

A. BALLA

Faculté d'Agronomie,
BP 10960, Université Abdou Moumouni
Niamey, Niger
goga@refer.ne

M. M. ADAMOU

Département Génie Rural, Eaux et Forêts
Faculté d'Agronomie, BP 10960, Université
Abdou Moumouni Niamey, Niger.
adamou@refer.ne

Etude des effets d'une surcharge organique sur le fonctionnement d'un réacteur anaérobie à bio-masses fixées

Methanization of brewery wastewater on anaerobic fixed film reactor and analysis of the effects of organic overloading

Résumé

La méthanisation des eaux usées est un processus naturel de dégradation de la matière organique apportée par la pollution par des bactéries spécialisées. L'ensemble de cette étude se résume aux différentes performances d'un filtre anaérobie en épuration d'un effluent de brasserie. Les résultats obtenus sont en concordance avec ceux rencontrés dans la littérature ; une charge massique de 6,5 kg DCO/m³/jour ; un rendement d'épuration, un temps de séjour hydraulique (TSH) de 9,5 heures avec une teneur en méthane de 80%. L'action d'une surcharge sur ces performances se concrétise par une baisse importante du rendement d'épuration. Celle-ci est proportionnelle à la charge appliquée. Pour une surcharge de 100%, le rendement d'épuration baisse de moitié.

Mots clés : Méthanisation, Epuration des eaux, Filtre anaérobie

Abstract

The methanization of wastewater is a natural process of degradation of organic matter by the special group of bacteria. The work as a whole is sum up at the different performances of anaerobic filter under brewery wastewater treatment. These results are typical to previously reported; A loading rate of 6,5 kg COD/m³/day; the COD removal was 90%; hydraulic retention time (HRT) of 9,5 hours and 80% of methane in anaerobic gas. The effects of overloading on the filter performances take shape by decrease of COD removal. This is proportional to the loading. For an overloading of 100% the COD removal decrease of half.

Keywords: Methanization, Wastewater treatment, Anaerobic filter

L'épuration des eaux consiste à éliminer ou à réduire la concentration des substances chimiques ou biologiques, qui rejetées dans la nature sans traitement modifient l'équilibre des écosystèmes naturels. L'épuration par voie biologique consiste à utiliser la pollution organique comme substrat pour des micro-organismes et à rejeter dans la nature (ou à réutiliser) une eau préalablement traitée. Les eaux résiduelles des industries agro-alimentaires sont principalement de nature organique et généralement biodégradables, ce qui est bien compatible avec l'épuration biologique. Cette dernière comporte en effet deux voies différentes : la technique aérobie et la technique anaérobie.

C'est de la seconde voie qu'il est question dans cette étude. Elle consiste en une dismutation des matières organiques par une flore complexe de micro-organismes en méthane et CO₂, donc productrice d'énergie (biogaz). Cette épuration en anaérobiose connaît actuellement un grand regain d'intérêt. Ceci s'explique par une connaissance approfondie de la méthanisation, plus particulièrement en microbiologie et en biochimie. Les connaissances acquises en conduite des digesteurs ont aussi favorisé ce développement (Moleta, 1989).

Dans le présent travail, nous cherchons à étudier les performances d'un réacteur à cellules immobilisées (filtre anaérobie) en épuration d'effluent de brasserie et à analyser les effets d'une surcharge organique sur les performances de ce filtre.

L'effluent utilisé provient de l'ensemble des rejets liquides d'une brasserie. Le lot n°1 correspond à l'échantillon prélevé lors du démarrage de l'étude. Quant au lot n°2, c'est l'échantillon prélevé après épuisement du premier lot soit 34 jours après. L'échantillonnage de l'effluent épuré est effectué à la sortie du réacteur.

Techniques analytiques

- Matières en suspension (MES): Méthode par filtration sur disque en fibre de verre WHATMAN GF/C ; séchage à 105° C jusqu'à poids constant.

- Matières sèches totales : Pourcentage de matières sèches obtenues après séchage à 105° C jusqu'à poids constant.

- Matières volatiles : Pourcentage des matières sèches disparues après 1/2 heure de calcination à 550° C. (AFNOR, 1982)

- Matières minérales : La différence entre le poids de l'échantillon après passage au four et celui de la capsule vide détermine la quantité des matières minérales. Les résultats sont exprimés en g/l.

- D.C.O. : Méthode automatisée sur chaîne d'analyse à flux continu (AFNOR, 1982).

- Fraction azotée : les résultats sont exprimés en mg d'azote par litre. L'azote total est déterminé par la méthode de KJELDAHL (AACC, 1983). L'azote ammoniacal est dosé à l'électrode spécifique par la méthode des ajouts connus.

- Les acides gras volatils (A.G.V.) Les A.G.V. (Propionate, Butyrate, Isovalérate, Valérate) sont séparés et dosés sur un chromatographe en phase gazeuse

VARIAN, doté d'un détecteur à ionisation de flamme (Balla, 1991).

- La composition des gaz : Les échantillons sont réalisés à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse (Balla, 1991).

- Bilans carbone : Ils sont réalisés sur un appareil BECKMAN de dosage du carbone. Quant au carbone contenu dans le gaz de digestion, il est déterminé par calcul. Pour cela on multiplie le volume de gaz par le rapport 0,5 (12/24). En effet dans les conditions de température (20°C) et de pression (1 atm), une mole de gaz de digestion (méthane ou CO₂) occupe environ un volume de 24l et renferme 12 g de carbone.

- Mesure de l'activité spécifique : Les essais sont réalisés dans les flacons étanches de 550 ml contenant 100 ml de boues à tester et purgés avec un mélange gazeux N₂/CO₂ (85/15). Les flacons sont soumis ensuite à une incubation à 35° C sous agitation. Au cours du temps, la pression augmente sous l'action du dégagement gazeux. Lorsque la production gazeuse se stabilise (production endogène), on repurge les flacons sous N₂/CO₂ et on y injecte 2 ml de substrat (acétate, butyrate, propionate etc...). On réalise également un témoin qui va permettre de suivre l'auto-production. La quantité totale de méthane produite par la consommation de chaque substrat est déterminée en injectant dans le chromatographe un volume connu (0,5 ml) de la phase gazeuse.

Calculs :

Sachant que 1 g de D.C.O. traitée permet la production de 0,375 l de méthane à 35°C ;

Activité spécifique = $V \times 24 / (0,375 \times M.V.)$ en (g de D.C.O./g M.V./jour)

V : Volume de CH₄ produit par

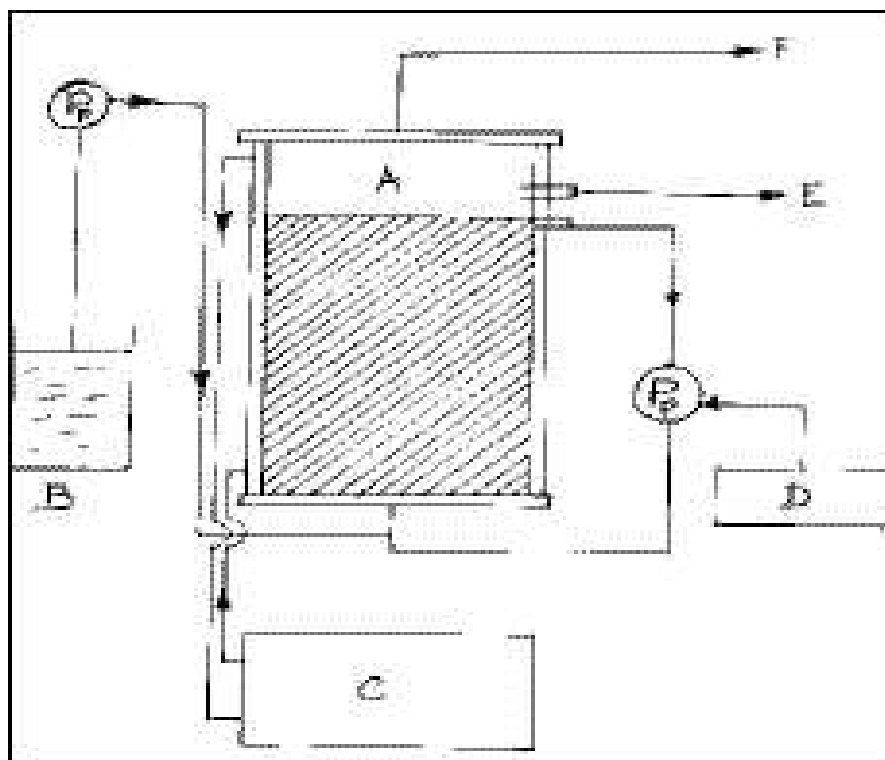


Figure 1 : Le filtre anaérobie et son environnement
 A : Digesteur ; B : Bac d'alimentation ; C : Bain marie ; D : Programmeur ; E : Sortie d'effluent ; F : Sortie gaz et Pp : Pompe péristaltique

fique de l'ordre de $0,25 \text{ m}^2/\text{l}$ de garnissage. Ce qui donne une surface de contact de l'ordre de 1 m^2 dans le réacteur qui a un volume utile de 5,25 litres.

Le filtre est alimenté de bas en haut (up flow) à l'aide d'une pompe péristaltique à vitesse variable. Une autre pompe assure la recirculation d'une partie de l'effluent déjà traité.

L'alimentation du réacteur est effectuée de façon continue suivant des débits progressifs en cinq paliers.

Le compteur à gaz

Il permet de mesurer le volume de gaz produit. C'est un compteur à impulsions mis au point au laboratoire (His, 1990). Il est constitué de quatre éléments :

- Une électrovanne à trois voies;
- Une vase de réserve ;
- Une ampoule contenant trois électrodes (haute ; basse ; référence) prolongeant dans une solution (eau, acide formique, sel de cuivre) ;
- Une cellule de comptage.

RESULTATS ET DISCUSSION

Analyses physico-chimiques des effluents de brasserie et des boues

Le tableau 1 montre les différents résultats obtenus après analyse de deux prélèvements d'effluent, constitués par l'ensemble des rejets liquides de la brasserie. Le premier lot constitue le premier prélèvement à la mise en route de la manipulation. Le second est intervenu après épuisement du premier (34 jours). La valeur du pH dans le 1er lot est faible 5,16 cela peut supposer un début d'acidification de l'ef-

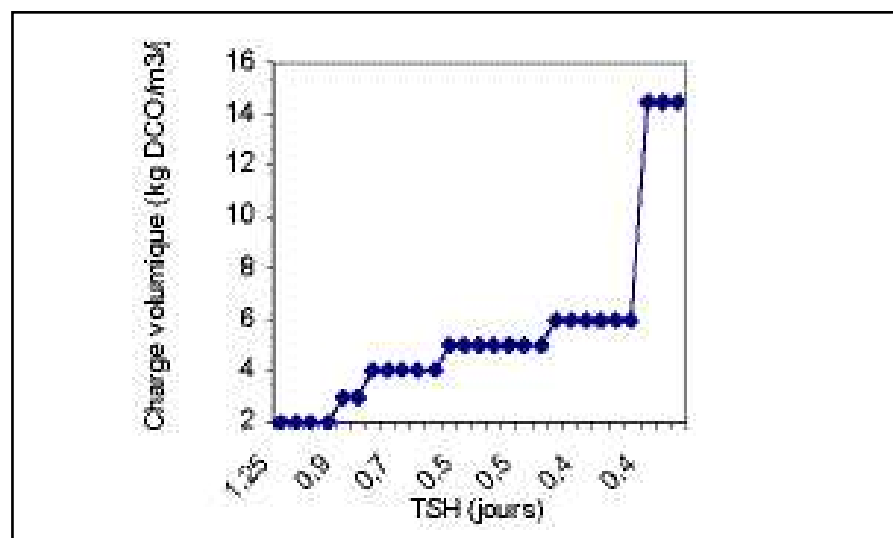


Figure 2 : Evolution de la charge volumique en fonction du temps de séjour hydraulique (TSH)

heure en $1/\text{j}$

M.V. : Matières volatiles en g/l

Le pilote de laboratoire

Le filtre anaérobie

Le schéma du principe est représenté par la figure 1.

Le réacteur utilisé est une colon-

ne en P.V.C. (H = 50 cm ; diamètre 12 cm) possédant une double enveloppe pour la régulation de la température à $35 \text{ }^\circ\text{C}$.

Ce réacteur est rempli d'un garnissage constitué d'anneaux en chlorure de polyvinyle (P.V.C.) type Flocor. La surface de fixation de chaque élément est d'environ 30 cm^2 et la surface spéci-

Caractéristiques	Prélèvement I	Prélèvement II
pH	5,16	8,0
MES (g/l)	0,083	0,20
MST (g/l)	2,47	6,25
MVT (g/l)	0,95	4,78
MVES (g/l)	0,062	0,20
Minéraux (g/l)	1,52	1,48
DCO totale mg d'O ₂ /l		
DCO soluble mg d'O ₂ /l	2540	5724
DCO /MO	1980	5658
DCO/NTK	2,67	1,19
	64,10	85,5
Azote total (mg/l)		
Azote NH ₃ (mg/l)	39,5	66,95
	0,020	0,00
Acides gras volatils		
Acétate (g/l)	0,00	0,00
Propionate (g/l)	0,00	0,00
Butyrate (g/l)	0,00	0,00
Alcool		
Ethanol (g/l)	0,80	0,05

Tableau 1. Caractéristiques physico-chimiques de l'effluent de brasserie utilisé

TYPE	Matière vivante g/l	Matière Sèche totale g/l	C.M = Activité spécifique g.DOC/g.MV/jour
Boues granuleuses	38,5	46	0,10

Tableau 2. Caractéristiques des boues

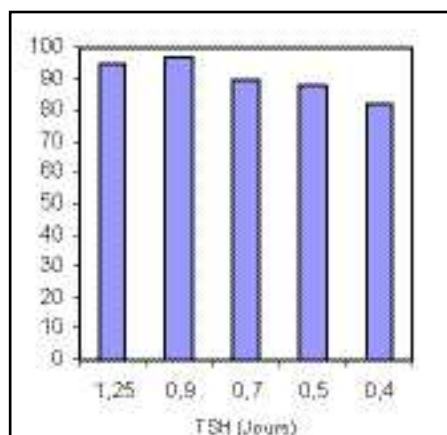


Figure 3 : Rendement d'épuration en fonction du temps de séjour hydraulique (TSH)

fluent. Au second prélèvement cette valeur est de 8 unités pH, elle semble plus représentative. Dans les deux cas ces valeurs sont acceptables car se situant non loin de la neutralité.

La concentration en DCO de l'effluent brut est relativement plus basse dans le 1er lot (2,5 g DCO/l), que dans le second où elle grimpe jusqu'à 6g DCO/l.

Ceci correspond à une période de grand rejet. La teneur en matières sèches est dans tous les cas compatibles avec un traitement en filtre anaérobie. Le rapport DCO/MO montre un ratio fort, 2,67 dans le premier lot. Ceci s'explique par la teneur en éthanol qui est de 0,8 g/l et qui constitue en elle même une partie de la DCO (1,6 g/l) qui se volatilise lors du passage à l'étuve (105° C). Le rapport normal est de l'ordre de 1,2 comme c'est le cas au second lot (1,19) (Roustan et Albagnac, 1988).

Le ratio DCO/azote total des deux prélèvements est dans chaque cas suffisamment élevé pour permettre la croissance microbienne, même dans le cas d'une biodégradabilité partielle de la fraction azotée. Par conséquent, la faible concentration de l'effluent en azote total (40 et 70 mg/l) éviterait une production

importante en ammonium qui peut inhiber partiellement les méthanogènes (Boone et Xun, 1987).

Le pourcentage des minéraux, apparemment important dans les deux cas (1,5 g/l), peut être intéressant s'il s'agissait des minéraux essentiels pour le développement des bactéries du méthane. Une analyse plus poussée serait donc intéressante. L'ensemble de ces résultats suggère une bonne biodégradabilité de l'effluent en anaérobiose (His, 1990).

Afin de préciser les charges initiales à appliquer au réacteur, des mesures du potentiel méthanogène des boues ont été effectuées. Les résultats sont donnés au tableau 2.

A partir de ces données, les calculs du débit d'alimentation du réacteur ont été effectués. Il ressort que le débit maximum pour débiter est de 6,8 litres par jour. Par prudence l'étude a débuté avec un débit d'alimentation de 4 litres par jour.

Les performances du filtre anaérobie

Les charges sont appliquées progressivement en agissant sur le débit d'alimentation (Moleta, 1989). Celui-ci est passé de 4 l/j à 13 l/j en cinq périodes de temps (Figure 2). Les temps de séjour hydraulique ont varié de 1,25 à 0,4 jour soit 9,5 heures et les charges volumiques de 2 kg de DCO/m³/j. jusqu'à 6 kg de DCO/m³/j.; Le système est resté stable. En continuant à alimenter le réacteur de façon attentive, on peut arriver à des charges supérieures ou égales à 7 kg de DCO/m³/j. Déjà avec des temps de séjour si courts, cette charge est une des performances recherchées en milieu industriel comme

Périodes	ALIMENTATION			EFFLUENT		EPURATION (%)			C V kg DCO / m ³ / j
	T S H	DCO Sol.	COT	DCO Solution	COT	DCO Sol.	DCO Sol.	COT	
10/4-15/4	1,25	1960	489	162,5	25	91,5	93,5	95	2,02
15/4-17/4	0,9	1960	489	142	25,5	93	94,5	94,5	2,82
17/4-24/4	0,7	2104	539	226	27	88	90,25	95	3,62
24/4-10/5	0,5	2104	539	281	63,5	87,5	88,75	88	4,72
10/5-17/5	0,4	2104	539	178	38,5	91,5	92,5	93	5,9

Tableau 3. Performance du filtre anaérobie en fonction du temps de séjour hydraulique
T.S.H. = Temps de Séjour Hydraulique (jour). C.V = Charge Volumique.

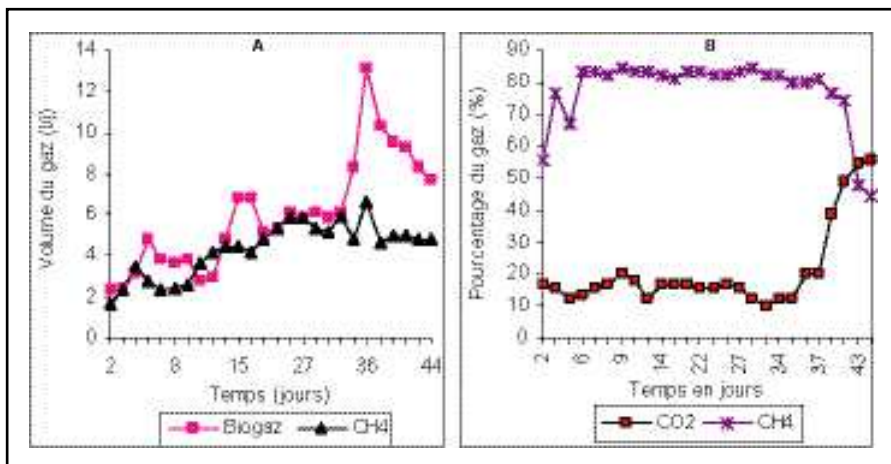


Figure 4 : Evolution de la production (A) et de la composition (B) du biogaz en fonction du temps

Périodes (jours)	10/04 au 15/04	15/04 au 17/04	17/04 au 24/04	24/04 au 10/05	10/05 au 17/05
M.E.S. Moyenne (g/l)	0,032	0,042	0,034	0,062	0,20

Tableau 4. Concentration moyenne en matière en suspension

Périodes	Alimentation mg	Effluent sortie mg/ C/l		Gaz mg C / L		Carbone récupéré / COT alim.				
	COT	COT	Cm	CO ₂	CH ₄	COT	Cm	CO ₂	CH ₄	Total
10/4-15/4	2053	105	403	453	855	5,1	19,6	22,0	41,6	88,0
15/4-17/4	2738	140	537,5	292,5	1612	5,2	21,2	10,6	58,8	95,7
17/4-24/4	3988	200	1102,5	272	1370	5,0	27,6	6,8	34,3	73,7
24/4-10/5	5390	635	1565	353,5	2157	11,7	29	6,5	40,0	87,2
10/5-17/5	6890	499	1594	408	2790	7,2	23,1	5,9	40,5	76,7

Tableau 5. Bilan carbone
COT = Carbone Organique Total . Cm = Carbone minéral

le soulignent déjà Roustan et Albagnac (1988).

Les rendements d'épuration sur la DCO totale et soluble sont tous supérieurs ou égaux à 90% pour des temps de séjour de 9,5 heures comme l'indique la figure 3. La DCO soluble résiduelle à la sortie est restée inférieure à 281mg d'O₂/l pendant le fonctionnement normal du réacteur.

Les rendements sur le carbone organique total sont légèrement supérieurs à ceux obtenus sur la DCO et cela sur toutes les périodes (> à 92 %) (Tableau 3). Ceci peut s'expliquer par le fait que la digestion anaérobie génère des molécules minérales réduites (sulfures par exemple) qui peuvent fausser par excès la valeur de la DCO résiduelle. Ces interférences sont nulles au niveau des mesures du carbone total.

La production du biogaz va en s'augmentant. Elle passe de 2 litres le premier jour à 5 litres en fin d'essai (Figure 4).

Le volume du méthane produit ramené à la quantité de DCO totale appliquée est faible au début soit 160 l/kg DCO. Après 40 jours d'épuration cette valeur est de l'ordre de 300 l/kg de DCO, soit une productivité de 1,5 m³/m³/j.

La composition moyenne du biogaz se stabilise à 80% de méthane pour moins de 20% de CO₂ (Figure 4). La teneur élevée en méthane s'explique par la quantité importante du CO₂ évacué par l'effluent traité sous forme de bicarbonate dissous dans la phase liquide.

Les matières en suspension (MES) sont mesurées sur l'effluent épuré à la sortie du réacteur. Elles sont d'origines minérales ou organiques et parmi ces dernières une fraction représente la biomasse bactérienne. La mesure de ces MES permet alors

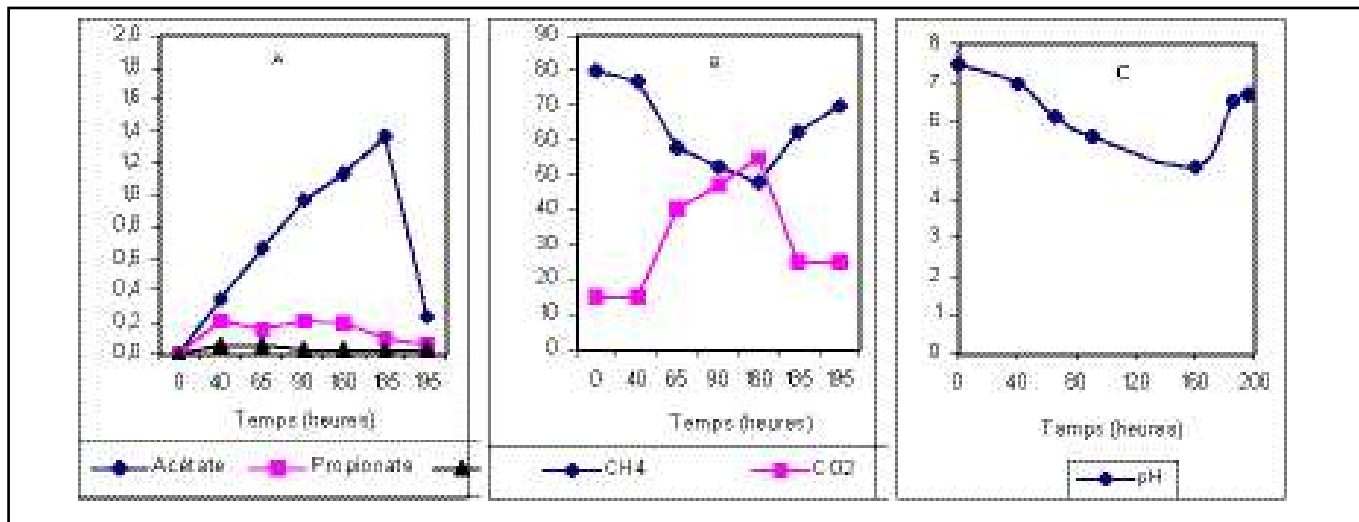


Figure 5 : Effets de la surcharge sur la production des AGV (A) et sur la composition du biogaz (B) et du pH (C) au sein du réacteur

de suivre le piégeage des bactéries pendant la phase du démarrage ou de détecter un éventuel détachement du biofilm. Ce dernier est le plus souvent lié à une surcharge organique (Albagnac, 1990). Les moyennes obtenues sont représentées dans le tableau 4. On remarque que pendant les premières périodes le taux est faible (0,05 g/l), ce qui suppose que les bactéries sont piégées. Mais avec l'augmentation du débit qui a suivi, le taux en MES a aussi largement augmenté ; ce qui note une perte de biomasse, surtout les acétogènes qui restent en suspension en période de court temps de séjour. Malgré ces pertes, le taux en MES reste dans les limites acceptables en milieu industriel (< à 0,15 g/l).

Les bilans carbone sont représentés dans le tableau 5. Ils sont exprimés en pourcentage de COT apporté par l'effluent d'alimentation. La proportion du carbone retrouvée dans le méthane varie de 35 à 45% pour toutes les périodes. Celle contenue dans les bicarbonates augmente également ; une grande partie proviendrait du CO₂ dissous sous forme de bicarbonate. Par conséquent la proportion du CO₂ reste faible tout au cours de l'essai (5%).

Le total du carbone récupéré reste cependant inférieur à 100% au cours de toutes les périodes. Ceci peut provenir d'une éventuelle rétention du carbone pour la croissance bactérienne à l'intérieur du réacteur ou aussi à une augmentation de la quantité de la matière vivante en suspension (MVES). Ce déficit qui était de l'ordre de 15% en moyenne a atteint 40% lors de la dernière période.

En ce qui concerne le devenir de l'azote, les résultats ont été considérés dans leur ensemble. En effet il n'a pas été possible de suivre au jour le jour les différentes teneurs en azote de l'effluent traité. Les concentrations moyennes observées sont les suivantes :

Effluent d'alimentation :

* Azote kjeldhal 33 mg/l

* Azote ammoniacal 0,5 mg/l

Effluent de sortie en fin d'essai :

* Azote kjeldhal 44 mg/l

* Azote ammoniacal 6 mg/l

La minéralisation de l'azote dans le filtre anaérobie a été faible puisque l'azote ammoniacal représente 13,5% de l'azote kjeldhal en sortie, ce pourcentage est de 1,5% dans l'effluent d'ali-

mentation. La quantité d'azote en plus retrouvée à la sortie proviendrait des MES et semble correspondre à des pertes de bactéries non retenues par le garnissage. Il serait donc important de prévoir un travail de polissage avant le rejet de l'effluent traité dans la nature.

Effet d'une surcharge sur les performances du filtre anaérobie

Suite à une surcharge occasionnée par le changement de l'alimentation, une baisse des performances du filtre a été observée. En effet en alimentant le réacteur avec un effluent de 6000 mg d'O₂ comme DCO, après deux jours de fonctionnement, le taux des acides gras volatils a augmenté de façon considérable (Figure 5).

En même temps une chute du pourcentage du méthane et corrélativement une hausse de la teneur en CO₂ du biogaz ont été observées (Figure 5). Cette augmentation est due à la baisse de l'alcalinité et du pH dans le réacteur. En effet, le déplacement des bicarbonates par les AGV se traduit par un dégagement de gaz carbonique qui vient compenser

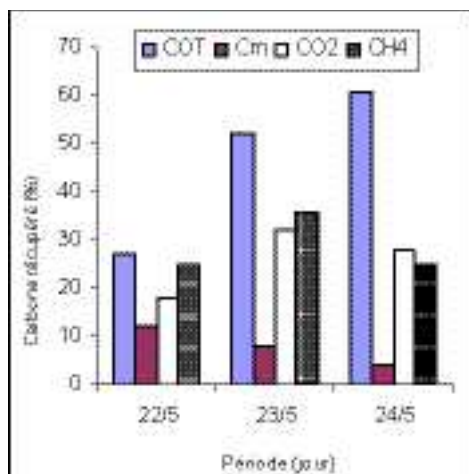


Figure 6 : Bilan carbone lors de la surcharge

la baisse de production gazeuse à partir des matières organiques de l'effluent d'alimentation. Ce phénomène s'accompagne d'un appauvrissement très net en méthane du gaz de digestion (Moleta, 1989 bis).

En même temps le pH est passé de 7,5 à 6,35 ; ce qui n'est pas une grande variation par rapport à la chute du rendement d'épuration.

Le rendement d'épuration pendant les deux jours de surcharge est passé de 97-93% à 57-43% soit une baisse de 50%. On remarque que le rendement d'épuration semble beaucoup plus sensible, ce qui permettrait de se servir pour apprécier précocement la mise en surcharge d'un digesteur.

Le réacteur a mis 4 jours pour retrouver son état d'équilibre après arrêt de la surcharge. Ce temps un peu long est sûrement dû à l'intensité de la surcharge (14 kg DCO/m³/j).

A la fin de ce temps, immédiatement la teneur en méthane du biogaz passe à 70%. Ceci est le résultat de la conversion en méthane des AGV avec un faible ratio oxygène-carbone.

Quant au bilan carbone lors de cette surcharge, on note une augmentation du COT résiduel qui

était passé de 5% à plus de 60% (Figure 6). La proportion du carbone retrouvée dans les bicarbonates chute sévèrement, ce qui correspond à un déplacement de l'équilibre des HCO₃ vers le CO₂ qui alors envahit la phase gazeuse. Ceci a pour conséquence une augmentation de la teneur en CO₂ du gaz de digestion.

Le total du carbone récupéré devient supérieur à 100%, la cause peut être la dégradation du propionate accumulé dans le réacteur et à la solubilisation des carbonates dans le réacteur.

CONCLUSION

Les différents essais réalisés sur le filtre anaérobie ont permis d'approcher les différentes performances de ce type de réacteur :

- Une charge massique de l'ordre de 6,5 kg de DCO/m³/jour ;
- Un rendement d'épuration de l'ordre de 90% ;
- Une teneur élevée du gaz en méthane ;
- Un taux en matière en suspension à la sortie inférieur à 0,15g/l ;
- Un temps de séjour hydraulique de 9,5 heures.

Ces différentes performances démontrent l'adéquation du filtre anaérobie pour les traitements des eaux à teneur moyenne en DCO et en matière en suspension (MES). En ce qui concerne l'effet d'une surcharge organique, l'étude a montré que le filtre anaérobie peut être sévèrement surchargé sans grand dommage. Pour une surcharge de 100%, le rendement d'épuration sur la DCO totale chute de 50%. Les performances normales sont rétablies 48 à 72 heures après l'arrêt de la surcharge.

Néanmoins, l'effluent épuré présente encore une DCO assez élevée (inférieure à 281mg d'O₂/l) pour être rejetée comme telle dans la nature. Cependant, si la priorité de la réutilisation de cette eau est accordée à l'irrigation, la disponibilité de l'azote ammoniacal de l'effluent à rejeter constituera une source d'engrais non négligeable pour la production agricole. Dans le cas échéant un polissage de cette eau épurée devrait être réaliser afin de réduire la concentration en DCO à des niveaux acceptables

BIBLIOGRAPHIE

1. AFNOR (Association française de normalisation), 1982, Recueil des normes françaises. Première édition. Paris, la Défense. 327 p.
2. Albagnac G 1990. Biomasse retention in advanced anerobic reactors. Wat. Sci. Tech., 22; 17-24
3. American Association of Cereal Chemist (AACC), 1983, Approved Methods of the AACC: Method 44-15A, approved october 1975, revised october 1981; The association : St Paul, MN.
4. Balla A. 1991. Méthanisation d'effluents de brasserie sur réacteurs à cellules immobilisées et caractérisation des granules et biofilms méthanigènes. Mémoire présenté pour l'obtention du diplôme et grade d'Ingénieur en industries alimentaires et agricoles .Option régions chaudes. 1991; ENSIA-Massy, 42p.
5. Boone DR., Xun L. 1987. Effects of pH, temperature and nutrients on propionate degradation by methanogenic enrichment culture. Appli. Environ. Microbiol., 50 ; 7 ; 1589-1592.
6. His A. 1990. Essai de traitabilité d'un effluent de brasserie. Mémoire de stage ingénieur. ENSIA-Massy, 30p
7. Moleta R. 1989. Comparaison de la réponse de différents paramètres à une surcharge organique d'un digesteur anaérobie. Env. Technol.Letters, 10 ; 173-184.
8. Moleta R. 1989. Contrôle et conduite des digesteurs anaérobies. Rev.Sce Eau, 2 ; 265-293.
9. Roustan JL., Albagnac G 1988. Analyse et biodégradabilité en anérobiose des effluents de l'usine de Grigny. Etudes de cas. 35p.