérations étaient contrôlées d'abord par des minuteries (Intermatic). Ensuite, un programme informatique a été mis au point par le Dr Pierre Juteau (figure 9). Celui-ci a été programmé dans l'environnement du logiciel LabView 7.0 (National Instruments, Austin, TX, É.U.) sous le système d'exploitation Windows 98 (Microsoft corporation, Redmond, WA, É.U.). La communication entre l'ordinateur et les instruments était assurée par le convertisseur analogique/numérique. Toutes les valeurs de l'OD, du pH et de l'ORP ont été mesurées en continu et enregistrées chaque 5 minutes dans un fichier nommé et daté.

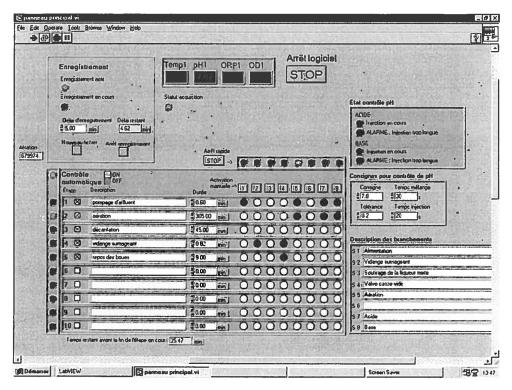


Figure 9: Interface du panneau principal du programme informatique utilisé pour contrôler l'opération du RBS.

# 2.5. Échantillonnage et conservation des échantillons

Pour la biofiltration, un volume de 40 mL de l'affluent et de l'effluent était prélevé chaque jour pour tous les dosages. Pour le RBS, un même volume de l'affluent et de l'effluent était échantillonné chaque 2 ou 3 jours (de 2 à 6 cycles), cette fréquence dépendant de la durée d'un cycle. Certains cycles ont été analysés de manière plus serrée. La liqueur mixte était alors prélevée (de 1 à 10 mL pour chaque échantillon) au début ou à la fin chaque phase (anaérobie, aérobie, anoxie) ou à chaque heure pour les suivis d'évolution durant un cycle. Ces échantillons étaient gardés dans des bouteilles en plastique de 60 mL (pour l'affluent et l'effluent) ou dans des tubes en plastique de 1.5 ou 15 mL (pour la liqueur mixte). Ils ont ensuite été conservés à 4°C jusqu'à leurs analyses. La conservation durait normalement moins d'une semaine pour les analyses de la DCO, du N-NH4, du N-NO<sub>x</sub>, du N-total, du P-PO<sub>4</sub> et du TS. Pour la DBO<sub>5</sub>, l'analyse se faisait le jour même.

### 2.6. Dosage de la demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO est une mesure indirecte de la charge organique d'un milieu donné. Elle représente la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder les matières organiques dans un échantillon sous l'activité d'un agent oxydant, le dichromate (méthode standard 5260 D - APHA, AWWA et WEF, 1998). Si nécessaire, les échantillons étaient d'abord dilués avec de l'eau milli-Q aux valeurs détectables (de 2000 à 15000 mg DCO/L ou de 200 à 800 mg DCO/L). Pour la première série, un volume d'échantillon pré-dilué de 0.2 mL a été pipeté dans un tube de 12 mL (HACH, Loveland, CO, É.U.). Puis, 2 mL d'une solution acide de dichromate de potassium (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) ont été ajoutés en présence de 5 mL d'un catalyseur, soit l'argent dilué dans l'acide sulfurique (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dans notre cas. Les échantillons ont ensuite été digérés après la réaction à 150°C pendant 2 heures dans un réacteur à DCO, modèle 4560 (HACH). Durant cette digestion, les composés organiques oxydables chimiquement réduisent les ions dichromates (Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2</sup>- coloration orangée) en ions chromiques (Cr<sup>3+</sup>) ce qui rend la solution verdâtre. Enfin, la concentration a été déterminée par analyse colorimétrique à une longueur d'onde de 620 nm avec un spectrophotomètre modèle 6/20A (Perkin Elmer, Oakbrook, IL, É.U.) après avoir refroidit les tubes d'échantillon.

Pour la deuxième série (200 à 800 mg DCO/L), l'analyse était faite avec 2.5 mL d'échantillon pré-dilué, 1.5 mL de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> et 3.5 mL d'Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. L'analyse colorimétrique était réalisée à une longueur d'onde de 600 nm.

Pour chacune de ces deux séries, une courbe standard a été élaborée. Une solution stock d'acide phtalique de potassium (KHP) de 15 g/L a d'abord été préparée et conservée au froid (4°C). Elle a ensuite été diluée avec l'eau milli-Q aux valeurs différentes (5 points minimum pour une courbe standard) et digérée tel que décrit ci-haut. Après avoir mesuré l'absorbance correspondant à chaque concentration, une courbe et une formule de calcul ont été construites.

# 2.7. Dosage de la demande biologique en oxygène après 5 jours (DBO<sub>5</sub>)

Comme la DCO, la DBO<sub>5</sub> est une mesure indirecte de la charge organique d'un milieu donné mais la différence est qu'elle présente la quantité d'oxygène

requise pour oxyder les matières organiques biodégradables présentes sous l'activité des micro-organismes (méthode standard 5210B - APHA, AWWA et WEF, 1998).

L'échantillon devait être pré-dilué. Pour un affluent, il fallait faire une dilution préalable de 6 à 20 fois. Quant à l'effluent, la dilution était de 1 à 6 fois. Le pH de la solution avant dosage a été ajusté entre 6.5 et 7.5. Un volume de 6 mL d'échantillon après l'ajustement du pH a été pipeté et dilué dans 300 mL de la solution de dilution. Cette solution de dilution contenait, par litre: 8.5 mg de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, 21.75 mg de K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, 33.4 mg de Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O, 1.7 mg de NH<sub>4</sub>Cl, 27.5 mg de CaCl<sub>2</sub>, 0.25 mg de FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O et 22.5 mg de MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O. Ensuite, 0.533 g de «Formula 2533» (HACH), correspondant à 10 mg de 2-chloro-6-(trichlorométhyle) pyridine, étaient ajouté pour inhiber la nitrification. La dernière dilution d'échantillon était réalisée dans une bouteille spécifique utilisée pour ce dosage. Cette dernière était bouchée hermétiquement et gardée à la noirceur pendant 5 jours à 20°C dans un incubateur modèle G25 (New Brunswick, Scientific Co., Inc., Edison, NJ, É.U.). Un témoin négatif contenant la solution de dilution sans échantillons ainsi qu'un témoin positif de 6 mL de solution standard (contenant 15 mg/L de glucose et 15 mg/L de l'acide glutamique) diluée dans la solution de dilution étaient également analysés. En mesurant des valeurs de l'OD initiales et finales grâce à un appareil à mesure l'OD, modèle YSI 58 (Yellow Springs Instrument Co., Inc., OH, É.U.), la DBO5 était calculée par la formule suivante:

Pour le témoin négatif:

$$DBO_{5-t\acute{e}moin} = (OD_{ini} - OD_{fin}) \times 9.092 \text{ (mg/L)}$$

avec le 9.092 = coefficient pour convertir la valeur de l'OD de % en mg/L. Pour les échantillons et le témoin positif:

 $DBO_5 = ((OD_{ini} - OD_{fin}) \times 50 \times 9.092 - DBO_{5-témoin})) \times F_{dilution préalable}$  avec le 50 = facteur de dilution dans la bouteille hermétique (6 mL d'échantillon sur 300 mL du volume total de la bouteille).

#### 2.8. Dosage de l'azote ammoniacal (N-NH<sub>4</sub>)

L'azote ammoniacal a été dosé en utilisant la méthode 4500-NH<sub>3</sub>-B pour la distillation d'échantillon et la méthode 4500-NH<sub>3</sub>-C pour le dosage colorimétrique (APHA, AWWA et WEF, 1998). Ce constituant dans l'échantillon était d'abord récupéré par distillation après que ce dernier ait été dilué avec l'eau milli-Q, puis tamponné avec un tampon borate (0.025N de borate de sodium) et ajusté pH à 9.5 (le volume total final était environ 35 mL). Le distillat était récupéré dans une bécher contenant 6 mL de solution indicatrice (méthyle rouge 0.2%, bleu méthylène 0.2% et acide borique 2%) qui passent de violet en vert au contact avec l'azote ammoniacal (pH alcalin). Après avoir recueilli d'un volume d'environ 30 mL de distillat, l'azote ammoniacal était dosé par titration avec de l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de 0.005N à 0.1N (selon la concentration en azote ammoniacal d'échantillon) jusqu'au point de virage qui correspondait à la réapparition de la coloration violette. Un blanc avec l'eau milli-Q était effectué. Le volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> utilisé lors de la titration était incorporé dans la formule suivante:

# (Volume $H_2SO_4$ utilisé pour l'échantillon - Volume $H_2SO_4$ utilisé pour le blanc) x $F_{acide} = N-NH_3$ (mg/L) Volume d'échantillon utilisé

avec:

F = facteur de standardisation de l'acide sulfurique

- pour 1 mL de  $H_2 \text{SO}_4 0.1 \text{N} = 1400 \text{ mg}$  d'azote
- pour 1mL de  $H_2SO_4$  0.05N = 700 mg d'azote
- pour 1mL de  $H_2SO_4$  0.02N = 280 mg d'azote
- pour 1mL de  $H_2SO_4$  0.005N = 70 mg d'azote

#### 2.9. Dosage d'azote sous forme nitrate (N-NO<sub>3</sub>) et nitrite (N-NO<sub>2</sub>)

Pendant les premiers temps, les méthodes colorimétriques 4500-NO<sub>2</sub>-B et 4500-NO<sub>3</sub>-C (APHA, AWWA et WEF, 1998) ont été utilisées pour le dosage du nitrite et du nitrate dans les échantillons. Cependant, la forte coloration des échantillons interférait avec l'analyse. Alors, un dosage par le HPLC a été mis au

point en se basant sur la méthode standard 4110C (APHA, AWWA et WEF, 1998).

Les échantillons étaient dilués à une concentration située de 1 à 10 mg NO<sub>3</sub>/L. Ensuite ils étaient filtrés sur une membrane Millex de 0.45μm (Millipore, Bedford, MA, É.U.) pour enlever les particules qui peuvent boucher la colonne de HPLC. Si l'échantillon était coloré, une autre filtration avec un filtre Sep-Pak C<sub>18</sub> (Millipore) était réalisée.

L'appareil HPLC utilisé était de marque Waters (Milford, MA, É.U.) et comprenait une pompe de modèle 600, un spectrophotomètre de modèle 486 et un injecteur automatique de modèle 717 plus. Le logiciel d'acquisition de données et d'intégration était le Millenium 32, version 3.05.01 (Waters). Le système était contrôlé par un contrôleur modèle 600 (Waters). La colonne d'anion utilisée était de type IC-Pak A et ses dimensions étaient de 4.6 x 50 mm. L'éluent (phase mobile) était composé de 12% (v/v) d'acétonitrile de qualité HPLC (EM Sc., Gibbstown, NJ, É.U.), 2% (v/v) de n-butanol (Anachemia, NY, É.U.) et 2% (v/v) d'une solution de borate gluconate (contenant par litre: 16 g de C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NaO<sub>7</sub> [gluconate de sodium], 18 g de  $H_3BO_3$  [acide borique] et 25 g de  $Na_2B_4O_7.10H_2O$ [tetraborate décahydrate de sodium]) et 250 mL de glycérine dilués avec l'eau milli-Q. Avant de passer sur la colonne, l'éluent a été filtré sur la membrane Durapore 0.22 µm (Millipore). Le spectrophotomètre a été réglé à une longueur d'onde de 214 nm, jugée optimale pour les anions NOx, et le débit de la phase mobile dans la colonne était de 1.2 mL par minute. La pression était limitée à 1000 psi. Un aliquot de 100 μL d'échantillon était injecté. La durée d'analyse était de 20 min pour chaque échantillon. Des courbes standards de NO<sub>2</sub> et NO<sub>3</sub> ont été préparées à partir de solutions étalons contenant 2, 4, 6, 8, 10 et 12 mg  $NO_x/L$  de NaNO<sub>2</sub> et de KNO<sub>3</sub>.

# 2.10. Dosage de l'azote total (N-total)

L'azote total comprend toutes les formes d'azote présentes dans l'eau usée: ammoniac, nitrites, nitrates, azote organique (des protéines, des acides aminés, etc.). Toutes les formes d'azote peuvent être transformées en nitrates

après une digestion au persulfate à 121°C pendant 30 minutes. Le nitrate est ensuite dosé.

Cette méthode de digestion au persulfate a été mise au point par Koroleff (1972), puis modifié et vérifié par d'autres auteurs (D'Elia, Steudler et Corwin, 1977; Koroleff, 1972; Langner et Hendrix, 1982; Smart, Rada et Donnermeyer, 1983; Smart, Reid et Jones, 1981). Selon ces auteurs, cette méthode est simple, sécuritaire et plus efficace par rapport à la technique traditionnelle Kjeldahl. De plus, elle est peut-être combinée avec le dosage de phosphore total qui nécessite aussi une digestion persulfate.

L'échantillon devait être dilué avec l'eau milli-Q aux valeurs détectables (par HPLC pour le dosage d'azote total (1-10 mg NO<sub>x</sub>/L) et par la colorimétrie pour le dosage de phosphore (1-18 mg P-PO<sub>4</sub>/L). Ensuite, un volume de 3 mL d'échantillon pré-dilué a été pipeté dans un tube résistant à la chaleur avec 3 mL de la solution de persulfate de potassium (pour 100 mL de solution, il y avait: 1.5 g de NaOH, 3.12 g de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> et 5.2 g de K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>). Le tube était ensuite hermétiquement fermé. Un témoin avec de l'eau milli-Q était toujours fait pour vérifier la présence de l'azote dans le réactif et dans l'eau milli-Q utilisée pour toutes les dilutions. Le tout a été autoclavé à 121°C pendant 30 minutes.

# 2.11. Dosage du phosphore (P-PO<sub>4</sub>)

Le phosphore sous forme phosphate était dosé par la colorimétrie avec une solution de vanadate molybdate qui donne une couleur jaune claire générée par le complexe phospho-molybdo-vanadique (méthode standard 4500-P-C - APHA, AWWA et WEF, 1998). Pour le phosphore total, une digestion au persulfate était effectuée au préalable (voir section 2.10).

Après la digestion, l'échantillon était refroidi, puis dilué avec de l'eau milli-Q et enfin coloré avec le colorant (contenant 1.25g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O [molylbdate d'ammonium], 1.25 g de NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> [métavanadate d'ammonium] et 330 mL de HCl concentré). La proportion volumique était de 7:1:2 respectivement. La mesure d'absorbance était réalisée après un délai d'environ 10 minutes. L'intensité de la couleur était déterminée à trois longueurs d'onde en

fonction de la concentration en phosphate. Pour celle de 400 nm, la concentration d'échantillon devait varier de 1 à 5 mg P-PO<sub>4</sub>/L, tandis que pour celle de 420 nm, une concentration de 2 à 10 mg P-PO<sub>4</sub>/L était requise, et à 470 nm, la concentration convenable était de 4 à 18 mg P-PO<sub>4</sub>/L. Chaque longueur d'onde demandait une courbe standard. Pour construire la courbe standard et la formule correspondante, une solution mère de 50 mg P-PO<sub>4</sub>/L de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> était préparée.

# 2.12. Dosage des solides totaux

Ce dosage a été fait suivant la méthodes standard 2540B (APHA, AWWA et WEF, 1998). Un volume de 5 mL d'échantillon était placé dans une assiette en aluminium. Après le séchage à 105<sup>0</sup>C dans le four modèle Isotemp (Fisher) durant une journée, les solides totaux étaient calculés à partir de la différence de poids de l'assiette avant et après le séchage grâce à la formule suivante:

$$(M_{assiette après} - M_{assiette avant}) \times 200 = M_{solides totaux} (g/L)$$

#### 2.13. Essais de nitrification en fiole

Des essais de nitrification ont été réalisés dans les fioles de 250 mL avec de la biomasse prélevée du RBS à partir des essais exp-RBS5 et exp-RBS6. Ces essais avaient pour objectif d'évaluer la capacité de nitrification des inoculums différents, l'inhibition de la concentration initiale en azote ammoniacal et l'effet sur la nitrification de l'ajout de CaCO<sub>3</sub>. Ces essais ont été réalisés à température ambiente (environ de 25°C).

#### 2.13.1. Test préliminaire sur la volatilisation de l'ammoniac

L'essai a été réalisé à deux vitesses d'agitation, 200 et 300 tours par minute (rpm) dans un agitateur modèle G25 (Scientific Co., Inc., Edison, NJ, É.U.) avec 4 fioles de 250 mL contenant un volume de 50 mL de l'affluent et de la liqueur mixte soutirée du RBS. Le test a duré 8 heures, à la température ambiante (environ de 25 à 27°C). L'échantillonnage était effectué chaque deux heures pour la mesure du pH et de l'ORP et le dosage de N-NH<sub>4</sub> et de N-NO<sub>x</sub>. Le pH du milieu était ajusté à 7.5 par NaOH 1N ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.05N au moment

d'échantillonnage si nécessaire. Un échantillon du RBS en opération comme un témoin était également soutiré directement du réacteur pour vérifier et comparer la volatilisation de l'ammoniac par aération et par agitation mécanique.

# 2.13.2. Test sur les inoculums, les différentes concentrations initiales en azote ammoniacal et l'effet de l'ajout de CaCO<sub>3</sub> (test fiole N<sup>0</sup>1)

Les tests étaient effectués à la température ambiante, dans un incubateur (New Brunswick Scientific Co.) dont la vitesse d'agitation était de 300 rpm avec les fioles de 250 mL contenant 100 mL du milieu. Le pH d'échantillon était mesuré et ajusté une ou deux fois par jours par ajout de NaOH 1N ou  $H_2SO_4$  0.05N à  $7.5 \pm 0.1$ . Les trois paramètres concernant la nitrification (N-NH<sub>4</sub>, N-NO<sub>2</sub> et N-NO<sub>3</sub>) étaient analysés chaque semaine.

#### 2.13.2.1. Test sur les inoculums différents

Ce test visait à comparer deux types d'inoculum. Le premier, identifié par les lettres "Me", était un mélange de biomasse constitué d'une formulation commerciale de bactéries nitrifiantes normalement destinée aux aquariums (Cycle, Rolf C. Hagen) (20% v/v), d'un extrait de compost (40% v/v) et d'un extrait de sol (40% v/v). Les extraits de sol et de compost ont été préparés tel que décrit à la section 2.2. Le second inoculum, identifié Bo, était la boue activée du RBS prélevée au jour 31 de l'expérience exp-RBS5. Un témoin non inoculé, identifié Bl, a également été suivi. Pour les fioles Me et Bo, la proportion d'inoculum était de 5% v/v. Le milieu utilisé était l'affluent dilué à quatre concentrations différentes (voir la section 2.13.2.2).

# 2.13.2.2. Test sur les différentes concentrations initiales en azote ammoniacal

L'effet de la concentration initiale en azote ammoniacal a été testée à quatre concentrations différentes avec l'affluent non dilué (1x, correspondait à environ de 720 mg N-NH<sub>4</sub>/L), l'affluent dilué 2x (environ de 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L), l'affluent dilué 4x (environ de 180 mg N-NH<sub>4</sub>/L) et l'affluent dilué 6x (environ

120 mg N-NH<sub>4</sub>/L). Tous les milieux étaient inoculés par 5% d'inoculum (comme décrit dans la section 2.13.2.1).

# 2.13.2.3. Test sur l'effet de l'ajout de CaCO<sub>3</sub>

La quantité de CaCO<sub>3</sub> ajouté était fixée à 1.5% (p/v) (d'après Blouin (1989)). Le test a été effectué sur une série de fioles ayant reçu les différents inoculums (voir la section 2.13.2.1) et à quatre concentrations d'azote ammoniacal (voir la section 2.13.2.2). La série sans ajout de CaCO<sub>3</sub> des deux tests décrits ci-haut a été utilisée pour la comparaison. Le CaCO<sub>3</sub> utilisé était sous forme de poudre partiellement soluble dans l'eau. À cette concentration, il était toujours en excès dans le milieu testé.

# 2.13.3. Test sur l'effet de CaCO<sub>3</sub> sur la nitrification durant une batch de 8 heures (test fiole N<sup>0</sup>2)

En vue de vérifier plus précisément l'effet de l'ajout de CaCO<sub>3</sub> durant la courte durée d'une batch (de 8 heures), un autre essai a été réalisé. Dans ce test, chaque fiole contenait 50 mL de la liqueur mixte soutirée du RBS au début d'un cycle, juste après le remplissage. Deux séries en triplicata ont été faites; une série a été additionnée de CaCO<sub>3</sub> (1.5% p/v final) et l'autre n'a reçu aucun ajout. La vitesse d'agitation était de 300 rpm. Le pH du milieu était ajusté chaque 2 heures par NaOH 1N et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.05N. L'échantillonnage a été effectué à chaque deux heures pour l'analyse de N-NO<sub>x</sub>.

# Chapitre 3. RÉSULTATS

#### 3.1. Affluent

Durant toute l'expérimentation, la charge de l'affluent variait en fonction des caractéristiques du lisier brut et de la performance du traitement aérobie thermophile. Ce dernier a en effet été amélioré durant la période du présent projet. La charge de son effluent (donc de l'affluent des traitements complémentaires testés ici) a diminué. Le tableau 3 montre la variation observée pour quatre paramètres.

Tableau 3: Variation de la DCO, du N-NH<sub>4</sub>, du P-PO<sub>4</sub> et du TS de l'effluent thermophile en fonction du temps de l'expérimentation.

Temps	DCO (g/L)	N-NH <sub>4</sub> (mg/L)	P-PO <sub>4</sub> total (mg/L)	TS (g/L)
Mars 2003 (centrifugé)	20.7 ± 1.9	2744 ± 101	233 ± 33	$21.0 \pm 0.2$
Mai 2003 (centrifugé)	19.1 ± 1.1	$2384 \pm 244$	$334 \pm 74$	ND
Juillet 2003 (non- centrifugé)	43.2 ± 3.0	2821 ± 93	1390 ± 244	$41.9 \pm 0.8$
Août 2003 (non- centrifugé)	38.9 ± 2.8	609 ± 86	2130 ± 765	42.5 ± 1.1
Septembre 2003 (centrifugé)	9.7 ± 1.5	565 ± 90	85 ± 27	17.4 ± 1.2
Octobre 2003 (centrifugé)	9.2 ± 0.7	$384 \pm 39$	66 ± 9	16.1 ± 1.4
Février 2004 (centrifugé)	7.4 ± 1.6	1111 ± 165	ND	ND

ND: non déterminé

# 3.2. Biofiltration sur un lit de tourbe

L'expérimentation sur la biofiltration sur un lit de tourbe se compose de deux essais (tableau 4).

Tableau 4: Tests de biofiltration sur un lit de tourbe.

Temps	Essais	Affluent utilisé	Conditions d'opération
Mars – Avril	exp-BF 1	Affluent dilué 5x	Lit de 50 cm de tourbe + (une couche de
2003			gravelle (10 cm) + un couche de sable (7 cm))
			au dessous de la couche de tourbe; 200
			mL/jours
Mai – Juin	exp-BF 2	Affluent dilué 7x	Lit de 50 cm de tourbe + 2 couches de
2003			gravelle (10 cm) + 2 couches de sable (7 cm)
			(un en bas et un autre en haut de la couche de
			tourbe); 200 mL/jours

Pour les deux expériences de biofiltration, les phénomènes observés durant les deux premières semaines n'étaient pas différents. Après le lavage, la quantité d'eau absorbée par la tourbe a été mesurée et a atteint 800 mL, ce qui correspondait à une saturation de 3.4 mL d'eau par gramme de tourbe. Cette absorption n'entraînait aucun changement physique au niveau du volume de la couche de tourbe, pas de gonflement ni de compaction. Par contre, la couleur de l'eau sortant des deux colonnes devenait jaune. Cette eau était de plus en plus foncée à partir du 3° jour (changement de jaune clair à jaune foncé et enfin à orange foncé). Le pH de l'eau passait de  $7.6 \pm 0.1$  à l'entrée et à  $7.9 \pm 0.1$  à la sortie. Contrairement à ce que nous avons observé avec l'eau de lavage, durant la  $2^e$  semaine, bien que l'inoculum initial ait possédé un pH de  $9.0 \pm 0.1$  et une couleur brune opaque, le liquide était devenu jaune claire avec un pH de  $6.0 \pm 0.1$  à la sortie. Nous avons observé une diminution similaire de pH durant le deuxième essai (de  $9.4 \pm 0.2$  à  $7.0 \pm 0.2$ ).

Avec une charge hydraulique relativement faible de 200 mL d'affluent dilué 5x par jour, toute la quantité de l'eau retenue dans le lit de tourbe devrait être remplacée par l'affluent après 4 jours (temps de rétention hydraulique). Ceci a été confirmé par le changement de la couleur de l'effluent. Pendant les 3 premiers jours, le liquide sorti possédait une couleur jaune clair, même plus claire et limpide que celle de l'eau de lavage de la première semaine. À partir du 4<sup>e</sup> jour d'alimentation, nous avons recueilli un liquide brun et des débris de biofilm

détaché. Sa couleur devenait progressivement foncée, changeant de brun à brun foncé et enfin à presque noire au 8° jour (figure 10). L'effluent devenait ainsi plus foncé que l'affluent (figure 11). Cependant l'effluent était toujours plus limpide (turbidité plus faible) que l'affluent. De plus, il ne possédait aucune odeur désagréable.

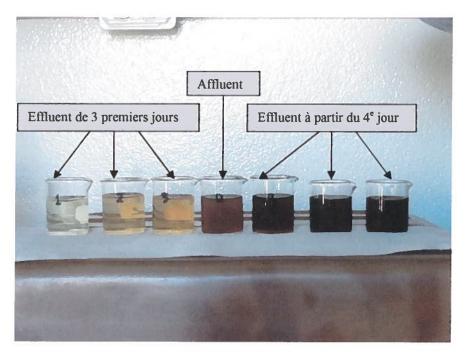


Figure 10: Couleur de l'affluent dilué 5x et de l'effluent sorti du biofiltre.

Durant la première semaine d'alimentation, de bonnes performances ont été obtenues pour les différents paramètres analysés. La diminution pour la DBO<sub>5</sub> a atteint plus de 80% et une faible diminution de 30% du P-PO<sub>4</sub> a été observée. Cependant cette performance avait une tendance à diminuer.

À partir du 9<sup>e</sup> jour, une accumulation de l'affluent sur le garnissage est apparue. Ce volume accumulé a pu traverser le biofiltre après quelques heures d'arrêt de l'alimentation. Ce phénomène s'est poursuivi les jours suivants. Enfin, nous avons dû arrêter l'expérience au 22<sup>e</sup> jour. Les résultats analytiques de la DCO et de l'azote ammoniacal des 12<sup>e</sup> premiers jours sont présentés à la figure 12.

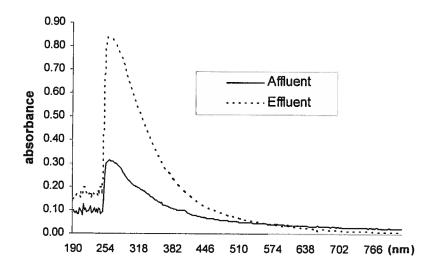


Figure 11: Absorbance de l'affluent et de l'effluent dans l'essai avec le biofiltre. Les échantillons ont été prélevés au jour 10 de l'expérience exp-BF 2. Les échantillons ont été centrifugés et dilués dix fois préalablement à leur analyse.

Pour la deuxième expérience (exp-BF 2), quelques modifications au niveau du montage et de l'affluent pompé ont été apportées (voir la section 2.3 et le tableau 4). Ces changements n'ont pas été efficaces. Le problème d'accumulation d'affluent est survenu immédiatement au premier jour d'alimentation. Cette accumulation est disparue après 2 jours en diminuant la charge hydraulique et en enlevant une partie supérieure de la couche de tourbe. Puis, le biofiltre fonctionnait ensuite paisiblement jusqu'au 12<sup>e</sup> jour où le colmatage s'est produit de nouveau. Nous avons laissé fonctionner les bioréacteurs jusqu'au 15<sup>e</sup> jour avant de l'arrêter. La performance du traitement mesurée en DCO et en N-NH<sub>4</sub> durant 15 jours est présentée dans la figure 13.

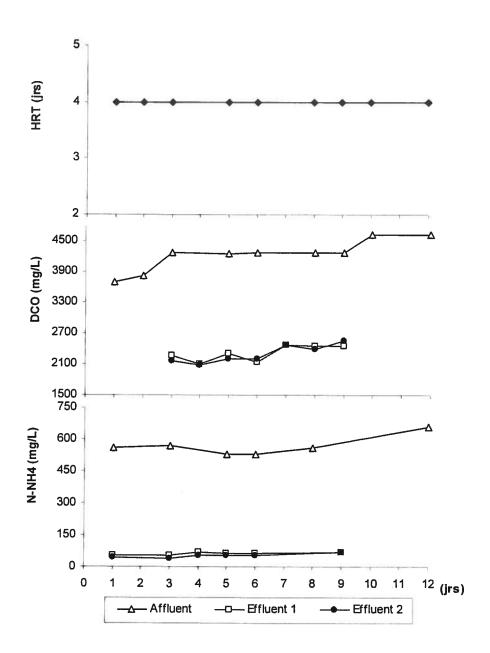


Figure 12: Évolution de la DCO et du N-NH<sub>4</sub> durant les 12 premiers jours de l'expérience exp-BF 1.

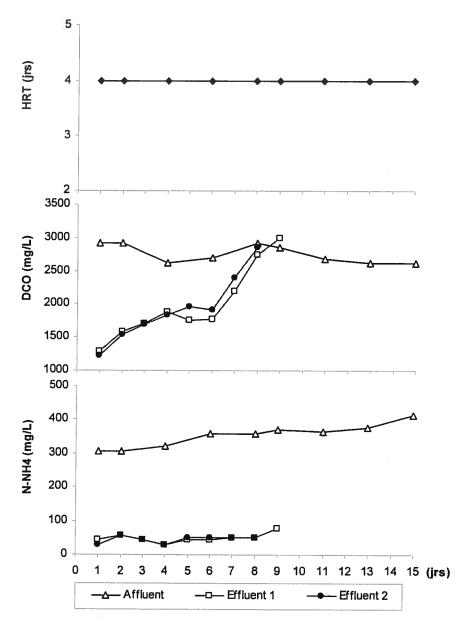


Figure 13: Évolution de la DCO et du N-NH4 durant l'expérience exp-BF 2.

# 3.3. Réacteur biologique séquentiel

Le test sur le RBS comprend six essais, nommés exp-RBSi avec «i» variant de 1 à 6. La durée de chaque expérience, l'affluent utilisé et les principales conditions d'opération sont présentés brièvement dans le tableau 5 et à la figure 14.

Tableau 5: Procédure chronologique d'expérimentation et conditions d'opération.

То	The state of the s				
Temps	Essais	L'affluent utilisé	Conditions d'opération		
Juillet 2003	exp-RBS 1	Effluent thermophile	Inoculum = boue activée;		
		non-centrifugé (pH	$R^{(*)} = 1/1$ ; $V = 1L$ ; $HRT = 4$ jours		
		alentours de 9.0)			
Août 2003	exp-RBS 2	Effluent thermophile	Inoculum = boue activée		
		non-centrifugé et ajusté	R = 1/1; V = 1L; HRT = 2 jours		
		pH à 7.0 avec NaOH			
Septembre -	exp-RBS 3	Affluent (effluent	Inoculum = boue activée		
mi Août		thermophile centrifugé)	R = 1/1; $V = 1L$ ; $HRT = 1.3-2$ jours		
2003		dilué 3x et ajusté pH à	•		
		7.0 avec NaOH			
mi Octobre	exp-RBS 4	Affluent (effluent	lnoculum = boue activée		
– mi		thermophile centrifugé)	R = 1/2; $V = 1.13L$ ; $HRT = 1.5$ jours;		
Décembre		dilué 3x	Ajuster pH par H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> grâce à un		
2003			régulateur de pH		
mi Février –	exp-RBS 5	Affluent (effluent	Inoculum = boue activée + extrait du		
Mai 2004		thermophile centrifugé)	(sol + compost) + inoculum		
		dilué 3 x	commercial.		
			R= 1/10; V = 1.1L; HRT = 2.5 - 3.3		
			jours; Aération continuelle pour 7h		
			durant un cycle de 8h ; Ajuster pH avec		
			H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et NaOH grâce à un régulateur		
			de pH		
Juillet –	exp-RBS 6	Affluent (effluent	Deux RBS fonctionnent en même		
Août 2004		thermophile centrifugé)			
		non dilué	Inoculum = boue activée + extrait du		
			(sol + compost) + inoculum		
			commercial.		
			R = 1/19; $V = 1L$ ; $HRT = 5.0 - 6.6$		
			jours; Aération continuelle. Cycle de 8h		
			raccourcie à 6h après 35 jours		
			• •		
			Ajuster pH avec NaOH (R1) et Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		
,			(R2) grâce à deux régulateurs de pH		

<sup>(\*):</sup> abréviation pour «ratio» entre l'affluent pompé et la boue activée dans le réacteur avant le remplissage

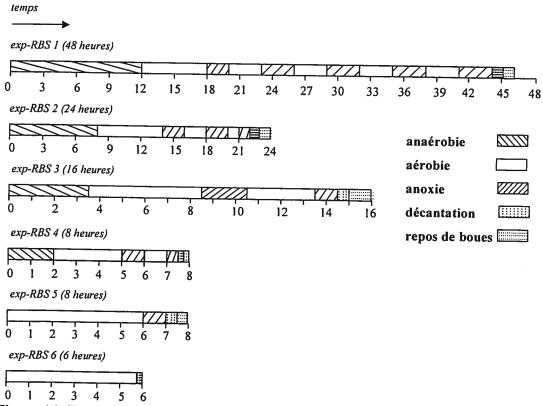


Figure 14: Description chronologique des conditions d'opération durant une batch pour les six essais avec le RBS. Il est à noter que l'échelle de temps pour les expériences exp-RBS 1 et 2 est plus comprimée que celle utilisée pour les quatre autres.

# 3.3.1. Expérience exp-RBS 1

Cet essai a duré seulement deux semaines. Il a été arrêté rapidement à cause de la faible performance du traitement bien que le HRT ait initialement été choisi à 4 jours. Dans l'expérience exp-RBS 1, l'effluent thermophile a été utilisé directement sans aucun ajustement. Le pH de la liqueur mixte dans le bioréacteur après le remplissage était toujours plus de 8.5 et il a monté jusqu'à 9.2 à la fin du cycle. Durant les 10 premiers jours, une diminution moyenne de 25%, de 40% et près de 50% a été observée pour la DCO, le P-PO<sub>4</sub> et le N-NH<sub>4</sub> respectivement (figure 15). Cette réduction a bientôt disparu à partir du 12<sup>e</sup> jour. Durant cet essai, le réacteur a rencontré des problèmes de contrôle d'aération et de moussage

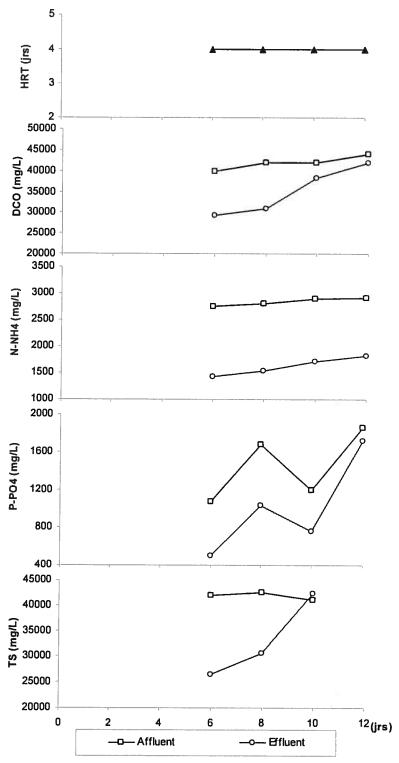


Figure 15: Suivis de la DCO, du N-NH<sub>4</sub>, du P-PO<sub>4</sub> et du TS durant l'expérience exp-RBS 1.

pendant son opération. La décantation était inefficace. En conséquence, la quantité des solides totaux dans l'effluent devenait supérieure à celle de l'affluent à partir du 9<sup>e</sup> jour d'opération. Il a été arrêté pour appliquer des modifications au montage.

# 3.3.2. Expérience exp-RBS 2

Comme pour l'expérience exp-RBS 1, nous avons continué à utiliser directement l'effluent thermophile pour l'essai exp-RBS 2. Le pH de l'affluent a été ajusté à environ 7.0. Après le brassage au moment du remplissage, le pH de la liqueur mixte a monté à 7.3 ± 0.2. Une augmentation progressive du pH a été observée durant le cycle et à la fin d'un cycle de 22 heures, le pH de l'effluent était plus de 8.0. La performance du traitement a été faible pour tous les paramètres présentés à la figure 16 (moins de 30%). À partir du 10<sup>e</sup> jour, la décantation semblait inefficace et après deux semaines, nous avons observé un arrêt au niveau du traitement de la DCO. De plus, le problème de moussage est apparu à partir de la deuxième semaine. Durant la phase aérobie, l'aération était instable.

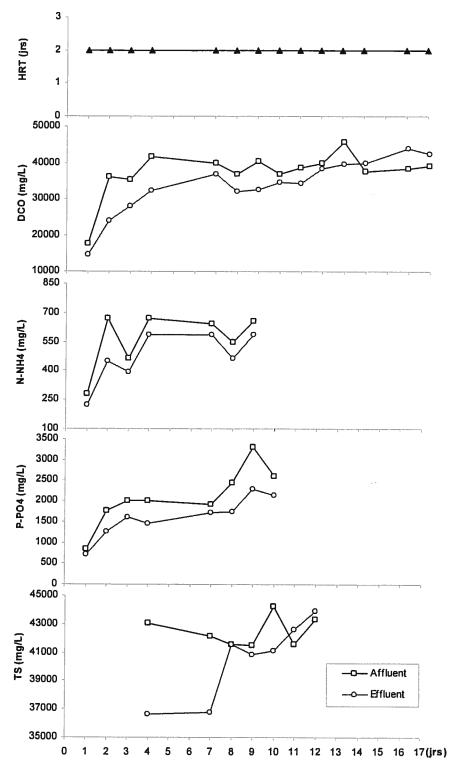


Figure 16: Suivis de la DCO, du N-NH<sub>4</sub>, du P-PO<sub>4</sub> et du TS durant l'essai exp-RBS 2.

# 3.3.3. Expérience exp-RBS 3

Durant les cinq premiers jours de cet essai, il y avait immédiatement une formation énorme de mousse bien que nous ayons utilisé l'affluent dilué 3x et ajusté à pH de 7.0 ± 0.1 avant le remplissage. Le cycle a d'abord duré 22 heures et a été ensuite raccourci à 16 heures après une semaine. À cause d'un mauvais fonctionnement de la valve d'air et de la valve solénoïde, l'aération était instable et il y avait souvent aspiration d'acide de la bouteille de récupération d'ammoniac dans le réacteur durant la vidange. En conséquence, le pH de la liqueur mixte baissait. Nous n'avons pas pu observer de réduction considérable de l'azote ammoniacal et du phosphore durant cet essai (figure 17). La décantation était toujours faible. Par contre, il y avait une diminution de plus de 50% pour la DBO<sub>5</sub> (données non présentées) et environ de 27% pour la DCO (figure 17). La dernière avait une tendance à diminuer au 30<sup>e</sup> jour d'opération.

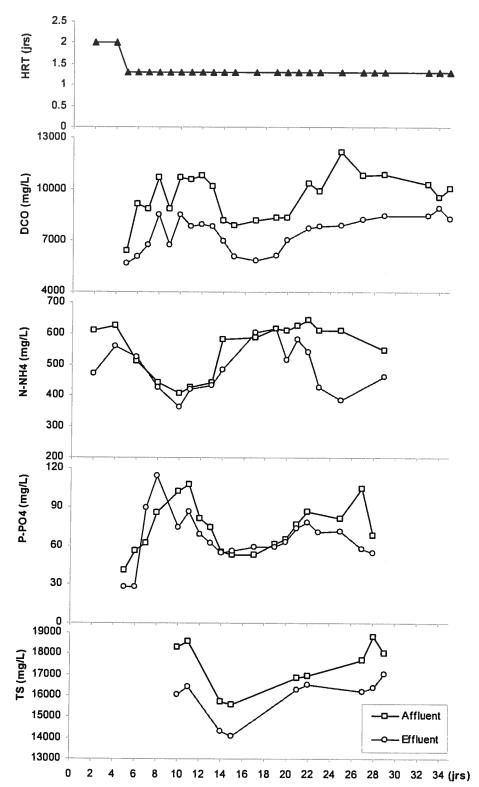


Figure 17: Suivis de la DCO, du N-NH<sub>4</sub>, du P-PO<sub>4</sub>, et du TS durant l'essai exp-RBS 3.

#### 3.3.4. Expérience exp-RBS 4

Les résultats analytiques de cet essai sont présentés à la figure 18. Dans cette expérience, quelques modifications ont été appliquées, tel que l'ajout de la sonde d'OD, d'un régulateur de pH (ajustement avec H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.05N) et d'une valve casse-vide pour éviter l'aspiration d'acide durant les vidanges. L'opération du réacteur était plus stable et moins de mousse était formée. De légères diminutions au niveau du phosphore et de l'azote total ont été observées. La réduction de la DBO<sub>5</sub> et de la DCO semblait plus stable durant toute la période d'essai. Il y avait une contribution des solides à l'effluent après chaque cycle bien qu'il y ait toujours une période de décantation avant la vidange. Cet essai a duré 50 jours puis il a été arrêté.

Il est à noter que les premiers temps d'exploitation du RBS ont été perturbés par de fréquents problèmes de débordements de mousse durant la phase d'aération. Nous avons utilisés d'abord de l'huile de silicone comme agent antimousse pour abaisser temporairement le niveau de la mousse. Ensuite, au cours de l'expérience exp-RBS 4, un moteur avec une hélice a été inséré dans le haut du bioréacteur pour détruire la mousse par force mécanique. Cette manière de faire s'est avérée relativement efficace.

# 3.3.1. Expérience exp-RBS 5

Pour la cinquième expérience, le réacteur a été mis dans des conditions visant à favoriser principalement la nitrification. Au début, la séquence d'opération incluait une phase aérobie de 6 heures suivie d'une phase anoxique d'une heure. Après 10 semaines, ce cycle a été modifié par l'allongement de la phase aérobie à 7h en supprimant l'étape d'anoxie.

Cette expérience a également été marquée par une amélioration de la régulation des cycles du bioréacteur via la mise au point du programme informatique qui contrôlait des relais auxquels étaient branchés les pompes et les valves, ceci en remplacement des simples minuteries. Il y a aussi eu utilisation d'un mélange d'inoculum (voir tableau 5 et la section 2.2.2). Le ratio entre

affluent et inoculum était aussi baissé à 1/10 avec l'utilisation d'un affluent dilué 3x pour le démarrage.

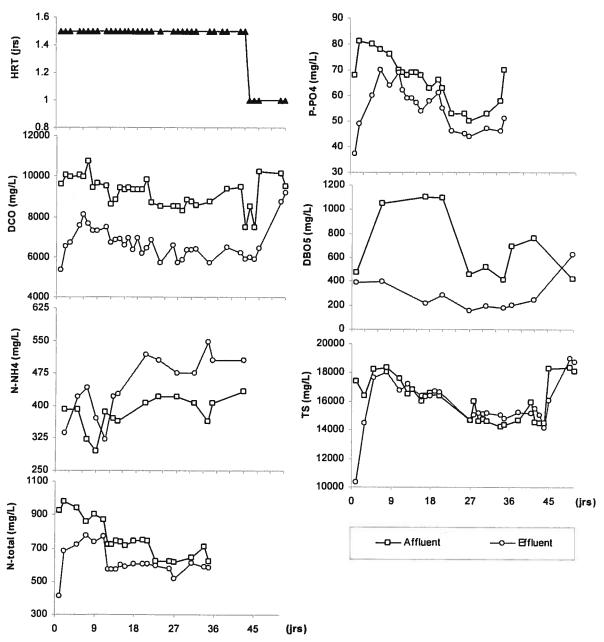


Figure 18: Suivis de la DCO, du N-NH<sub>4</sub>, du N-total, du P-PO<sub>4</sub>, du TS et de la DBO<sub>5</sub> durant l'essai exp-RBS 4.

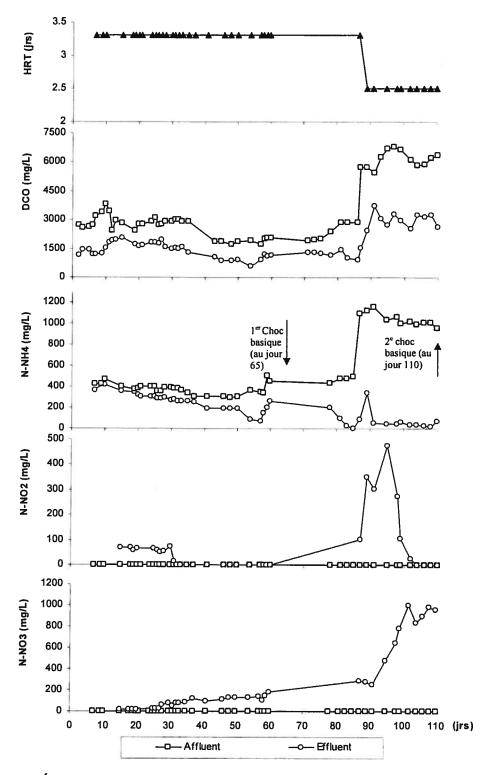


Figure 19: Évolution de la DCO, du N-NH<sub>4</sub> et du N-NO<sub>x</sub> de l'affluent et de l'effluent durant l'essai exp-RBS 5.

Durant cette expérience, à l'exception du jour 110 (voir plus loin), nous n'avons pas rencontré le problème de mousse, le système de contrôle de celle-ci étant suffisant. Après seulement 13 jours de démarrage, il y avait une diminution de pH lors la phase aérée, ce qui était un signe qu'il y avait nitrification. La baisse de pH était suffisamment importante pour nécessiter l'ajout de base par le régulateur de pH. Nous avons cependant rencontré des problèmes à ce niveau. Lors d'une correction (injection de base), la valeur de pH lue par le régulateur était en retard par rapport à la réalité en raison d'un temps de mélange de plusieurs secondes. Or le régulateur de type «tout ou rien» ne permettait pas d'utiliser une séquence composée d'un temps d'injection et d'un temps d'attente pour tenir compte de ce délai. Ceci se traduisait donc par une correction excessive qui faisait osciller le pH de plus ou moins une unité.

Les suivis d'évolution de la DCO, du N-NH<sub>4</sub> de l'affluent et de l'effluent du RBS a démontré que l'enlèvement de la DCO par l'aération continuelle pouvait toujours atteindre plus de 50% durant toute la période d'essai (figure 19) et environ 30% pour le N-NH<sub>4</sub> pendant les 50 premiers jours d'opération. En suivant l'évolution du N-NO<sub>x</sub> dans l'effluent, nous avons observé l'apparition de N-NO<sub>3</sub> au 28<sup>e</sup> jour et le N-NO<sub>2</sub> a disparu totalement au 31<sup>e</sup> jour (figure 19). L'analyse de la DBO<sub>5</sub> a relevé une diminution constante de 60%, même au début du démarrage.

La démonstration de l'expérience exp-RBS 5 s'est déroulée du 16 février au 10 juin 2004. Le HRT a été maintenu à 3.3 jours durant les 87 premiers jours d'opération. Au jour 65, il y a eu un choc basique à cause d'un mauvais fonctionnement de la pompe d'ajustement du pH. Après deux semaines, l'activité a reprise. Au jour 85, nous n'avons plus observé du N-NH4 dans l'effluent. Alors, deux jours après, nous avons réduit le HRT à 2.5 jours tout en augmentant la concentration de l'affluent (de 100 mL d'affluent dilué 3x à 150 mL de l'affluent non dilué par batch, cela correspondant à une charge en N-NH4 d'environ de 500 mg/jour contre 120 mg/jour pour la période précédente). La nitrification complète est revenue après seulement 2 semaines, au jour 105, et il n'y avait plus de trace de nitrite dans l'effluent. Cependant, un problème technique au niveau du

système d'ajustement du pH s'est produit au jour 110. La conduite sur laquelle se trouvait la sonde de pH s'est bouchée, ce qui a entraîné l'injection d'une dose massive de NaOH. Le pH de la liqueur mixte dans le RBS a alors dépassé la valeur de 10 et il a entraîné une forte production de mousse et un débordement de tout le liquide. L'expérience a été forcément arrêtée.

#### 3.3.3. Expérience exp-RBS 6

À partir des résultats de l'expérience exp-RBS 5 et des tests en fioles (présentés à la section 3.4), l'expérience exp-RBS 6 a été réalisée avec deux bioréacteurs. Dans le premier, le pH était ajusté avec le NaOH (R1), alors que, dans le deuxième (R2), c'est du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> qui était utilisé. Ceci avait pour but de déterminer l'impact de l'ajout d'une source de carbone inorganique sur l'efficacité de la nitrification. L'ajustement du pH de la liqueur mixte dans les deux bioréacteurs au cours de cette expérience était contrôlé par ordinateur en utilisant de temps d'attente de 5 secondes après une injection de base pour assurer un bon brassage. Cette amélioration visait à éviter les problèmes de sur-correction du pH que nous avons rencontrés durant l'essai précédent.

Le suivi des paramètres chimiques des deux RBS au cours des jours suivant le démarrage ne permet pas de constater de différence significative au niveau de leur rendement. Les concentrations d'ammoniac, de nitrite et de nitrate dans l'effluent étaient similaires (figure 20).

Durant le démarrage de cet essai, la liqueur mixte a été aérée continuellement sans aucune alimentation jusqu'au 12<sup>e</sup> jour, ce qui correspond au moment où toute la quantité d'ammoniac présente dans la liqueur mixte (environ de 100 mg N-NH<sub>4</sub>/L) a été transformée en nitrite et en nitrate. Au 12<sup>e</sup> jour, les deux réacteurs ont été alimentés à raison de 50 mL d'affluent par cycle dont la durée variait selon la performance de la nitrification (de 48 h à 18 h, puis à 8 h et enfin 6 h). Une fois que nous avons pu observer une nitrification stable et complète (pas de nitrite), la durée d'un cycle a été immédiatement raccourcie. Après 35 jours, le cycle pour les deux RBS a été fixé à 6 h et il a été maintenu jusqu'à la fin.

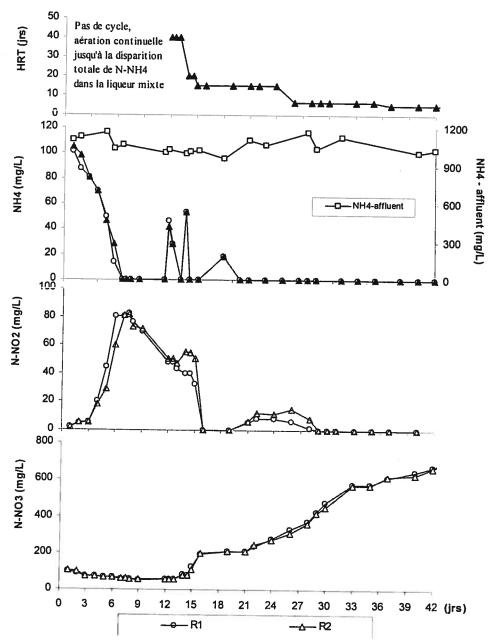


Figure 20: Suivis du N-NH<sub>4</sub> et du N-NO<sub>x</sub> de l'effluent dans deux bioréacteurs durant l'essai exp-RBS 6. Il n'y a pas eu d'analyse de nitrate et nitrite dans l'affluent durant cet essai car le suivi réalisé lors de l'essai précédent (exp-RBS 5) avait montré que ces composés étaient toujours absents.

La visualisation des transformations chimiques de l'ammoniac vers les nitrates a aussi été réalisée de façon plus serrée, soit au cours d'une période de 6 heures. La figure 21 présente donc le profil des concentrations d'ammoniac, de nitrite de même que de nitrate lors des heures suivant l'alimentation pour les deux bioréacteurs. Dans le cas de l'azote ammoniacal, les profils étaient similaires. Par contre, l'accumulation de nitrate dans le R2 (celui recevant du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) était un peu plus rapide. De même la concentration maximale de nitrite était moindre dans le R2 et disparaissait plus rapidement.

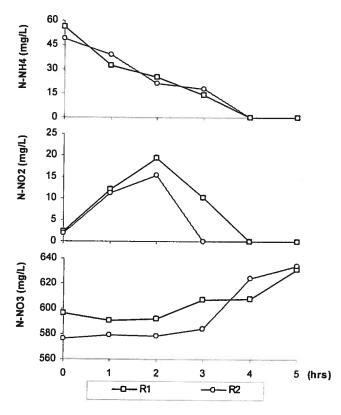


Figure 21: Suivis du N-NH<sub>4</sub>, du N-NO<sub>2</sub> et du N-NO<sub>3</sub> de la liqueur mixte des deux bioréacteurs au cours d'un cycle de 6 heures.

Les profils du pH, de l'ORP et de l'OD durant une période couvrant cinq batchs de 6 h sont présentés à la figure 22. La première batch de cette série est celle qui a aussi été l'objet du suivi serré présenté à la figure 21. Grâce à l'effet de tampon, le nombre de correction (injection de base) pendant la période de nitrification était moindre dans le cas du réacteur 2 qui recevait du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> que dans celui du réacteur 1 qui recevait du NaOH. Par contre, après la période de

nitrification, le pH du réacteur 2 augmentait au point de nécessité l'ajout d'acide pour le maintenir sous une valeur de 8, phénomène qui ne se produisait pas dans le réacteur 1.

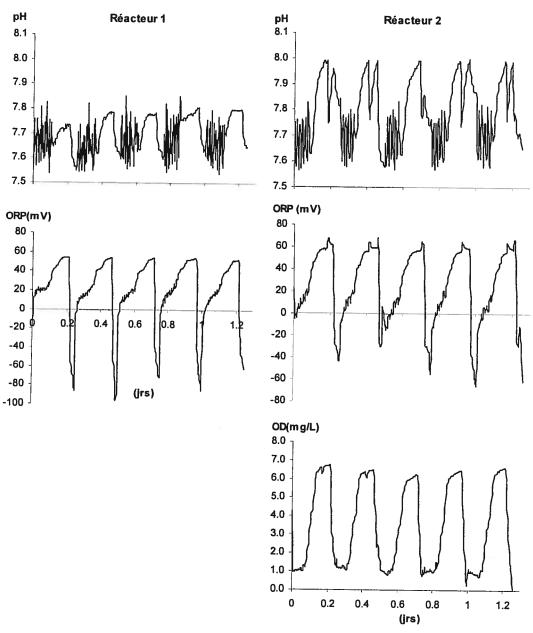


Figure 22: Profils du pH, de l'ORP et de l'OD durant une période de 30 heures de deux bioréacteurs.

#### 3.4. Tests en fiole N<sup>0</sup>1

Un test préliminaire a montré que la volatilisation après 8 heures était nulle à la vitesse d'agitation de 200 rpm et faible à 300 rpm (6.7%) (données non présentées). Le test a donc été réalisé à 300 rpm.

Les résultats sont présentés dans la figure 23. Les analyses effectuées après une semaine ont révélé que la diminution de l'azote ammoniacal s'est produite seulement chez les fioles inoculées par la boue activée acclimatée. À partir de la 2<sup>e</sup> semaine, cette diminution avait commencé dans toutes les fioles. À la fin de l'essai, c'est dans les fioles inoculées par la boue activée acclimatée que la diminution était la plus importante.

Les données de la série de fioles avec la boue activée acclimatée ont également montré la présence d'une bonne nitrification. En effet, la nitrification était complète (pas de nitrite restant) après 2 semaines dans les fioles contenant l'affluent dilué 4x et 6x. Pour l'affluent non dilué 1x, il restait encore de l'ammoniac après trois semaines et la majeure partie cet ammoniac avait été transformé en nitrite. Pour l'affluent dilué 2x, la transformation était complète seulement en présence de CaCO<sub>3</sub>. Pour les deux autres séries, celle non inoculée et celle ayant reçu un mélange d'inoculum, il y a eu nitrification complète pour les cas des affluents dilués 4x et 6x mais seulement après 3 semaines. Pour les autres concentrations, seule la première étape (nitrition) avait eu lieu.

En présence de boues activées acclimatées, outre l'effet positif déjà mentionné dans le cas de l'affluent dilué 2x, l'addition de CaCO<sub>3</sub> a permis une amélioration au niveau de la nitrification pour les dilution 4x et 6x. La nitratation semblait stimulée et le temps pour avoir une nitrification complète a été raccourci à seulement une semaine. Cependant, cet ajout paraissait inutile pour l'affluent non dilué. La présence de CaCO<sub>3</sub> a aussi entraîné une amélioration notable sur les deux autres séries. Cet impact a été observé plus facilement à partir de la 2<sup>e</sup> semaine. La diminution de l'azote ammoniacal et la formation de nitrite ont presque doublé et, après deux semaines, la quantité de nitrite formée a commencé à être transformée en nitrate.

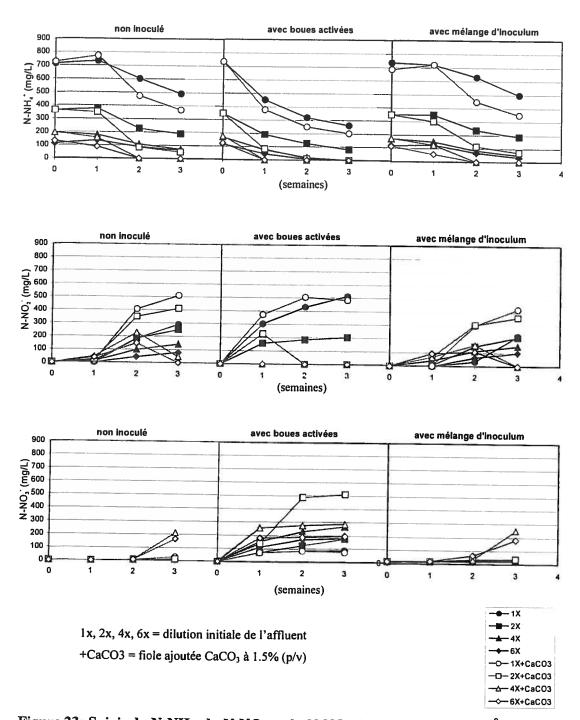


Figure 23: Suivis du N-NH<sub>4</sub>, du N-NO<sub>2</sub> et du N-NO<sub>3</sub> dans le test en fiole N<sup>0</sup>1.

Pour ce qui est de l'effet de l'inoculum, tel que déjà mentionné, la série avec boues activées acclimatées se distingue nettement. Il est cependant à

remarquer que la série ayant reçu un mélange d'inoculum n'a pas montré de différence notable avec celle non inoculée.

# 3.5. Test en fiole sur l'effet du CaCO<sub>3</sub> (test en fiole N<sup>0</sup>2)

La figure 24 présente les suivis du nitrate au cours d'une période de 8 heures sur l'effet de l'ajout de CaCO<sub>3</sub> sur la nitrification. Le profil d'apparition est semblable pour les deux séries durant les quatre premières heures. À la sixième heure, la concentration de nitrate est plus faible pour la série sans CaCO<sub>3</sub>. Cette différence est mince mais elle est tout de même statistiquement significative ( $\alpha = 0.028$ , test t). À la huitième heure, il n'y avait plus de différence. Il y avait également une différence significative ( $\alpha = 7.26.10^{-5}$ , test t) entre les concentrations d'ammoniac résiduel à la fin de l'essai ( $33.0 \pm 2.02$  et  $9.0 \pm 2.02$  mg/L pour les séries avec et sans CaCO<sub>3</sub>, respectivement) alors qu'il n'y avait pas de différence au temps zéro ( $121.3 \pm 2.02$  et  $119.0 \pm 3.50$  mg/L). Pour ce qui est du pH qui n'a pas été ajusté durant cette essai, la série avec CaCO<sub>3</sub> a subi une baisse moins importante après 8 heures (de  $7.36 \pm 0.00$  à  $6.2 \pm 0.02$ ) en comparaison avec celle sans CaCO<sub>3</sub> (de  $7.37 \pm 0.01$  à  $5.68 \pm 0.02$ ).

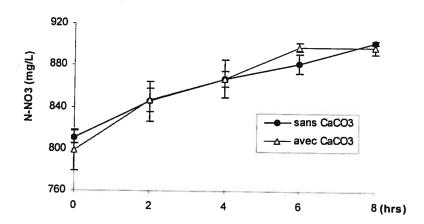


Figure 24: Suivis du N-NO<sub>3</sub> au cours d'une période de 8 heures sur l'effet de l'ajout de CaCO<sub>3</sub>.

# **Chapitre 4. DISCUSSION**

## 4.1. Biofiltration par un lit de tourbe

La tourbe est une matière riche en substances organiques pouvant être solubilisées. Le lavage du biofiltre à tourbe est donc conseillé pour l'enlèvement de ces substances. Celles-ci ont généré la couleur jaune de l'eau de lavage sortie du biofiltre durant la première semaine expérimentale. D'autre part, la diminution de l'intensité de la couleur du liquide sorti du biofiltre durant la 2<sup>e</sup> semaine, pendant laquelle le mélange d'affluent dilué et d'inoculum a été pompé, pouvait être expliquée probablement par la réduction de ces matières humiques solubles après une semaine de lavage par l'eau parallèlement avec la filtration des solides en suspension de ce mélange. Celles-ci ont amené une limpidité du liquide sortant. Pour les quatre premiers jours de la période d'alimentation par l'affluent dilué, le liquide sorti du biofiltre était sûrement le liquide absorbé antérieurement car le HRT déduit était de 4 jours. L'effluent était alors encore limpide et clair mais l'intensité de la couleur augmente progressivement. À partir de là, l'affluent a remplacé l'eau de lavage. L'effluent obtenu devenait de plus en plus foncé possiblement à cause de matières colorées présentes dans l'affluent et qui n'étaient pas retenues ni dégradées par le biofiltre. Ceci dit, d'autres matières doivent avoir contribué à la couleur de l'effluent puisque celui-ci est rapidement devenu plus foncé que l'affluent. Une explication possible est que des acides humiques présents dans la tourbe et non extraits lors du lavage ait été solubilisés par l'affluent. Les acides humiques sont des substances normalement présentes dans le sol et sont de couleur très foncée (Sadowsky, Cheng et Halbach, 1999), Or les acides humiques sont extractibles en conditions alcalines. Comme le pH de l'affluent était autour de 9.0, les acides humiques ont probablement été extraits plus efficacement par l'affluent que par l'eau de lavage dont le pH était à 7.0. Cette contribution des acides humiques à la couleur de l'effluent a déjà été observée dans d'autres recherches sur la biofiltration avec un lit de tourbe (Brooks, Rock et Struchtemeyer, 1984; Rana et Viraraghavan, 1987).

Pendant les deux essais, nous avons observé des diminutions au niveau de la DCO, DBO<sub>5</sub>, N-NH<sub>4</sub> et P-PO<sub>4</sub> entre l'affluent et les effluents. La courte durée des essais ne nous permet pas d'exclure la possibilité que ces performances soient attribuables, en tout ou en partie, à des phénomènes d'adsorption sur le lit de tourbe. La diminution de l'azote ammoniacal pourrait aussi être due à la volatilisation. Le pH de l'affluent était assez élevé, autour de 9.0, ce qui est de nature à favoriser la volatilisation. Par contre, le pH de l'effluent était près de la neutralité, ce qui ne favorise pas la volatilisation. Par contre, à ce pH, les activités de nitrification et dénitrification sont possibles. La nature de la diminution de l'azote ammoniacal n'a pas été élucidée à cause des limites dans la méthode analytique de NO<sub>x</sub>. Durant les essais de biofiltre, la méthode de HPLC n'était pas encore mise au point. Tandis que la colorimétrie n'a pas permis de détecter la présence des NO<sub>x</sub> dans l'effluent à cause de la forte intensité de sa couleur. En conséquence, nous n'avons pas pu vérifier s'il existait des NO<sub>x</sub> dans l'effluent ce qui aurait indiqué la présence de nitrification.

Le colmatage très rapide des biofiltres est quelque peu surprenant. Une charge hydraulique de 8 cm/jour et une DBO5 moins de 250 mg/L ont fréquemment été conseillées par d'autres auteurs (Coleman et Gaudet, 1994; Couillard, 1994; Rana et Viraraghavan, 1987). La durée de vie d'un biofiltre de tourbe variait de quelques semaines à des années. D'après l'étude de Patterson (1999), le biofiltre peut fonctionner jusqu'à 13 ans sans entretien spécifique pour traiter un affluent domestique. Il a utilisé un affluent dont la DBO5 était de 400 mg/L et une charge hydraulique de 3.2 à 5.5 cm/jour au lieu de 8.2 cm/jour pour éviter tout colmatage. L'efficacité du système était toujours plus de 90% pour la DBO<sub>5</sub>. Dans notre cas, la charge hydraulique était plus élevée, soit 9.8 cm/jour, et la DBO<sub>5</sub> était moindre (moins de 250 mg/L) que celle utilisée par cet auteur mais les TS était beaucoup plus élevés, environ de 20 g/L contre 0.8 g/L pour celui utilisé dans l'étude de Patterson. Ceci pourrait être la raison du colmatage rapide du biofiltre. L'affluent que nous avons utilisé dans les dernières expériences contenait moins de TS mais leur valeur était encore élevée par rapport celle utilisée dans cette recherche. Il nous semble que la biofiltration sur lit de

tourbe n'est pas approprié pour le traitement d'une eau relativement chargée en TS comme l'effluent du bioréacteur thermophile.

### 4.2. Réacteur biologique séquentiel

Comme nous avons mentionné dans la partie de revue de littérature, le traitement du lisier de porc fait encore l'objet de recherche à cause de sa charge trop élevée qui engendre plusieurs difficultés. De notre côté les deux grands problèmes rencontrés dans les quatre premières expériences du RBS (exp-RBS 1 à 4) était l'établissement d'une boue activée ayant une activité biologique efficace et le problème de moussage.

# 4.2.1. Moussage et séparation solide/liquide

La production excessive de mousse est un phénomène souvent rencontré lors du traitement aérobie des affluents hautement chargés tels que le lisier, les boues de stations d'épuration municipales, les effluents d'abattoir, etc. Le moussage et l'intensité de la mousse dépendent de la concentration des charges organiques (surtout en protéine), des matières solides en suspensions et du pH (Vardar-Sukan, 1998). Une fois que l'affluent est stabilisé (par exemple par centrifugation pour enlever partiellement des solides en suspension) et les caractéristiques de la liqueur mixte du bassin sont contrôlées, la mousse apparaît moins. La production de mousse apparaît souvent variablement. Les caractéristiques de ce phénomène ont été peu étudiées (Al-Masry, 1999; Racz, Koczo et Wasan, 1996; Ross, 1996; Vardar-Sukan, 1998). Il existe plusieurs types de mousse différents et leur stabilité dépend de plusieurs facteurs. Pour la détruire, la méthode chimique utilisant un agent anti-mousse comme l'huile de silicone ou la méthode mécanique peuvent être efficaces (Németh, Racz et Koczo, 1998; Vardar-Sukan, 1998). Si la vitesse de la destruction de mousse est moindre que celle de sa génération, cette différence pourrait provoquer un débordement du liquide (Vardar-Sukan, 1998).

Durant les deux premiers essais avec le RBS dont l'affluent était non centrifugé, le moussage a été observé immédiatement aux premiers jours

d'opération. La présence des solides en suspension était de toute évidence une des raisons de la formation de mousse. Aussi, durant les cinq premiers essais, le débit d'air injecté était mal contrôlé et supérieur aux besoins. Le moussage est donc survenu plus souvent durant les trois premières expériences et il a été réduit dans les deux essais exp-RBS 4 et exp-RBS 5 grâce à la diminution des solides en suspensions dans l'affluent. Finalement, la réduction de l'aération suite à l'installation d'un rotamètre plus précis lors du dernier essai (exp-RBS 6) a éliminé le problème. Après 40 jours d'opération, un moussage léger a été observé mais il était toujours négligeable.

Il est à noter que le moussage excessif qui a entraîné un débordement et la fin de l'expérience exp-RBS 5 étaient plutôt attribuable à une défaillance du système de régulation du pH, tel que mentionné à la section 3.3.1. L'injection excessive de NaOH a provoqué un choc basique. Le pH de la liqueur mixte a monté à plus de 10 en entraînant une lyse cellulaire, ce qui a causé le moussage.

Parallèlement avec le problème de moussage, un autre problème que nous avons rencontré surtout durant les deux premiers essais est la séparation solide/liquide. Avec un affluent non centrifugé, la grande quantité solide en suspension influençait non seulement sur l'efficacité du traitement au niveau d'autres paramètres mais rendait également la décantation inefficace. Nous concluons donc que l'élimination partiellement des solides en suspension par centrifugation est nécessaire pour limiter le moussage et favoriser la décantation.

#### 4.2.2. Déphosphatation

Lors des quatre expériences où le phosphore a été suivi (exp-RBS 1 à 4), une réduction de concentration entre l'affluent et l'effluent a été notée, sauf lors de deux périodes de l'essai exp-RBS 3. On ne peut cependant pas conclure qu'il y avait pour autant de la déphosphatation biologique. Puisque la boue utilisée n'avait initialement pas une grande capacité de déphosphatation biologique, il aurait fallu avoir une augmentation de l'écart entre l'entrée et la sortie pour confirmer qu'il y avait une adaptation de la biomasse à l'activité de déphosphatation biologique, chose qui n'a pas été observée clairement. Un suivi

analytique réalisé durant un cycle au jour 30 de l'essai exp-RBS 4 n'a pas non plus révélé les variations de concentration de phosphore soluble qui sont attendues pour un système de déphosphatation biologique (augmentation en période anaérobie, diminution en période aérobie) (résultats non présentés). Donc la diminution de phosphore dans l'effluent par rapport à l'affluent pourrait être simplement attribuable à la précipitation du phosphore soluble (ortho-phosphate) sous forme de struvite ou d'hydroxyapatite dans les conditions d'aération continuelle et de pH élevé (plus de 8.0) (Suzuki et al., 2002; Zhu, Luo et Ndegwa, 2001).

D'après Comeau (1990b), la condition minimale pour qu'un procédé de traitement des eaux usées puisse effectuer la déphosphatation est l'alternance de phase anaérobie et aérobie. Nous avons appliqué ces conditions mais nous n'avons pas obtenue une activité de déphosphatation satisfaisante. Une explication possible pourrait être la présence de nitrate dans la liqueur mixte qui défavoriserait les PAO. L'effet défavorable de la présence de nitrates dans la phase anaérobie a été présenté en détail par Comeau (1990b). Bien que nous n'ayons pas pu quantifier les NO<sub>x</sub> dans la liqueur mixte durant les premiers essais, l'analyse de l'ammoniac et de l'évolution du pH ont montré qu'il y avait peu ou pas de nitrification (voir section suivante) et qu'en conséquence la présence de nitrate était peu probable. Une autre possibilité est que ces quatre essais aient duré trop peu de temps pour permettre l'adaptation de microflore déphosphatante, surtout en tenant compte que les conditions de pH étaient souvent instables.

#### 4.2.3. Nitrification

#### 4.2.3.1. Adaptation de la biomasse

Les résultats analytiques sur les produits azotés de l'affluent et de l'effluent des quatre premiers essais et leurs profils du pH ne présentaient pas de baisse, et suggèrent une efficacité très faible de la nitrification. En conséquence, les deux derniers essais ont porté sur cet aspect en appliquant les améliorations sur les conditions d'opération en vue de favoriser la croissance de la biomasse nitrifiante qui est la plus lente. Le démarrage avec un affluent dilué et une

aération prolongée semblent efficaces. Dans l'expérience exp-RBS 5, avec un affluent dilué 3x et un HRT de 3.3 jours, l'activité de nitrification a été déterminée par l'apparition des nitrates et la disparition des nitrites dans l'effluent dès le 31<sup>e</sup> jour. Cette activité était apparue plus vite lors de l'expérience exp-RBS 6 puisque, après seulement 12 jours, il y avait diminution des nitrites. Il faut rappeler que, contrairement aux essais précédents, il n'y avait pas d'alimentation en affluent pendant cette période de démarrage. L'alimentation n'a commencé qu'à partir du 13<sup>e</sup> jour. La charge a ensuite été progressivement augmentée ce qui s'est traduit à certains moments par l'apparition d'un peu d'ammoniac et/ou de nitrite à l'effluent, mais toujours pour une courte durée. Ainsi la stratégie de démarrage sans alimentation suivi d'une augmentation graduelle de la charge a permis l'établissement stable de la population nitrifiante dans la boue.

Le test en fiole avec deux inoculums différents durant 3 semaines (test en fiole N<sup>0</sup>1) a montré que la boue activée préalablement acclimatée à l'affluent avait une capacité de nitrification nettement supérieure au mélange d'inoculums non adaptés. Ceci montre bien qu'une période d'adaptation est nécessaire pour que la biomasse nitrifiante devienne efficace et ce, quel que soit l'inoculum.

Malgré des problèmes rencontrés durant l'expérience exp-RBS 5 (choc basique au 65<sup>e</sup> jour) qui ont perturbé l'activité et la performance du traitement, la nitrification a repris rapidement après plus de 2 semaines. Donc, nous pouvons dire que l'activité de nitrification peut être restaurée même si les bactéries nitrifiantes ont été inhibées. L'augmentation de la charge ammoniacale était aussi acceptable pour assurer la reprise d'une bonne activité nitrifiante après une durée d'adaptation. Ces résultats ont également été confirmés par quelques auteurs (Xiong et al., 1998).

#### 4.2.3.2. Effet des carbonates

Dans le traitement des eaux usées municipales, on considère généralement que la quantité de carbone inorganique dissous dans l'eau à partir de l'air est suffisante et ne limiterait donc pas la croissance des bactéries nitrifiantes (Metcalf and Eddy, 2003). Par contre, pour des affluents ayant une forte charge en

ammoniac, cette quantité pourrait être insuffisante (Wett et Rauch, 2003). Ce facteur pourrait donc être limitant dans le cas de notre affluent. Le manque de bicarbonate, la forme utilisable du carbone inorganique pour les microorganismes nitrifiants, peut diminuer considérablement leur croissance. Durant l'aération, le CO<sub>2</sub> est dégagé. Il y aura en conséquence une perte de carbone inorganique du milieu. Cette perte pourrait diminuer la capacité compétitive des bactéries nitrifiantes avec les bactéries hétérotrophes. L'effet positif de l'ajout de CaCO<sub>3</sub> sur la nitrification du lisier a également été rapporté par d'autres auteurs (Blouin, 1987; Blouin *et al.*, 1989; St-Arnaud, Bisaillon et Beaudet, 1991).

Dans le premier test (test Nº1), l'ajout de CaCO3 a engendré un effet positif. Cet effet semblait concerner les deux étapes de la nitrification. Ceci dit, pour les fioles inoculées par la boue, l'effet était surtout à la deuxième étape de la nitrification, la nitratation. En comparant les deux séries de fioles à une même concentration et avec des inoculums différents, une avec et l'autre sans CaCO3, la différence était nettement observable dans les milieux contenant moins de 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L (2x). Cet ajout n'était pas vraiment bénéfique à une concentration initiale en azote ammoniacal élevée de 700 mg/L (1x). À une concentration initiale de 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L, la nitrification complète a été obtenue après 3 semaines d'incubation dans les milieux inoculés par la boue activée soutirée du RBS après environ 30 jours d'acclimatation. Ces résultats sont donc différents d'autres recherches où l'ajout de CaCO3 et de la boue activée a montré une amélioration seulement au niveau de la nitritation et aucune influence sur la nitratation (Blouin, 1987; Blouin et al., 1989; St-Arnaud, Bisaillon et Beaudet, 1991). Une autre observation de ce test était la capacité tampon du CaCO3 dans le milieu. Dans les fioles ayant reçu du CaCO3, la diminution du pH au cours d'une journée était moins importante par rapport à celle des fioles sans CaCO3. Dans ce contexte, on ne peut pas exclure la possibilité que l'effet positif du CaCO3 soit simplement dû à son effet tampon plutôt qu'à une augmentation du substrat de croissance des bactéries nitrifiantes.

Le test N<sup>0</sup>2 sur l'effet du carbonate effectué au 80<sup>e</sup> jour d'opération du réacteur dans l'expérience exp-RBS 5, durant une courte durée d'une batch de

8 heures avec 6 heures d'aération, a montré un effet très modeste. L'effet de CaCO3 dans ce cas semblait beaucoup moins frappant par rapport celui dans le test Nº1. Cela pourrait être expliqué par la durée de l'essai et l'amélioration de la population nitrifiante dans le bioréacteur avec le temps. Notons que dans le test Nº1, la boue a été acclimatée durant 30 jours et inoculée à une concentration de 5% dans l'affluent. Quant au test N<sup>0</sup>2, la liqueur mixte a été utilisée directement après le remplissage par l'affluent, le rapport entre la boue et l'affluent était alors beaucoup plus élevé que celui du premier (correspondait à une concentration d'environ de 90% de boue). De plus, durant les 80 jours d'opération qui précédaient le test, l'ajout de CaCO3 au réacteur avait été fait. La performance de la population nitrifiante dans la boue activée du réacteur pouvait donc avoir été améliorée. Dans ce test, la seule différence remarquable au niveau de la transformation des nitrates entre les deux séries d'échantillons était vers la 5e heure du cycle. La formation de nitrate était plus faible durant la période de 5e à 7<sup>e</sup> heure du cycle pour le milieu sans CaCO<sub>3</sub> bien qu'à la fin du cycle, la quantité de nitrate formée était similaire pour les deux séries. Par contre, le CaCO3 a encore montré un effet tampon important sur le pH dans ce test. On ne peut donc pas exclure que le modeste effet positif du CaCO3 sur la nitrification observé lors de ce test soit dû simplement à son effet tampon.

Quant à l'expérience exp-RBS 6, l'apport du carbonate n'a pas amélioré les performances globales du réacteur R2. Par contre, il y avait une différence au niveau de la transformation du nitrite durant un cycle (figure 21). Ceci dit, même si le cycle du R1 (sans ajout de carbonate) était raccourci et qu'il y avait du nitrite à la fin de la période d'aération, ce ne serait pas un désavantage dans le contexte où il est prévu d'ajouter une période de dénitrification qui éliminera autant le nitrate que le nitrite. Il est à noter que cette différence observée dans le réacteur ne peut pas être due à l'effet tampon en raison de la présence d'un contrôle automatisé du pH. Pour la suite des expériences, il serait pertinent de continuer à augmenter la charge en ammoniac pour voir si le carbonate peut procurer un avantage plus significatif sur la nitrification.

# 4.2.3.3. Effet de la concentration initiale en azote ammoniacal

La nitrification est une activité qui est sensible aux conditions du milieu et peut même être inhibée par son propre substrat. Dans le test Nº I, nous avons pu observer la première étape (nitritation) immédiatement durant la première semaine avec l'inoculum de la boue activée acclimatée dans les fioles ayant des concentrations initiales en azote ammoniacal très élevées (autour de 700 mg/L) et après une semaine dans les autres fioles. Il ne semble donc pas y avoir inhibition de la nitritation par son substrat à cette concentration. Ceci vient aussi de l'observation que les pentes des courbes de diminution de l'ammoniac sont les mêmes à 700 et 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L. À plus basse concentration, les pentes de consommation d'ammoniac sont plus faibles. Cependant, elles sont sous-estimées car il ne reste aucun ammoniac dès le deuxième point expérimental. Par contre, à une concentration de 700 mg/L, la deuxième étape (nitratation) a été inhibée puisque le nitrite persiste dans le milieu même après trois semaines et que peu de nitrate a été formé. À 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L, l'accumulation de nitrite est temporaire puisqu'il est complètement consommé par la suite. Dans les bioréacteurs, lors des deux derniers essais (exp-RBS 5 et 6), le taux de dilution (ratio affluent/liqueur mixte) générait une concentration en azote ammoniacal au temps zéro de chaque cycle de moins de 100 mg/L, ce qui s'est avéré positif pour l'adaptation de la biomasse nitrifiante. Mais les résultats du 1er test en fiole suggèrent qu'il est possible d'avoir une concentration initiale plus élevée, comme à 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L, ce qui permettrait un taux de dilution plus faible (ratio affluent/liqueur mixte plus grand) sans que la nitrification en soit affectée. L'impact de la concentration de l'azote ammoniacal sur la nitrification a été rapporté par plusieurs auteurs. Dans la littérature, la concentration initiale en ammoniac de la liqueur mixte d'un RBS dépasse rarement 100 mg N-NH<sub>4</sub>/L (Bortone et al., 1992; Choi et Eum, 2002; Collivignarelli et Bertanza, 1999; Pochana et Keller, 1999; Tilche et al., 1999). Dans les manuels de référence, pour une température de 20°C et un pH de 7.0, on indique que l'oxydation de l'ammoniac peut être inhibée et celle de nitrite est affectée à une concentration beaucoup moindre, soit 20 mg/L (Metcalf and Eddy, 2003).

## 4.2.3.4. Impact sur le pH

Durant les quatre premiers essais, une augmentation du pH durant le cycle a été observée. Cette augmentation avait une influence négative sur l'établissement d'une population nitrifiante car le pH a dépassé souvent la valeur optimale de 8.0. Ce phénomène peut être attribué au dégagement du CO<sub>2</sub> durant l'aération de la liqueur mixte. Le dégagement du CO<sub>2</sub> du milieu entraîne un déplacement de l'équilibre CO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/HCO<sub>3</sub>-/CO<sub>3</sub>- vers les carbonates, ce qui se traduit par une augmentation du pH (Metcalf and Eddy, 2003).

Le contrôle de pH joue un rôle très important sur la performance du traitement. C'était pourquoi nous avons utilisé un régulateur du pH pour le contrôler aux valeurs optimales pour la croissance des bactéries et mêmes pour éviter les formes non souhaitées des produits azotés. En effet, ce n'est pas l'ammoniac sous forme ionique qui inhibe la nitrification, mais plutôt sa forme libre, NH3. En outre, la forme libre d'ammoniac dépend fortement du pH tel que mentionné dans la partie revue de la littérature. Le pH de la liqueur mixte joue un rôle primordial sur la nitrification puisqu'il décide la relation entre l'ammoniac libre et l'ammonium. Différents intervalles du pH ont été rapportés comme étant acceptables pour la nitrification. Par contre, la valeur optimale varie toujours entre 7.8 et 8.0 (Metcalf and Eddy, 2003). Wett et Rauch (2003) ont trouvé que la vitesse de nitrification augmentait de trois fois lorsque le pH était haussé de 7.0 -7.3 à 7.3 - 7.6. Cette différence concerne la concentration du carbone inorganique présent dans le milieu puisqu'un pH plus élevé permet de dissoudre une plus grande quantité de CO2. Pour les deux dernières expériences et les trois tests en fioles, le pH de la liqueur mixte devenait rapidement acide durant une batch et pendant la journée et l'ajustement a permis de garder le pH aux alentours de la valeur optimale (de 7.5 à 8.0). Durant le début de l'expérience exp-RBS 5, avant l'implantation de l'injection automatique de base, le pH tombait souvent à moins de 6.0 après la phase aérobie et il retournait à près de 8.0 après le remplissage. Ce phénomène est normal en présence de nitrification mais cette diminution est plus marquée par rapport aux quelques recherches d'autres auteurs (Bortone et al., 1992; Collivignarelli et Bertanza, 1999; Pochana et Keller, 1999). Dans ces

recherches, l'ajustement du pH était quelque fois inutile ou sinon mineur car le pH restait à l'intérieur d'un intervalle de valeurs acceptables. Cette différence s'explique par la concentration d'azote traité plus élevée dans notre cas.

Toujours au cours de l'expérience exp-RBS 5, il y a eu deux accidents avec le régulateur du pH qui ont amené le pH à plus de 9.0 au cours de cet essai, mais l'activité de nitrification est revenue à la normale deux semaines après le premier choc au jour 65, ceci en injectant la solution d'acide pour baisser le pH aux valeurs souhaitées. Alors, nous pouvons conclure que le changement du pH influence l'activité de nitrification mais que la population microbienne présente dans l'expérience exp-RBS 5 pouvait survivre dans un relativement large intervalle de pH.

Lors de l'expérience exp-RBS 6, la seule différence observable entre les deux bioréacteurs se situe au niveau du pH. Le réacteur R2 dont le pH était ajusté avec du Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> montrait un pouvoir tampon plus grand que le réacteur R1 qui recevait plutôt du NaOH. Cependant, avec le Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, lorsque l'acidification du milieu provoquée par la nitrification était terminée, il y avait une augmentation du pH tel qu'un ajout d'acide était nécessaire pour éviter qu'il ne dépasse 8.0. Ce phénomène est possiblement causé par l'accumulation du carbonate. En absence d'acidification (due au fait qu'il n'y a plus de nitrification) et en présence d'aération, tel que mentionné précédemment, il y a dégagement de CO<sub>2</sub> ce qui se traduit par une augmentation du pH en raison de l'équilibre CO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/HCO<sub>3</sub>-/CO<sub>3</sub>- (Metcalf and Eddy, 2003). Ce fait pourra être évité par l'ajout de l'étape de dénitrification immédiatement après la fin de l'étape de nitrification.

#### 4.2.4. Performances

Les performances du traitement étaient nettement insatisfaisantes pour les quatre premières expériences. Le but initial d'établir une boue activée capable d'effectuer la nitrification, la dénitrification et la déphosphatation biologique n'a pas été atteint lors de ces essais. Par contre, pour les deux dernières, nous avons atteint notre objectif qui était alors l'obtention d'une bonne activité de

nitrification. Pour juger de sa valeur, nous pouvons la comparer à celles obtenues par d'autres auteurs.

La performance de nitrification des expériences exp-RBS 5 et exp-RBS 6 peut être calculée par la consommation de l'ammoniac, qui était près de 500 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour après 110 jours d'opération dans l'expérience exp-RBS 5 et de 200 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour au 40<sup>e</sup> jour dans l'essai exp-RBS 6 (qui n'avait probablement pas encore atteint son maximum)..

La plupart des recherches récentes sur le RBS se sont concentrées sur le traitement en parallèle des trois paramètres polluants (C, N et P) (Bortone et al., 1992; Coelho, Russo et Araujo, 2000; Collivignarelli et Bertanza, 1999; Lee, Jeon et Park, 2001; Lo, Liao et Kleeck, 1990; Obaja et al., 2003; Pochana et Keller, 1999; Tilche et al., 1999). Il est cependant à noter que les concentrations d'azote ammoniacal à traiter étaient faibles par rapport à celles que nous avons utilisées ici. La consommation d'azote ammoniacal rapportée par ces auteurs était beaucoup moins élevée que dans notre cas, par exemple de 110 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour pour les recherches avec un RBS en utilisant le contrôle par le profil du pH et de l'ORP de Kishida et al. (2003) et seulement de 50 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour avec deux RBS fonctionnant simultanément et dont l'efficacité était plus de 98% dans les recherches de Tilche et al. (1999). Celle de Bortone et al. (1992) était d'environ de 85 mg N-NH<sub>4</sub>/L/jour avec une stratégie d'opération de deux remplissages durant le cycle pour favoriser la dénitrification en fournissant une source de carbone externe par le deuxième remplissage (1/4 d'affluent). Par contre Obaja et al. (2003) rapportent une vitesse de consommation nettement plus grande, soit 1500 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour pour un RBS dont l'efficacité d'enlèvement de l'azote était de 99%. Les vitesses de consommation que nous avons obtenues sont donc très bonnes mais il y a probablement encore de la place pour une amélioration.

#### **CONCLUSION**

Les résultats obtenus au cours de cette étude portant sur le traitement de l'effluent d'un bioréacteur aérobie thermophile traitant le lisier du porc nous ont permis de mieux comprendre et évaluer la possibilité d'application de deux procédés, soit la biofiltration sur un lit de tourbe et le traitement par boues activées au sein d'un réacteur biologique séquentiel.

Les résultats des essais de la biofiltration sur un lit de tourbe ont montré que ce procédé n'est pas approprié pour traiter l'effluent du bioréacteur aérobie thermophile. Le colmatage et l'augmentation de la couleur sont les désavantages qui ont été particulièrement mis en évidence au cours du présent travail.

Les résultats avec le RBS ont montré qu'il est préférable de réduire les solides en suspension avant le traitement. Une élimination par centrifugation est tout à fait réalisable à l'échelle industrielle. La réduction préalable des solides est nécessaire pour qu'il puisse y avoir décantation de la liqueur mixte après traitement. Elle aide aussi à diminuer le problème de moussage excessif. Le traitement biologique par le RBS semblait plus efficace que la biofiltration sur un lit de tourbe pour un affluent chargé comme l'effluent thermophile. Une stratégie de démarrage utilisant des cycles seulement aérobies de manière à viser d'abord l'établissement d'une microflore nitrifiante semble être pertinente. Une aération continuelle, une faible concentration en ammoniac (moins de 350 mg N-NH<sub>4</sub>/L) dans la liqueur mixte au temps zéro de chaque cycle, l'ajustement serré du pH durant l'opération aux valeurs optimales (7.8 - 8.0) sont vraiment nécessaires durant le temps de démarrage. Ces conditions assurent la croissance des bactéries nitrifiantes en les acclimatant avec des conditions du milieu. Les travaux réalisés en laboratoire ont donc permis d'obtenir l'oxydation complète de l'ammoniac à une vitesse allant jusqu'à 500 mg N-NH<sub>4</sub>/L-jour. Une fois l'activité de nitrification bien établie, il sera possible de modifier les cycles de manière à favoriser l'implantation des activités de dénitrification et de déphosphatation.

# **BIBLIOGRAPHIE**

- AAC. 1998. «Stratégie de recherche sur la gestion du lisier de porc au Canada». Rapport de Direction générale de la recherche d'Agriculture et Agroalimentaire Canada, Ministre des Approvisionnements et Services Canada (Document Nº A42-77/1998F), 37 p.
- AL-MASRY, W. A. 1999. «Effects of antifoam and scale-up on operation of bioreactors». Chemical Engineering and Processing, vol. 38, no. 3, p. 197-201.
- ANTONIOU, P., J. Hamilton, B. Koopman, R. Jain, B. Holloway, G. Lyberatos et A. Svoronos, S. 1990. «Effect of temperature and pH on the effective maximum specific growth-rate of nitrifying bacteria». <u>Water Research</u>, vol. 24, no. 1, p. 97-101.
- APHA, AWWA et WEF. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th édition. New York, 1220 p.
- BARIL, P. 2002. «Impact de la production porcine sur le milieu naturel». Présentation du Bureau d'audience publiques sur l'environnement dans le cadre de la consultation publique sur le dévéloppement durable de la production porcine (document BIO7) Ministère de l'Environnement du Québec.
- BEAUDET, P. 1996. «Évaluation des éléments fertilisants des engrais de ferme». Rapport Direction de l'environnement et du développement durable. 9 p.
- BEAUDET, R., C. Gagnon, J. G. Bisaillon et M. Ishaque. 1990. «Microbiological aspects of aerobic thermophilic treatment of swine waste». <u>Applied Environmental Microbiology</u>, vol. 4, p. 971-976.
- BERNET, N., N. Delgenes, J. C. Akunna, J. P. Delgenès et R. Moletta. 2000. «Combined anaerobic-aerobic SBR for the treatment of piggery wastewater». Water Science and Technology, vol. 34, no. 2, p. 611-619.
- BISHOP, P. L. 1997. «Biofilm structure and kinetics». Water Science and Technology, vol. 36, no. 1, p. 287-294.
- BLACKBURN, J. W. 2001. «Effect of swine waste concentration on energy production and profitability of aerobic thermophilic processing». <u>Biomass and Bioenergy</u>, vol. 21, p. 43-51.
- BLOUIN, M. 1987. «Oxydation de la matière organique et nitrification du lisier de porc». Mémoire de maîtrise, Université de Montréal, 175 p.
- BLOUIN, M., J.-G. Bisaillon, R. Beaudet et M. Ishaque. 1989. «Nitrification of swine waste». Canadian Journal of Microbiology, vol. 36, p. 273-278.

- BOCK, E., I. Schmidt, R. Stuven et D. Zart. 1995. «Nitrogen loss caused by denitrifying *Nitrosomonas* cells using ammonium or hydrogen as electron-donors and nitrite as electron-acceptor». <u>Archives of Microbiology</u>, vol. 163, no. 1, p. 16-20.
- BONNARD, N., M. T. Brondeau, M. Falcy, D. Jargot, J. C. Protois, O. Scheider et P. Serre. 2003. «Phosphore». <u>Cahiers de notes documentaires d'Institut National de Recherche Scientifique</u> (Document FT 100), vol 190, 6 p.
- BORTONE, G., S. Gemelli, A. Rambaldi et A. Tilche. 1992. «Nitrification, denitrification and biological phosphate removal in sequencing batch reactors treating piggery wastewater». Water Science and Technology, vol. 26, no. 5-6, p. 977-985.
- BRELOT, E. et B. Chocat. 1996. «Impact of waste on the environment». <u>Houille Blanche-Revue Internationale De L'Eau</u>, vol. 51, no. 1-2, p. 16-21.
- BROOKS, J. L., C. A. Rock et R. A. Struchtemeyer. 1984. «Use of peat for onsite wastewater treatment: II. Field Studies». <u>Journal Environmental Quality</u>, vol. 13, no. 4, p. 524-530.
- BROWN, P. A., S. A. Gill et S. J. Allen. 2000. «Metal removal from wastewater using peat». Water Research, vol. 34, no. 16, p. 3907-3916.
- BRUNING-FANN, C. S. et J. B. Kaneene. 1993. «The effects of nitrate, nitrite and *N-nitroso* compounds on human health: a review». <u>Veterinary and Human Toxicology</u>, vol. 35, no. 6, p. 521-538.
- BURT, P., S. F. Morgan, B. N. Dancer et J. C. Fry. 1990. «Microbial-populations and sludge characteristics in thermophilic aerobic sewage-sludge digestion». Applied Microbiology and Biotechnology, vol. 33, no. 6, p. 725-730.
- CARUCCI, A., M. Majone, R. Ramadori et R. S. 1994. «Dynamics of phosphorus and organic substrates in anaerobic and aerobic phases of a sequencing batch reactor». Water Science and Technology, vol. 30, no. 6, p. 237-246.
- CHEUNBARN, T. et K. R. Pagilla. 1999. «Temperature and SRT effects on aerobic thermophilic sludge treatment». <u>Journal of Environmental Engineering-Asce</u>, vol. 125, no. 7, p. 626-629.
- CHOI, E. et Y. Eum. 2002. «Strategy for nitrogen removal from piggery waste». Water Science and Technology, vol. 46, no. 6-7, p. 347-354.

CHOI, Y. S., E. B. Shin et Y. D. Lee. 1996. «Biological phosphorus removal from wastewater in a single reactor combining anaerobic and aerobic conditions». Water Science and Technology, vol. 34, no. 1-2, p. 179-186.

CLOETE, T. E. et D. J. Oosthuizen. 2001. «The role of extracellular exopolymers in the removal of phosphorus from activated sludge». <u>Water Research</u>, vol. 35, no. 15, p. 3595-3598.

COELHO, M. A. Z., C. Russo et O. Q. F. Araujo. 2000. «Optimization of a sequencing batch reactor for biological nitrogen removal». <u>Water Research</u>, vol. 34, no. 10, p. 2809-2817.

COLEMAN, R. N. et I. D. Gaudet. 1994. «Septic Tank Effluent treatment using laboratory-scale peat filters». <u>Water Pollution Research Journal of Canada</u>, vol. 29, no. 1, p. 19-37.

COLLIVIGNARELLI, C. et G. Bertanza. 1999. « Simultaneous nitrification-denitrification processes in activated sludge plants: Performance and applicability». Water Science and Technology, vol.40, no.4-5, p.187-194.

COMEAU, Y. 1990a. «La déphosphatation biologique - procédés et conception». Sciences et Techniques de l'eau, vol. 23, no. 2, p. 199-219.

COMEAU, Y. 1990b. «La déphosphatation biologique - Métabolisme microbien». Sciences et Techniques de l'eau, vol. 23, no. 1, p. 47-60.

COUILLARD, D. 1992. «Appropriate waste-water management technologies using peat». <u>Journal of Environmental Systems</u>, vol. 21, no. 1, p. 1-20.

COUILLARD, D. 1994. «The use of peat in waste-water treatment». Water Research, vol. 28, no. 6, p. 1261-1274.

COURNOYER, M. S. et P. J. Bernier. 1983. «Recyclage et traitement du fumier: avenues possibles». Conférence présentée lors du Congrès des agronomies du Québec 1983.

D'ELIA, C. F., P. A. Steudler et N. Corwin. 1977. «Determination of total nitrogen in aqueous samples using persulfate digestion». <u>Limnology and Oceanography</u>, vol. 22, p. 760-764.

EDGERTON, B. D., D. McNevin, C. H. Wong, P. Menoud, J. P. Barford et C. A. Mitchell. 2000. «Strategies for dealing with piggery effluent in Australia: the sequencing batch reactor as a solution». Water Science and Technology, vol. 41, no. 1, p. 123-126.

EILERSEN, A. M., M. Henze et L. Kloft. 1994. «Effect of volatile fatty acids and trimethylamine on nitrification in activated sludge». <u>Water Research</u>, vol. 28, no. 6, p. 1329-1336.

FORTIN, R. 2002. «Le portrait économique de la production porcine». <u>Rapport Fédération des producteurs de porcs du Québec présenté au BAPE</u> (Document ECON11). 30 p.

FPPQ. 2004. «Le porc du Quebec». Rapport interne du Fédération de producteurs de porcs du Québec. 7 p.

FURUMAI, H., A.-A. Kazami, M. Fujita, M. Furuya et K. Sasaki. 1999. «Modeling long term nutrient removal in a SBR». <u>Water Research</u>, vol. 33, no. 11, p. 2708-2714.

GASPARD, S. 2002. «Traitement et épuration des eaux». <u>Rapport présenté dans le Colloque de l'Université des Antilles et de la Guyane Departement de Chimie UFR des Sciences Exactes et Naturelles</u>, 15 p.

GERBER, A., E. S. Mostert, C. T. Winter et R. H. Villiers. 1987. «Interactions between phosphate, nitrate and organic substrate in biological nutrient removal processes». Water Science and Technology, vol. 19, p. 183-194.

GORONSZY, M. C. 1992. « Full-scale cyclic activated-sludge system phosphorus removal ». Water Science and Technology, vol. 26, no. 9-11, p. 2253-2256.

GUILLEN-JIMENEZ, E., P. Alvarez-Mateos, F. Romero-Guzman et J. Pereda-Marin. 2000. «Bio-mineralization of organic matter in dairy wastewater, as affected by pH. The evolution of ammonium and phosphates». <u>Water Research</u>, vol. 34, no. 4, p. 1215-1224.

HAWKE, M. I., I. P. Martini et L. D. Stasiuk. 1999. «A comparison of temperate and boreal peats from Ontario, Canada: possible modem analogues for Permian coals». <u>International Journal of Coal Geology</u>, vol. 41, no. 3, p. 213-238.

HELMER, C. et S. Kunst. 1998. «Simultaneous nitrification/denitrification in an aerobic biofilm system». <u>Water Science and Technology</u>, vol. 37, no. 4-5, p. 183-187.

HENZE, M., H. Aspegren, J. L. Jansen, P. H. Nielsen et N. Lee. 2002. «Effect of solids retention time and wastewater characteristics on biological phosphorus removal». Water Science and Technology, vol. 45, no. 6, p. 137-144.

- HENZE, M., W. Gujer, T. Mino, T. Matsuo, M. C. Wentzel et G. v. R. Marais. 1995. «Wastewater and biomass characterization for the activated sludge model No. 2: biological phosphorus removal». Water Science and Technology, vol. 31, no. 2, p. 13-23.
- HENZE, M., P. Harremoes, J. l. C. Jansen et E. Arvin. 2000. <u>Wastewater treatment Biological and chemical processes</u>. 3rd édition: Springer, 430 p.
- HU, L., J. Wang, X. Wen et Y. Qian. 2004. «Study on performance characteristics of SBR under limited dissolved oxygen». <u>Process Biochemistry</u>, vol. 40, no. 1, p. 293-296.
- HUNIK, J. H., H. J. G. Meijer et J. Tramper. 1992. «Kinetics of *Nitrosomonas europaea* at extreme eubstrate, product and salt concentrations». <u>Applied Microbiology and Biotechnology</u>, vol. 37, no. 6, p. 802-807.
- HUNIK, J. H., H. J. G. Meijer et J. Tramper. 1993. «Kinetics of *Nitrobacter agilis* at extreme substrate, product and salt concentrations». <u>Applied Microbiology and Biotechnology</u>, vol. 40, no. 2-3, p. 442-448.
- ISAACS, S. H., M. Henze, H. Soeberg et M. Kummel. 1994. «External carbon source addition as a means to control an activated sludge nutrient removal process». Water Research, vol. 28, no. 3, p. 511-520.
- JIANLONG, W. et Y. Ning. 2003. «Partial nitrification under limited dissolved oxygen conditions». <u>Process Biochemistry</u>, vol. 39, no. 10, p. 1223-1229.
- JUN, H. B. et H. S. Shin. 1997. «Substrates transformation in a biological excess phosphorus removal system». Water Research, vol. 31, no. 4, p. 893-899.
- JUTEAU, P., D. Tremblay, C.-B. Ould-Moulaye, J.-G. Bisaillon et R. Beaudet. 2004. «Swine waste treatment by self-heating aerobic thermophilic bioreactors». Water Research, vol. 38, no.3, p. 539-546.
- KARGI, F. et A. Uygur. 2002. «Nutrient removal performance of a five-step sequencing batch reactor as a function of wastewater composition». <u>Process Biochemistry</u>, vol. 89, p. 1-7.
- KARGI, F. et A. Uygur. 2003. «Effect of carbon source on biological nutrient removal in a sequencing batch reactor». <u>Bioresource Technology</u>, vol. 89, no. 1, p. 89-93.
- KERRN-JESPERSEN, J. P. et M. Henze. 1993. «Biological phosphorus uptake under anoxic and aerobic conditions». Water Research, vol. 27, no. 4, p. 617-624.

- KISHIDA, N., J.-H. Kim, M. Chen, H. Sasaki et R. Sudo. 2003. «Effectiveness of Oxidation-Reduction Potential and pH as monitoring and control parameters for Nitrogen removal in swine wastewater treatment by Sequencing Batch Reactors». Journal of Bioscience and Bioengineering, vol. 96, no. 3, p. 285-290.
- KOROLEFF, F. 1972. «Determination of total nitrogen in natural waters by means of persulfate oxidation». New Baltic Manual with Methods for Sampling and Analysis of Physical, Chemical and Biological Parameters, International Council for Exploration of the Sea, Charloltenlund, p. 71-78.
- LANGNER, C. L. et P. F. Hendrix. 1982. «Evaluation of a persulfate digestion method for particulate nitrogen and phosphorus». <u>Water Research</u>, vol. 16, no. 10, p. 1451-1454.
- LAPARA, T. M. et J. E. Alleman. 1999. «Thermophilic aerobic biological wastewater treatment». Water Research, vol. 33, no. 4, p. 895-908.
- LAPARA, T. M., A. Konopka et J. E. Alleman. 2000. «Energy spilling by thermophilic aerobes in potassium-limited continuous culture». <u>Water Research</u>, vol. 34, no. 10, p. 2723-2726.
- LAPARA, T. M., A. Konopka, C. H. Nakatsu et J. E. Alleman. 2000. «Thermophilic aerobic wastewater treatment in continuous-flow bioreactors». <u>Journal of Environmental Engineering-Asce</u>, vol. 126, no. 8, p. 739-744.
- LAROSE, A. 1998. «Optimisation de la cyclologie d'un procédé de déphosphatation biologique en RBS par méthode respirométrique». Thèse de doctorat, École Polytechnique de Montréal, 127 p.
- LE BIHAN, Y. et P. Lessard. 2000. «Monitoring biofilter clogging: biochemical characteristics of the biomass». Water Research, vol. 34, no. 17, p. 4284-4294.
- LEE, D. S., C. O. Jeon et J. M. Park. 2001. «Biological nitrogen removal with enhanced phosphate uptake in a sequencing batch reactor using single sludge system». Water Research, vol. 35, no. 16, p. 3968-3976.
- LEE, Y. D., E. B. Shin, Y. S. Choi, H. S. Yoon, H. S. Lee, I. J. Chung et J. S. Na. 1997. «Biological removal of nitrogen and phosphorus from wastewater by a single sludge reactor». <u>Environmental Technology</u>, vol. 18, no. 10, p. 975-986.
- LI, J. Z., D. S. Mavinic et H. G. Kelly. 2002. «Batch and continuous feeding of thermophilic aerobically digested sludged supernatant as a carbon source for biological nutrient removal». <u>Journal of Environmental Engineering and Science</u>, vol. 1, p. 213-224.

- LIU, L. H. et A. Koenig. 2002. «Use of limestone for pH control in autotrophic denitrification: batch experiments». <u>Process Biochemistry</u>, vol. 37, no. 8, p. 885-893.
- LO, K. V., P. H. Liao et R. J. V. Kleeck. 1990. «A full-scale sequencing batch reactor treatment of dilute swine wastewater». <u>Canadian Agriculture Engineering</u>, vol. 33, p. 193-195.
- LOUZEIRO, N. R., D. S. Mavinic, W. K. Oldham, A. Meisen et I. S. Gardner. 2001. «Methanol-induced biological nutrient removal kinetics in a full-scale sequencing batch reactor». Waste Research, vol. 36, p. 2721-2732.
- MALLADI, B. et S. C. Ingham. 1993. «Thermophilic aerobic treatment of potato-processing waste-water». World Journal of Microbiology & Biotechnology, vol. 9, no. 1, p. 45-49.
- McNEVIN, D. et J. Barford. 1998. «Modelling adsorption and biological degradation of nutrients on peat». <u>Biochemical Engineering Journal</u>, vol. 2, no. 3, p. 217-228.
- MENSINGA, T. T., G. J. Speijers et J. Meulenbelt. 2003. «Health implications of exposure to environmental nitrogenous compounds». <u>Toxicology Review</u>, vol. 22, no. 1, p. 41-51.
- METCALF AND EDDY, I. 2003. Wasterwater Engineering Treatment and reuse. 4th édition: Mc Graw Hill, 1819 p.
- MULLER, S. D. 2002. «Influence de la végétation sur accumulation de la tourbe au Québec méridional». <u>Comptes Rendus Biologies</u>, vol. 325, no.5, p. 629-640.
- NDEGWA, P. M. 2004. «Limitations of Orthophosphate Removal during Aerobic Batch Treatment of Piggery Slurry». <u>Biosystems Engineering</u>, vol. 87, no. 2, p. 201-208.
- NÉMETH, Z., G. Racz et K. Koczo. 1998. «Foam control by silicone polyethers-mechanisms of "Cloud point antifoaming». <u>Journal of Colloid and Interface Science</u>, vol. 207, no. 2, p. 386-394.
- OBAJA, D., S. Mace, J. Costa, C. Sans et J. Mata-Alvarez. 2003. «Nitrification, denitrification and biological phosphorus removal in piggery wastewater using a sequencing batch reactor». <u>Bioresource Technology</u>, vol. 87, no. 1, p. 103-111.
- PAGILLA, K. R., H. Kim et T. Cheunbarn. 2000. «Aerobic thermophilic and anaerobic mesophilic treatment of swine waste». <u>Water Research</u>, vol. 34, no. 10, p. 2747-2753.

- PAPP. 2001. «Rapport d'évaluation des technologies de gestion et de traitement du lisier de porc». <u>Groupe de travail "Transfert technologique" du Plan agroenvironnemental de la production porcine</u>. 51 p.
- PATTERSON, R. A. 1999. «Peat treatment of septique tank effluent». <u>On-site '99. Meeting the Challenge: making on-site wastewater systems work,</u> Armidale, University of England, p.273-281.
- POCHANA, K. et J. Keller. 1999. «Study of factors affecting simultaneous nitrification and denitrification». Water Science and Technology, vol. 39, no. 6, p. 61-68.
- POLLICE, A., V. Tandoi et C. Lestingi. 2002. «Influence of aeration and sludge retention time on ammonium oxidation to nitrite and nitrate». <u>Water Research</u>, vol. 36, no. 10, p. 2541-2546.
- RA, C. S., K. V. Lo et D. S. Mavinic. 1999. «Control of a swine manure treatment process using a specific feature of oxidation reduction potential». <u>Bioresource Technology</u>, vol. 70, no. 2, p. 117-127.
- RA, C. S., K. V. Lo, J. S. Shin, J. S. OH et B. J. Hong. 2000. «Biological nutrient removal with an internal organic carbon source in piggery wastewater treatment». Water Research, vol. 34, no. 3, p. 965-973.
- RACZ, G., K. Koczo et D. T. Wasan. 1996. «Mechanisms of Antifoam Deactivation». <u>Journal of Colloid and Interface Science</u>, vol. 181, no. 1, p. 124-135.
- RANA, S. et T. Viraraghavan. 1987. «Use of peat in Septique Tank Effluent Treament Column studies». Water Pollution Research Journal of Canada, vol. 22, no. 3, p. 491-504.
- REHM, H.-J. et G. Reed. 1986. «Biotechnology Microbial Degradations». <u>VCH Verlagsgesellschaft mbH.</u>, vol. 8, 170 p.
- RINGQVIST, L., A. Holmgren et I. Oborn. 2002. «Poorly humified peat as an adsorbent for metals in wastewater». Water Research, vol. 36, no. 9, p. 2394-2404.
- RIZZUTI, A. M., A. D. Cohen, P. G. Hunt et A. Q. Ellison. 2002. «Retention of nitrogen and phosphorus from liquid swine and poultry manures using highly characterized peats». <u>Journal of Environmental Science and Health Part B-Pesticides</u>, Food Contaminants, and Agriculture Wastes, vol. B37, no. 6, p. 587-611.

- ROSS, S. 1996. «Profoams and antifoams». <u>Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects</u>, vol. 118, no. 3, p. 187-192.
- RUIZ, G., D. Jeison et R. Chamy. 2003. «Nitrification with high nitrite accumulation for the treatment of wastewater with high ammonia concentration». Water Research, vol. 37, no. 6, p. 1371-1377.
- RYKER, S. J. et J. L. Jones. 1995. «Nitrate concentrations in ground water of the central Columbia plateau». Rapport pour U.S. Geological Survey (USGS).
- SABALOWSKY, A. R. 1999. «An investigation of the feasibility of nitrification and denitrification of a complex industrial wastewater with high seasonal temperatures». Mémoire de maîtrise, Faculty of Virginia Polytechnic Institute, State University, 77 p.
- SADOWSKY, M., H. H. Cheng et T. Halbach. 1999. «Biofilter Microbes». University of Minnesota (Rapport final du projet Contract No 417121, 15 p.
- SCHMIDT, I., O. Sliekers, M. Schmid, E. Bock, J. Fuerst, J. G. Kuenen, M. S. M. Jetten et M. Strous. 2003. «New concepts of microbial treatment processes for the nitrogen removal in wastewater». <u>FEMS Microbiology Reviews</u>, vol. 27, no. 4, p. 481-492.
- SHIN, H. S. et H. B. Jun. 1992. «Development of excess phosphorus removal characteristics in a Sequencing Batch Reactor». <u>Water Science and Technology</u>, vol. 25, no. 4-5, p. 433-440.
- SMART, M. M., R. G. Rada et G. N. Donnermeyer. 1983. «Determination of total nitrogen in sediments and plants using persulfate digestion. An evaluation and comparison with the Kjeldahl procedure». <u>Water Research</u>, vol. 17, no. 9, p. 1207-1211.
- SMART, M. M., F. A. Reid et J. R. Jones. 1981. «A comparison of a persulfate digestion and the Kjeldahl procedure for determination of total nitrogen in freshwater samples». Water Research, vol. 15, no. 7, p. 919-921.
- SMOLDERS, G. J. F., M. C. M. Vanloosdrecht et J. J. Heijnen. 1994. «pH Keyfactor in the Biological Phosphorus Removal Process». Water Science and Technology, vol. 29, no. 7, p. 71-74.
- ST-ARNAUD, S. 1987. «Étude de certains aspects microbiologiques de la nitrosation du lisier de porc». Mémoire de maîtrise, Institut Armand-Frappier, Université du Québec, 148 p.

- ST-ARNAUD, S., J.-G. Bisaillon et R. Beaudet. 1991. «Microbiological aspects of ammonia oxidation of swine waste». <u>Canadian Journal Microbiology</u>, vol. 37, p. 918-923.
- SURAMPALLI, R. Y., R. D. Tyagi, O. K. Scheible et J. A. Heidman. 1997. «Nitrification, denitrification and phosphorus removal in sequential batch reactors». <u>Bioresource Technology</u>, vol. 61, no. 2, p. 151-157.
- SURMACZ-GORSKA, J., A. Cichon et K. Miksch. 1997. «Nitrogen removal from wastewater with high ammonia nitrogen concentration via shorter nitrification and denitrification». Water Science and Technology, vol. 36, no. 10, p. 73-78.
- SUZUKI, K., Y. Tanaka, T. Osada et M. Waki. 2002. «Removal of phosphate, magnesium and calcium from swine wastewater through crystallization enhanced by aeration». Water Research, vol. 36, no. 12, p. 2991-2998.
- TAM, N. F. Y., G. L. W. Leung et Y. S. Wong. 1994. «The Effects of external carbon loading on nitrogen removal in Sequencing Batch Reactors». <u>Water Science and Technology</u>, vol. 30, no. 6, p. 73-81.
- TAM, N. F. Y., Y. S. Wong et G. Leung. 1992a. «Effect of exogenous carbon sources on removal of inorganic nutrient by the nitrification-denitrification process». Water Research, vol. 26, no. 9, p. 1229-1236.
- TAM, N. F. Y., Y. S. Wong et G. Leung. 1992b. «Significance of external carbon-sources on simultaneous removal of nutrients from waste-water». <u>Water Science and Technology</u>, vol. 26, no. 5-6, p. 1047-1055.
- TANJORE, S. et T. Viraraghavan. 1997. «Effect of oxygen on the adsorption of pentachlorophenol by peat from water». <u>Water Air and Soil Pollution</u>, vol. 100, no. 1-2, p. 151-162.
- TILCHE, A., E. Bacilieri, G. Bortone, F. Malaspina, S. Piccinini et L. Stante. 1999. «Biological phosphorus and nitrogen removal in a full scale sequencing batch reactor treating piggery wastewater». Water Science and Technology, vol. 40, no. 1, p. 199-206.
- TREMBLAY, D. 2003. «Caractérisation de la flore microbienne d'un bioprocédé aérobie thermophile pour le traitement du lisier de porc». Mémoire de Maîtrise, Institut Armand-Frappier, INRS, Université du Québec, 155 p.
- TRUDELLE, M. 1996. «Nature et composition des engrais de ferme et des composts». Colloque sur la fertilisation intégré des sols, Conseil des productions végétales du Québec inc. (CPVQ inc.), p.136-152.

Union Paysanne. 2002. «Document d'orientation sur l'industrie porcine en rapport avec les audiences du BAPE». <u>Rapport interne</u>, Union paysanne. 13p.

VALLEE, P., S. Gariépy, C. Émond et J. P. Azzopardi. 1989. «Un système de gestion du lisier pour un élevage de 2400 porcs-espaces: étude à l'échelle pilotes», Congrès conjoint d'été 1989 des Sociétés canadienne et américaine de génie rural, ASAE et SCGR, Centre municipale des congrès de Québec.

VAN LOOSDRECHT, M. C. M., C. M. Hooijmans, D. Brdjanovic et J. J. Heijnen. 1997. «Biological phosphate removal processes». <u>Applied Microbiology and Biotechnology</u>, vol. 48, p. 289-296.

VARDAR-SUKAN, F. 1998. «Foaming: consequences, prevention and destruction». <u>Biotechnology Advances</u>, vol. 16, no. 5-6, p. 913-948.

VILLAVERDE, S., F. Fdz-Polanco, M. L. Lacalle et P. A. Garcia. 2000. «Influence of the suspended and attached biomass on the nitrification in a two submerged biofilters in series system». <u>Water Science and Technology</u>, vol. 41, no. 4-5, p. 169-176.

VIRARAGHAVAN, T. et F. D. Alfaro. 1998. «Adsorption of phenol from wastewater by peat, fly ash and bentonite». <u>Journal of Hazardous Materials</u>, vol. 57, no. 1-3, p. 59-70.

VIRARAGHAVAN, T. et A. Ayyaswami. 1987. «Use of peat in water pollution control: a review». Canadian Journal of Civil Engineering, vol. 14, p. 230-233.

VIRARAGHAVAN, T. et M. M. Dronamraju. 1993. «Removal of copper, nickel and zinc from waste-water by adsorption using peat». <u>Journal of Environmental Science and Health Part a-Environmental Science and Engineering & Toxic and Hazardous Substance Control</u>, vol. 28, no. 6, p. 1261-1276.

VIRARAGHAVAN, T. et A. Kapoor. 1995. «Adsorption of mercury from wastewater by peat». <u>Journal of Environmental Science and Health Part a-Environmental Science and Engineering & Toxic and Hazardous Substance Control</u>, vol. 30, no. 3, p. 553-566.

VIRARAGHAVAN, T. et G. N. Mathavan. 1989. «Use of peat in the removal of oil from produced waters». Environmental Technology Letters, vol. 10, no. 4, p. 385-394.

VIRARAGHAVAN, T. et D. J. Mihial. 1995. «Color removal using peat». Fresenius Environmental Bulletin, vol. 4, no. 6, p. 346-351.

- VIRARAGHAVAN, T. et K. Slough. 1999. «Sorption of pentachlorophenol on peat-bentonite mixtures». <u>Chemosphere</u>, vol. 39, no. 9, p. 1487-1496.
- VITOUSEK, P. M., Chair, J. Aber, R. W. Howarth, G. E. Likens, P. A. Matson, d. W. Schindler, W. H. Schlesinger et G. D. Tilman. 1997. «Human alteration of the global Nitrogen Cycle: causes and consequences». <u>Ecological Applications</u>, vol. 7, no. 1, p. 1-15.
- WEN-TSO, L., T. Mino, T. Matsuo et K. Nakamura. 1996. «Biological phosphorus removal processes effect of pH on anaerobic substrate metabolism». Water Science and Technology, vol. 34, no. 1-2, p. 25-32.
- WETT, B. et W. Rauch. 2003. «The role of inorganic carbon limitation in biological nitrogen removal of extremely ammonia concentrated wastewater». Water Research, vol. 37, no. 5, p. 1100-1110.
- WETT, B., R. Rostek, W. Rauch et K. Ingerie. 1998. «pH-controlled reject-water-treatment». Water Science and Technology, vol. 37, no. 12, p. 165-172.
- WHICHARD, D. P. 2001. «Nitrogen removal from dairy manure wastewater using sequencing batch reactors». Mémoire de maîtrise, Virginia Polytechnic Institute and State University, 144 p.
- WOLFE, H. Amir, Patz et A. Jonathan. 2002. «Reactive Nitrogen and Human health: Acute and Long-term implications». <u>AMBIO: A Journal of the Human Environment</u>, vol. 31, no. 2, p. 120-125.
- XIONG, X. J., M. Hirata, H. Takanashi, M. G. Lee et T. Hano. 1998. «Analysis of acclimation behavior against nitrification inhibitors in activated sludge processes». <u>Journal of Fermentation and Bioengineering</u>, vol. 86, no. 2, p. 207-214.
- YANG, H. J., E. B. Shin, Y. C. Chung et J. K. Ryu. 1999. «Simultaneous biological removal of nitrogen and phosphorus using the SBR process for a bench-scale test». <u>Journal of Environmental Science and Health Part a-Toxic/Hazardous Substances & Environmental Engineering</u>, vol. 34, no. 5, p. 1105-1116.
- YANG, S.-F., J.-H. Tay et Y. Liu. 2004. «Inhibition of free ammonia to the formation of aerobic granules». <u>Biochemical Engineering Journal</u>, vol. 17, no. 1, p. 41-48.
- ZHU, J., A. Luo et P. Ndegwa. 2001a. «Raising pH by low-level aeration for soluble phosphorus removal of swine manure». <u>Transactions of the American Society of Agricultural Engineers</u>, vol. 44, no. 2, p. 391-396.

ZHU, J., A. C. Luo et P. M. Ndegwa. 2001b. «The effect of limited aeration on swine manure phosphorus removal». <u>Journal of Environmental Science and Health Part B-Pesticides Food Contaminants and Agricultural Wastes</u>, vol. 36, no. 2, p. 209-218.

ZVAUYA, R., W. Parawira et C. Mawadza. 1994. «Aspects of aerobic thermophilic treatment of Zimbabwean traditional opaque-beer brewery wastewater». Bioresource Technology, vol. 48, no. 3, p. 273-274.