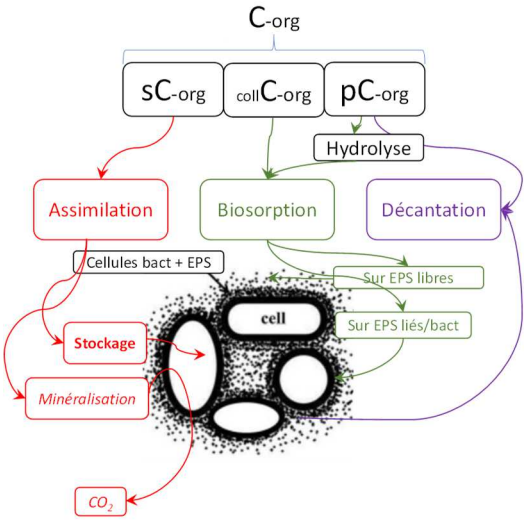
Station d'épuration du futur – Agence de l'eau Rhône Méditerranée Corse

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité

agence de l'eau RHÔNE MÉDITERRANÉE CORSE

Rapport final du projet CAPTURE 27/04/2023

CAPTURE-Procédé A



Titre du Projet:

<u>Captage et valorisation du carbone des eaux usées par procédé biologique forte charge et décantation primaire avancée.</u>

Acronyme : CAPTURE

Liste des participants

Participant No *	**Nom de l'organisation / Acronyme**	**Pays**
1 (Coordinateur)	INRAE, Unité de recherche UR REVERSAAL	FRANCE
2	INSA Lyon, Laboratoire DEEP	FRANCE
3	Saur	FRANCE

Résumé

L'énergie nécessaire à l'opération des systèmes d'assainissement peut représenter jusqu'à 40% des dépenses des grandes métropoles, ce qui est paradoxal puisque les eaux usées contiennent une énergie potentielle non exploitée. Pour améliorer l'efficacité énergétique des STEP il est possible de réduire les consommations en captant la matière organique plutôt qu'en l'oxydant. En effet, la matière organique peut être concentrée dans les boues, puis dirigée vers la digestion anaérobie pour produire du biogaz. Dans le contexte de la transition énergétique, le secteur de l'assainissement peut donc contribuer à la réduction de la dépendance des combustibles fossiles avec le développement de stations d'épuration moins énergivores. Cet objectif s'inscrit dans le cadre du projet CAPTURE, initié en mai 2018, de la transition des stations d'épuration (STEP) vers les Stations de Récupération de Ressources des Eaux (StaRRE). Ce projet vise la mise en pleine échelle de deux innovations : la décantation primaire améliorée (DPA) et les procédés biologiques à très forte charge. Ce rapport présente l'ensemble des résultats obtenus pour le procédé biologique à très forte charge. Des essais en continu à l'échelle pilote (colonne de 0.4 m^3) ont été réalisés sur la plateforme de recherche de la Feyssine pendant 3 ans. Le fonctionnement optimal du dispositif a été observé avec les paramètres suivants : 1 heure de temps de séjour hydraulique dans le réacteur biologique, un âge des boues de 0.4 jour et un niveau d'oxygène cible de 1mg/L ce qui est assez proches des valeurs optimales proposées dans la littérature (TSH 0,5 heure, ADB 0,3 jour et OD 1 mg/L). Les résultats montrent que le procédé est très sensible aux conditions environnementales des performances allant de 25 à 60% d'enlèvement de la DCO ont été observées. La redirection du carbone dans les conditions optimales était de l'ordre de 30 % de la DCO totale entrante ce qui est dans la fourchette basse des niveaux de redirection présentés dans la littérature. Cela représente toutefois un gain de redirection de l'ordre de 5 à 10% par rapport aux modes de traitements classique de la Station d'épuration de la Feyssine (méthanisation des boues après décantation primaire). Le procédé A représente une solution qu'il serait possible d'implanter à moyen terme dans les infrastructures existantes avec des couts d'investissement et de fonctionnement qui peuvent être estimés. Les résultats montrent que les boues produites ont un potentiel méthanogène intéressant qui est équivalent à celui d'un mélange boues primaires-boues secondaires. Il y a toutefois encore un besoin de recherche pour mettre au point une stratégie de capture par temps de pluie, en couplant le procédé A avec la décantation primaire améliorée par exemple. Enfin, si cette stratégie était déployée, une réflexion sur la nature des procédés à implanter pour permettre un traitement de l'azote du phosphore et des pathogènes permettant de maintenir les niveaux de rejet serait à engager.

Table des matières

Table des matières

1. Description du projet 6
1.1. Contexte et objectifs 6
1.2. Revue de littérature, le procédé A ou procédé de boues activées à forte charge 8
1.2.1. Procédé A : principaux mécanismes épurateurs 9
1.2.2. Retour d'expérience : paramètres opératoires optimaux 10
1.2.3. Biosorption – ajout de polymères 12
1.2.4. Synthèses : quelles possibilités de développement pour le procédé A à pleine échelle? 13
1.3. Conclusions, lien entre la revue de littérature et les objectifs du projet 14
1.3.1. Paramètres de fonctionnement du procédé 14
1.3.2. Principaux freins ou développement de la technologie à pleine échelle 15
2. Matériel et méthode 16
2.1. La colonne pilote à la plateforme de la Feyssine 16
2.1.1. Concept et dimensionnement 16
2.1.1. Le système d'aération – le système de dégazage 17
2.1.2. Conditions opératoires appliquées à la colonne pilote 17
2.1.1. Le dispositif de mesure en continu 18
2.1.2. Suivi ponctuel 18
2.1.3. Analyse des données 19
3. Résultats de l'étude 20
3.1. Performances de la colonne pilote opérée à forte charge 20
3.1.1. Caractéristiques des effluents traités 20
3.1.2. Bilan massique de DCO dans la colonne pilote 22
3.1.3. Performances d'abattement des MES et efficacité de la décantation 23
3.1.4. Performance de redirection de la DCO et fractionnement 25
3.1.5. Performances d'élimination des nutriments 26
3.1.6. Suivi de la dynamique des performances de la colonne pilote 27
3.1.6.1. Dynamique globale 27
3.1.6.2. Influence des fluctuations journalières (sans dilution ou surcharge) 29
3.1.6.3. Influence du temps de pluie sur le lessivage de la colonne pilote 30
3.2. Caractérisation des boues produites - Biodégradabilité 32
3.3. Des essais pilote à la pleine échelle – premières recommandations 34
3.3.1. La nature des effluents à traiter 34

3.3.2. Le système d'aération et la teneur en oxygène dissous 34
3.3.3. Système de décantation 35
3.3.4. Les performances générales et le besoin de traitement en aval – procédé B 35
4. Conclusion 37
5. Références 38
Annexe 1. Les schémas de flux de DCO selon les procédés considérés (Wan et al., 2006 - DOI: 10.1038/srep25054) 41
Annexe 2. Article de synthèse de littérature 43
Annexe 3. Mesure de biodégradabilité des échantillons du projet CAPTURE 44
Annexe 4. Photos du dispositif de dégrillage situé sur l'installation pilote et photos de l'impact de l'apport de solides non maîtrisés sur le décanteur (probablement apport industriel qui aurait pu être partiellement retenu dans un système de prétraitement) 45
Annexe 5. Différence de la qualité de la liqueur mixte par temps sec et temps de pluie..... 46

Liste des abréviations

ADB : âge des boues (en anglais SRT pour sludge retention time)

BMP : (Biochemical Methane Potential) indice de biodégradabilité des boues par mesure du potentiel méthane

DBO5 : demande biochimique en oxygène à 5 jours.

DCO : demande chimique en oxygène; DCOt : demande chimique en oxygène totale.

DCOff : Demande Chimique en Oxygène floculée filtrée

DCOf : Demande Chimique en Oxygène soluble (filtrée)

DCOc : Demande Chimique en Oxygène colloïdale

DCOp : Demande Chimique en Oxygène particulaire

EPS : substances polymérique extracellulaires

F/M : rapport "food to microorganisms", quantité de substrat apporté à la biomasse active d'un réacteur biologique (généralement exprimé en quantité de DBO_5 apportée par quantité de matière volatile en suspension de la liqueur mixte par jour).

IVB : indice de volume des boues

LOSS : (limit of stokesian settling) la limite de décantation stokesienne, indice d'efficacité de décantation (Mancell-Egala et al., 2016)

MES : matières en suspension

MVES : matières volatiles en suspension

MV : matières volatiles

MVES-LM : matières volatiles en suspension de la liqueur mixte

MES-LM : matières en suspension de la liqueur mixte

N : azote, NTK : azote total kjeldhal, NGL : azote total, N-NH4 : azote sous forme ammoniacal

STEP : station d'épuration

StaRRE : Station de Récupération des Ressources de l'Eau

TSH : temps de séjour hydraulique (ou HRT pour hydraulic retention time en anglais)

TOF : (threshold of flocculation) seuil de floculation – indice d'efficacité de décantation (Mancell-Egala et al., 2017)

OD : oxygène dissous

P : phosphore, PT : phosphore total, $P\text{-}PO_4^{3-}$: phosphore sous forme de phosphates

PHA : polyhydroxyalcanoates

Y : yield ou taux de conversion du substrat : exprime le rapport entre la quantité de substrat dégradé et la quantité de biomasse produite.

1. Description du projet

1.1. Contexte et objectifs

L'objectif général du projet CAPTURE est de répondre à un besoin croissant de connaissances sur la mise en œuvre de procédés innovants pour la capture et la valorisation des polluants contenus dans les eaux usées. Le projet est focalisé sur le captage et la valorisation énergétique du carbone contenu dans les eaux usées urbaines (Figure 1). Dans le contexte actuel : « de la station d'épuration vers la station de valorisation des ressources des eaux usées », de nombreuses initiatives ont été développées visant à réduire l'empreinte environnementale des STEP. Une des stratégies les plus en vue consiste à rediriger le carbone plutôt qu'à le minéraliser (Batstone, Hülsen et al. 2015, Wan, Gu et al. 2016, Sancho, Lopez-Palau et al. 2019).

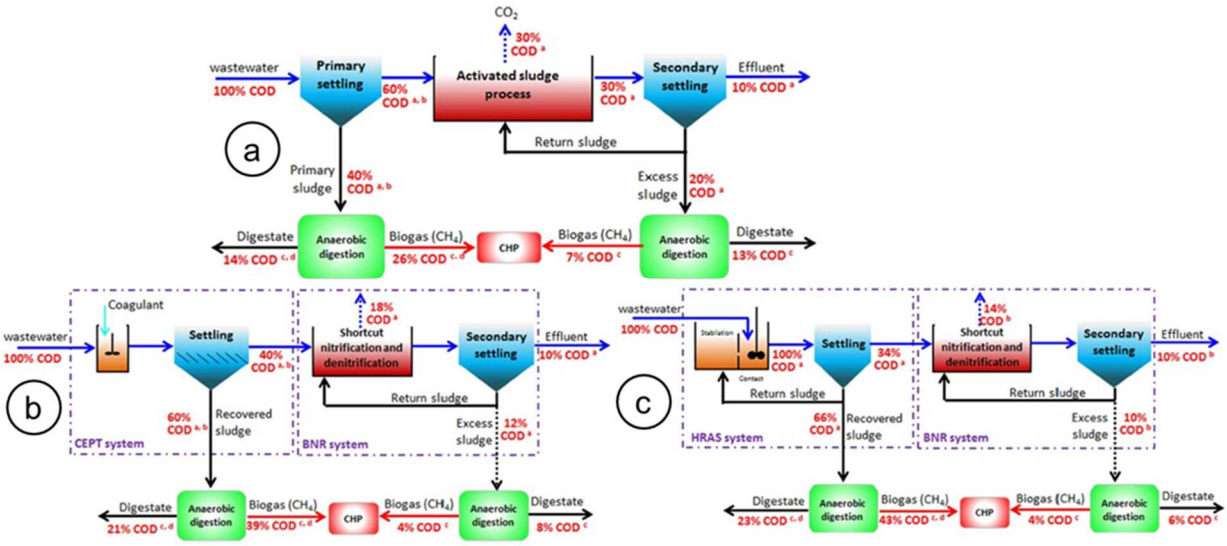


Figure 1. Comparaison des flux de DCO au sein de 3 filières : a) boues activées syst. Conventionnel b) Décantation I avancée et N autotrophe, c) Proc. A et N autotrophe) d'après Wan, Gu et al. 2016 – voir Annexe 1.

Parmi les meilleures technologies de traitement disponibles qui maximisent le potentiel de récupération, on trouve un procédé basé sur les boues activées à forte charge, "High Rate Activated Sludge" en anglais (HRAS), également appelé procédé A. Le principal avantage du procédé A par rapport à d'autres technologies de récupération telles que le traitement primaire amélioré chimiquement (CEPT) est le faible cout d'exploitation puisque ce procédé ne nécessite pas d'ajout de produits chimiques en théorie et consomme peu d'énergie pour l'aération.

Le procédé A vient d'une approche appelée "procédé A/B" (Adsorption-Belebung) qui a été développée à l'origine dans les années 1970 et 1980 à l'Université technique d'Aix-la-Chapelle (Böhnke, 1977) pour maintenir la stabilité du procédé de nitrification en dissociant l'étape de dégradation du carbone. Le procédé A/B est un procédé basé sur deux étapes de boues activées en série, chacune avec son propre réacteur, son clarificateur et ses boucles de recirculation des boues indépendantes (Figure 2). Le procédé A peut donc être considéré comme un traitement primaire "biologiquement amélioré". Au moment de son développement, le procédé B n'était utilisé que pour nitrifier. Des approches plus modernes impliquent des traitements alternatifs (Anammox, shunt des nitrates, sujet d'un autre projet AERMC-INRAE projet 'Plan-B') moins gourmands en énergie et en carbone.

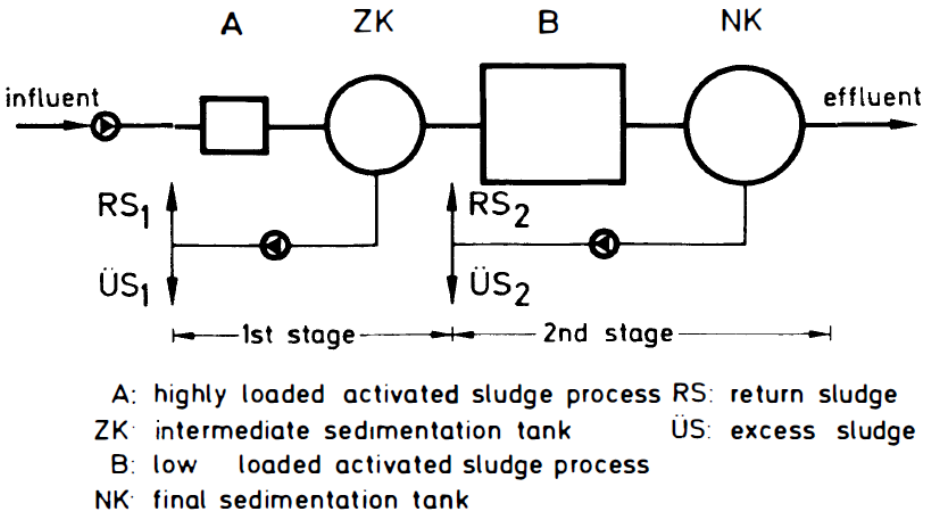


Figure 2. Schéma simplifié d'un procédé A/B (Versprille et al., 1984)

Si le procédé A est de nouveau considéré pour ses avantages énergétiques et ses capacités à rediriger le carbone pour une valorisation énergétique de nombreuses questions scientifiques restent en suspens.

Si plusieurs procédés A-B de pleine échelle ont été construits dans les années 1980 en Allemagne, aux Pays-Bas et en Autriche peu de données sur le mode d'exploitation et les résultats de performances sont disponibles. Il existe par ailleurs une littérature assez récente étudiant plus en détail les mécanismes épurateurs et les rendements de valorisation. Il y a toutefois un manque de données et un recul insuffisant pour envisager le passage de ce procédé à pleine échelle en France, le but de ce projet a été de d'apporter des éléments de réponse.

Les principaux objectifs du projet CAPTURE pour le développement du procédé biologique à forte charge (procédé A) sont :

1) d'étudier l'impact de la qualité des eaux brutes à traiter en conditions réelles et notamment des fractions en DCO (soluble, colloïdale et particulaire) sur les performances épuratoires et la fraction de matière carbonée capturée en conditions réelles;
2) de déterminer l'impact des paramètres opératoires (aération sur une gamme 0-2 mgO_2/L, âge des boues, temps de séjour hydraulique) sur l'efficacité de la redirection de carbone;
3) de mieux comprendre les interactions entre ces flocs et le procédé de décantation, ainsi que la gestion des boues qui en découle puisque les flocs formés au sein du procédé A sont très fragiles, sensibles aux conditions anaérobies ainsi qu'aux contraintes liées au pompage;
4) d'estimer l'impact du procédé sur la qualité et la digestibilité des boues ainsi produites en conditions réelles.

En outre, les performances du système biologique seront comparées à celles d'un traitement physico-chimique : la décantation primaire améliorée, et l'impact de ces deux traitements sur les différentes fractions des eaux usées traitées (rapport Final CAPTURE-CEPT).

1.2. Revue de littérature, le procédé A ou procédé de boues activées à forte charge

Le procédé A se caractérise par une charge organique massique très élevée (rapport F/M) par rapport au standard des boues activée aération prolongée implantée en France. Cette charge massique est en conséquence associée à de faibles âge des boues, et à des temps de séjour hydrauliques très courts. Il n'existe pas de définition universellement acceptée des paramètres de fonctionnement du procédé A cependant, la plupart des auteurs utilisent un âge de boues (ou temps de séjour des boues, "sludge retention time"-SRT en anglais) limité à deux jours. Une comparaison de certains paramètres clés entre le procédé A et d'autres procédés biologiques est présentée dans le Tableau 1.

Tableau 1. Paramètres opératoires clefs du procédé A et d'autres procédés biologiques

	Type de procédé	ADB (jours)	TSH (heures)	rapport F/M ($kgDBO_5.kgMVES\text{-}LM^{-1}.jour^{-1}$)
(Versprille et al., 1984)	Procédé A	< 2	0.5-1	3 – 6
	Procédé B	15-20	2-4	0.15 to 0.30
(Von Sperling, 2015)	Boues activées conventionnelles	4 to 10	6-8	0.25 to 0.50
	Boues activées Aération prolongée	18 to 30	16-24	0.07 to 0.15

Le procédé A/B n'est pas encore largement utilisé principalement car l'élimination poussée de l'azote est devenue une exigence de traitement dans les années 1990. Or, L'augmentation de la redirection du carbone dans l'étape A entrave la dénitrification hétérotrophe dans l'étape B. La plupart des stations A/B construites dans les années 80 ont été converties en procédés à boues activées conventionnelles (augmentation du temps de séjour hydraulique et de l'âge des boues). Cependant, le développement récent de procédés alternatifs de traitement de l'azote nécessitant peu ou pas de carbone et le contexte de valorisation des ressources des eaux usées ont donné un regain d'intérêt pour le procédé A/B.

Des revues de littérature récentes (Sancho et al., 2019 et Guven et al., 2019) proposent une synthèse de l'ensemble des technologies permettant la récupération du carbone organique des eaux usées brutes. Bien que le procédé A soit reconnu comme une technologie pertinente et efficace, il n'existait pas de synthèse sur l'analyse détaillée des mécanismes ainsi que des défis et des limites du développement de cette technologie à pleine échelle. C'est dans ce contexte qu'une première tâche du projet CAPTURE a été réalisée : proposer une synthèse de la littérature à la communauté scientifique sur le procédé A, pour répondre à ses attentes. Ces travaux ont fait l'objet d'une publication scientifique dans un journal à forte visibilité (Guthi et al., 2022) qui est proposé en annexe de ce rapport (Annexe 2).

Les connaissances actuelles sur le procédé A, en commençant par les mécanismes épurateurs, seront résumées dans une première section. Ensuite, une section présentant la synthèse des résultats disponibles dans la littérature (échelle pilote et démonstration) sera proposée avec un regard particulier sur les principaux facteurs influençant la capture du carbone et des nutriments. Enfin, une discussion permettant de mettre en évidence les principaux défis associés à la mise en œuvre du procédé A/B dans les stations d'épuration de demain sera abordée.

1.2.1. Procédé A : principaux mécanismes épurateurs

La matière organique sous forme soluble (sDCO), colloïdale (cDCO) et particulaire (pDCO) présente dans les eaux usées brutes interagit avec les boues activées dans le réacteur du procédé A selon de nombreux mécanismes complexes (Figure 3).

Les boues activées contiennent des flocs qui sont des structures amorphes faiblement liées contenant des micro-organismes se développant dans une matrice organique contenant des substances polymériques extracellulaires (EPS) (Ni et Yu, 2012). Les principaux mécanismes d'interaction entre la matière organique et les boues activées comprennent l'assimilation, la biosorption et la décantation.

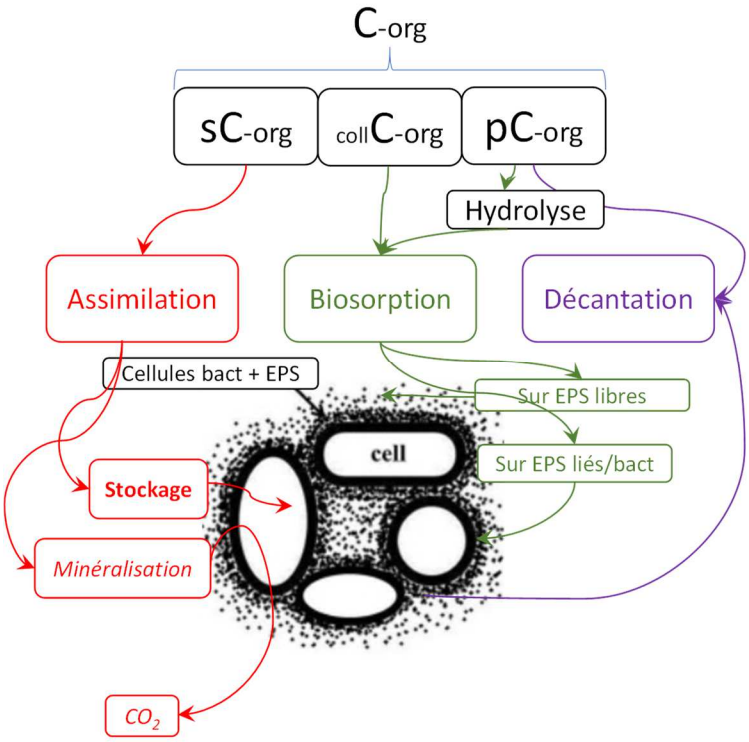


Figure 3. Schéma des interactions entre les bactéries et les différentes fractions du carbone organique (S: soluble, coll: colloïdal, p : particualire C-org) (inspirée de Modin et al., 2016)

L'assimilation est un mécanisme biologique qui élimine une partie de la fraction soluble et biodégradable (sC-org biodégradable) des molécules de carbone organique qui sont suffisamment petites pour traverser la membrane cellulaire. Cette fraction de carbone organique biodégradable sert à la fois 1) de source de carbone et de donneur d'électrons aux micro-organismes pour la croissance cellulaire, 2) au stockage des polymères ou à la production de substances polymériques extracellulaires (EPS), 3) ainsi que pour l'entretien des cellules. Ainsi, une fraction du sC-org biodégradable est oxydée en dioxyde de carbone et en eau par des micro-organismes hétérotrophes aérobies et anoxiques. Le rapport entre le taux de croissance microbienne et le taux d'oxydation est appelé rendement (yield en anglais : Y).

La biosorption est une combinaison d'interactions physico-chimiques qui lient les fractions colloïdales et particulaires (collC-org et pC-org ; biodégradables ou non) de la matière organique aux flocs de boues activées par de faibles liaisons. Les EPS peuvent contribuer à la biosorption, en fonction de leur quantité, de leur composition et de leurs propriétés de surface

(Kinyua et al., 2017a). Dans ce rapport, la biosorption décrira un phénomène extracellulaire, à distinguer du stockage, qui est un phénomène intracellulaire. Il est important de noter qu'il demeure très difficile de distinguer les deux phénomènes (biosorption et stockage) dans des procédés pilotes ou démonstrations. La biosorption (avec ou sans prise en compte du stockage) a toutefois été reconnue comme le mécanisme clé contribuant à la capture du carbone et suscitant l'intérêt dans les procédés A.

Enfin, la décantation est un phénomène physique au cours duquel les flocs formés dans le réacteur du procédé A et les matières organiques contenues dans les effluents (pC-org) ayant une masse critique suffisamment élevée pour qu'elles se déposent au fond de l'unité de séparation, généralement un clarificateur. Les boues décantées sont soit éliminées du système, soit re-circulées dans le réacteur (on re-circule plus qu'on extrait).

1.2.2. Retour d'expérience : paramètres opératoires optimaux

Une synthèse des données disponibles dans la littérature a été réalisée afin de résumer les paramètres opératoires les plus rencontrés pour des procédés A alimentés avec des eaux brutes (Guthi et al., 2022). Les études ont été réalisées depuis l'échelle du laboratoire (réacteur de 2 L) à l'échelle de démonstration (bassin de 550 m^3) avec une majorité d'études réalisées dans des démonstrateurs (de 100 à 1000 L). Lorsque les paramètres optimaux sont appliqués (Tableau 2) et lorsque des eaux usées brutes dont la DCO totale variait entre 300 et 600 mg/L étaient traitées la plupart des études ont obtenu une élimination de la DCOt supérieure à 50 %. Si l'on examine les fractions de DCO de l'effluent, la plus grande partie de l'élimination de la DCO est due à l'élimination de la DCOp, suivie de la DCOff et enfin de la DCOc.

Tableau 2. Effet des paramètres de procédés A sur la capture du carbone

Paramètre étudié	Gamme et unité	Effet sur la capture de C	Remarques	Références
Age de boues (ADB)	0.3 à 2.0 jour	Paramètre le plus influent. Faibles ADB maximisent capture de C	Des valeurs de 0.3-0.5 sont préconisées	Jimenez et al., 2015
Oxygène dissous (OD)	0.5 à 2.0 g/L	Rôle clef sur le métabolisme bactérien. Si trop faible croissance bactérienne limitée, si trop élevée cout énergétique et minéralisation élevés	Valeur de 0.5 mg/L semble être le meilleur compromis	Kinyua et al., 2017a)
Temps de séjour (TSH)	30 à 120 min	Si trop court pas assez de contact bactéries/substrat. Si trop long trop de minéralisation	Des temps de contact de l'ordre de 30 min sont considérés comme le meilleur ratio	De Graaff et al., 2016

L'âge de boues semble être le paramètre le plus influent qui permet de maximiser la capture de la DCO (Figure 4). Aussi le réglage du dispositif est crucial et doit proposer le meilleur compromis entre la part de DCO redirigée, l'abattement global, et ce dans des conditions dynamiques. Il n'existe pourtant que peu de données concernant les méthodes de régulation du Procédé A et les principaux leviers à actionner pour maintenir le procédé dans la zone de fonctionnement désirée.

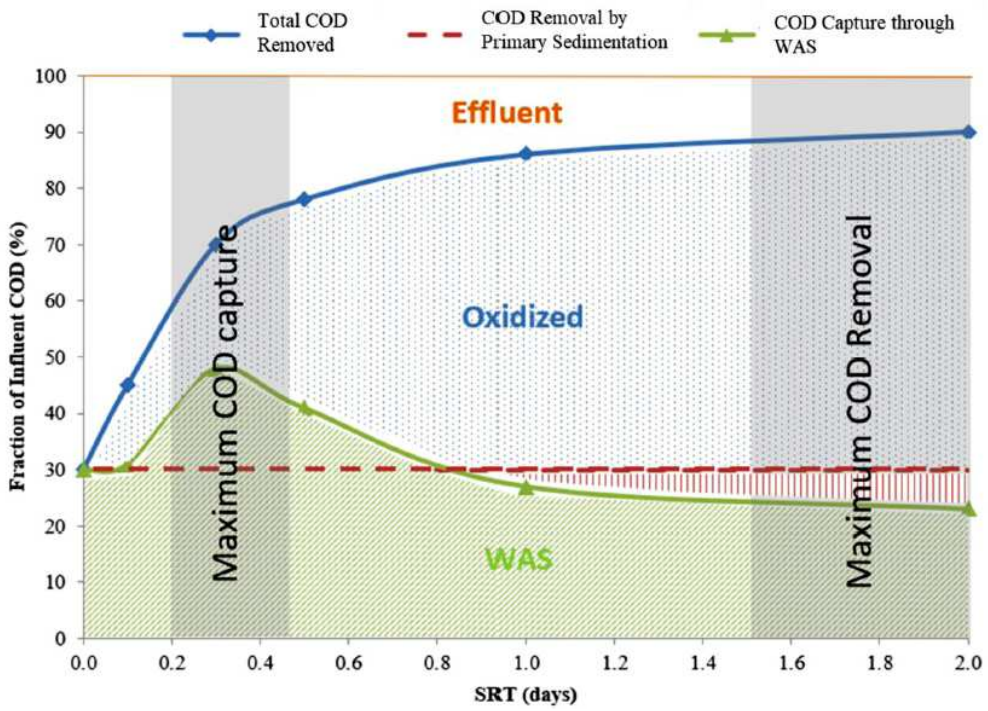


Figure 4. Evolution de la redirection de DCO (COD en anglais) dans un procédé A selon l'âge de boues appliqué-ADB (SRT en anglais) (d'après Rahman et al., 2020)

La capture de nutriments représente un avantage indirect d'un procédé A et est principalement liée à l'assimilation de N et P pendant la croissance bactérienne combinée à des phénomènes de sorption entre les eaux usées et les boues activées. Des taux d'élimination moyens de 15 à 27 % de TN et de 13 à 38 % de TP ont été rapportés (Rahman et al., 2020). Cela représente une réduction intéressante à considérer pour les étapes de traitement en aval. L'augmentation de l'âge de boues permet d'accroitre l'élimination de l'azote et du phosphore (Ge et al., 2017). Il faut toutefois veiller à trouver le meilleur compromis pour éviter d'augmenter la minéralisation de la DCO si l'objectif premier est de rediriger le carbone.

La quantité et la nature des EPS peuvent également jouer un rôle important dans la biosorption des matières colloïdales et particulaires dans la matrice des flocs dans les procédés A. Il n'existe toutefois pas encore de méthode ou de protocole standard pour la mesure des EPS ce qui complique la comparaison et l'interprétation des résultats de la littérature. La production d'EPS est censée améliorer le piégeage du carbone grâce à la capture de la DCO colloïdale mais des résultats contradictoires ont été publiés (Jimenez et al., 2015; Kinyua et al. 2017a). Des recherches supplémentaires sont donc nécessaires.

La décantation est le plus souvent caractérisée par une mesure de l'indice de volume des boues (IVB) après décantation de 30 min. L'indice de volume des boues de plusieurs études est présenté dans le Tableau 3. La plupart des études fait état d'une bonne décantation (IVB < 150 mL/g MES). Cependant, un faible IVB n'est pas un critère suffisant pour juger de la performance du clarificateur dans un procédé A, les concentrations en MES du surnageant peuvent encore être très élevées (Guven et al., 2020) qui ont rapporté un IVB < 50 mL/g MES, mais des concentrations en MES de l'effluent supérieures à 150 mg/L. Cela représente de la DCO particulaire et colloïdale qui aurait pu être redirigée vers les boues résiduaires, mais qui est au contraire "perdue" dans l'effluent. Cela pourrait être une conséquence des caractéristiques

de la liqueur mixte du procédé A, où de très petits flocs assez fragiles se forment et parfois ne se déposent pas, ce qui entraîne une concentration élevée de MES dans le surnageant.

Tableau 3. Propriétés de décantation des boues du procédé A -IVB_{30} [mL/g MES]

		ADB (jours)		
Réference	**Conditions de l'étude**	**0.3**	**0.6**	**1.5**
(Guven et al., 2017)	TSH = 130 min	29		
	TSH = 60 min	18		
(Kinyua et al., 2017a)	OD = 0.5 $mg \cdot L^{-1}$	76	155	
	OD = 1.5 $mg \cdot L^{-1}$	72	109	
(Rahman et al., 2019)		88		
(Van Winckel et al., 2019)				88
(Wett et al., 2020)			50 – 80	

On peut donc en conclure que la simple mesure de l'IVB ne représente pas vraiment l'efficacité de décantation des boue issues du procédé A. C'est pourquoi, de nouvelles mesures, telles que la limite de décantation stokesienne (LOSS) (Mancell-Egala et al., 2016) et le seuil de floculation (TOF) (Mancell-Egala et al., 2017), ont été développées. Le LOSS est la concentration en solides de la boue à partir de laquelle la décantation floculante (stokesienne) se transforme en décantation entravée (non stokesienne), tandis que le TOF est la concentration limite pour induire la formation de flocs et, par conséquent, la transition d'une décantation discrète à une décantation floculante. Le TOF est donc une mesure de l'efficacité de la collision des particules. L'hypothèse est que si la concentration de solides dans la liqueur mixte se situe entre LOSS et TOF, la performance du clarificateur est optimisée avec une perte minimale de MES dans l'effluent. Comme ces approches n'ont été introduites que récemment, peu d'informations sont disponibles dans la littérature pour le moment.

Les boues produites par le procédé A sont le plus souvent dirigées vers la digestion anaérobie pour produire du biogaz. L'énergie produite peut compenser les besoins énergétiques de la station ou être vendue. Le potentiel biochimique en méthane est estimé par une mesure de biodégradabilité anaérobie (BMP) exprimée en mL de méthane produit dans des conditions normales de température et de pression par g de matière volatiles (NmL CH_4/g MV).

Une comparaison de la BMP de boues primaires et de boues issues de procédé A a montré que ces dernières avaient un potentiel légèrement plus élevé (335 contre 290 NmL CH_4/g MV, Choo-kun, 2015). D'autres études ont montré des valeurs de BMP comparables pour des procédés A, avec une variabilité vraisemblablement liée aux conditions expérimentales et à la nature de l'effluent traité. On peut donc en conclure que les potentiels énergétiques des boues de procédé A sont similaires au potentiel des boues primaires traitant un effluent similaire.

1.2.3. Biosorption – ajout de polymères

La biosorption est un processus essentiel pour permettre la capture de la DCO. Ce processus peut être affecté par les conditions expérimentales compte tenu des faibles temps de séjours et âges des boues (HRT-SRT). C'est le cas notamment par temps de pluie ou en cas de surcharge

organique. Pour compenser ces fluctuations plusieurs études utilisent des produits coagulants pour améliorer la capacité de floculation et permettre ainsi de "lester les flocs" (de Graaff et al., 2016; Sancho et al., 2019). L'ajout de coagulant permet de réduire l'oxydation et semble même être clé pour maximiser la capture de carbone (J. Jimenez et al., 2015; Wett et al., 2020). Le chlorure ferrique a été testé dans la plupart des études. Le dosage est variable en fonction des cas mais semble efficace à partir d'un ratio ion métallique/phosphore total de 0.5 (Wett et al., 2020), ce qui correspond à des concentrations d'environ 0.1-0.4 mmol/L ou 5-20 mg/L pour des eaux avec une concentration en DCO d'environ 250 mg/L (de Graaff et al., 2016; Diamantis et al., 2013, 2014; Wett et al., 2020). Bien que l'ajout de coagulant semble incontournable pour fiabiliser le procédé A, la gamme de dosage proposée est assez large et les méthodes d'injection/mélange ne sont jamais décrites. C'est une approche qui nécessite encore un effort de recherche et des travaux expérimentaux.

1.2.4. Synthèses : quelles possibilités de développement pour le procédé A à pleine échelle?

Des procédés A ont été mis en œuvre dans des stations d'épuration de grosses collectivités. C'est le cas par exemple de la station de Nieuwveer (Pays-Bas), construite à l'origine en 1976 et réaménagée en procédé A/B en 1992, ses décanteurs primaires d'origine ont été utilisés comme décanteurs de procédé A. Dans les STEP de Vienne (Autriche) et de Blue Plains (USA) les traitements primaires existants ont été conservés et le procédé A est alimenté avec des effluents secondaires. Ces deux stratégies sont intéressantes et montrent la flexibilité de l'application d'un procédé A/B dans des infrastructures existantes. Il est important de noter que toutes les stations de pleine échelle utilisent des coagulants (sels métalliques dans la plupart des cas) pour améliorer la décantation des matières solides et éliminer les phosphates. Cet ajout a lieu dans le bassin d'aération du procédé A, mais les concentrations appliquées et le mode de dosage ne sont pas précisés.

La plupart des publications présentant des études à grande échelle se concentrent sur l'étape A et la stratégie d'élimination du carbone, peu d'éléments sont fournis sur l'étape B. La stratégie présentée à la STEP de Vienne repose sur un processus complet de nitrification/dénitrification réalisé par un contrôle précis de la capture du carbone permettant la redirection nécessaire tout en laissant du carbone en quantité suffisante pour réaliser une dénitrification poussée. Peu d'options sont disponibles et reposent soit sur une nitrification complète (pas de niveaux de rejets exigés en NO_3), soit sur des procédés alternatifs tels que le shunt des nitrates et l'Anammox. Peu de données sont disponibles sur la performance dynamique du procédé A et sur l'impact des variations telles que le temps de pluie, ou la surcharge organique, ce qui constitue un frein majeur au développement des procédés A (Diamantis et al., 2014). Les études récentes montrent que ces procédés ne sont pas encore maitrisés pour une application à pleine échelle.

Les données de consommation d'énergie de procédés A de pleine échelle ne sont pas disponibles pour la plupart des travaux publiés. Certaines études ont toutefois donné quelques éléments comme par exemple 0,17 et 0,10 kWh/kg DCO traité pour les stations de Dokhaven et Utrecht (Pays-Bas), respectivement (De Graaff et al., 2016). Cette consommation est sensiblement supérieure au 0,08 kWh/kg DCO traité modélisé par Wett et al, (2020) mais reste assez faible comparativement à la consommation moyenne d'une STEP à boues activées conventionnelle en France qui est de 3.2 kWh/kgDBO5 traité (ce qui représente environ 1.2 kWh/kg DCO).

1.3. Conclusions, lien entre la revue de littérature et les objectifs du projet

1.3.1. Paramètres de fonctionnement du procédé

Sur la base des résultats de la littérature, les plages optimales de fonctionnement d'un procédé A pour maximiser la redirection de carbone sont : l'âge de boues (ADB) s'est avéré être le paramètre clé avec une valeur optimale de 0,3 jours. Le temps de rétention hydraulique et les niveaux d'oxygène dissous (OD) sont également des paramètres opérationnels importants, avec des valeurs cibles de 30 min et 0,5 mg/L, respectivement (telles que présentées dans le Tableau 2). Ces paramètres peuvent être ajustés en fonction des configurations de chaque site, mais ils constituent un point de départ basé sur des valeurs consensuelles disponibles dans la littérature. Les paramètres de fonctionnement optimaux du procédé A dépendent également des objectifs de traitement qui sont le plus souvent de maximiser la redirection de la DCO. Les objectifs de rejets en azote peuvent apporter une contrainte supplémentaire sur les rapports DCO/N de l'effluent de l'étape A (Miller et al., 2016), en d'autres termes, qu'il contienne suffisamment de carbone pour la dénitrification nécessaire en aval, mais également suffisamment de phosphore pour la biologie.

Pour maintenir l'OD à 0,5 mg/L, l'aération est le plus souvent assurée par de l'air comprimé à travers des diffuseurs au fond du réacteur. Le ratio de l'efficacité du transfert d'oxygène dans les conditions du procédé par rapport à l'eau douce est appelé facteur α, qui est un paramètre de conception important. Sur la base d'études à long terme, le facteur α du procédé A a été déterminé comme étant de 0,45 (Schwarz et al., 2021) ce qui est similaire au facteur suggéré par Kroiss et Klager (2018) ou pour les systèmes à boues activées non nitrifiants (Gillot et Héduit, 2008), et largement inférieur au domaine de l'aération prolongée (0.7).

Tableau 4. Ratio entre le volume des réacteurs biologiques et le volume des décanteurs dans plusieurs études de Procédé A

Volume de Réacteur Biologique (Proc.A) m^3	Volume de décantateur m^3	Rapport décanteur/ RB	Référence
0,03	0,01	0,3	**Meerburg et al., 2016**
0,03	0,06	2,0	**Diamantis et al., 2014**
0,25	0,47	1,9	**Carrera et al., 2022**
0,26	0,28	1.1	**Jimenez et al., 2015**
0,51	1,7	3.3	**Rahman et al., 2019**
1	3,5	3.5	**Wett et al., 2020**
644	4 540	8.9	

Un contrôle de l'extraction des boues basé sur le maintien d'une concentration constante de MVES-LM dans le réacteur s'est avéré optimal pour tamponner les variations diurnes des concentrations de DCO dans l'effluent brut en entrée (Miller et al., 2017). En ce qui concerne la conception ou le dimensionnement de l'unité de séparation, peu ou pas d'informations sont disponibles dans la littérature. Le rapport entre le volume du clarificateur et celui du réacteur varie largement de 0,3 à 9 dans la littérature (Tableau 4). Plus les installations sont de grandes tailles plus le système de décantation semble grand par rapport aux bassins biologiques.

1.3.2. Principaux freins ou développement de la technologie à pleine échelle

La production d'EPS et la biosorption, y compris le stockage intracellulaire, sont perçus comme les mécanismes biochimiques dominants impliqués pour la capture de C dans le procédé A. Ces processus sont toutefois encore peu étudiés et il n'existe par exemple pas de lien direct entre ces derniers et les paramètres opérationnels clés qui déterminent l'efficacité du procédé A.

Des performances optimales permettent une réorientation atteignant jusqu'à 50% de la DCO entrante vers les boues avec une minéralisation qui peut être maintenue en dessous de 25%. Cela génère donc des performances d'abattement allant de 60 à 75 % de la DCO totale entrante (cela dépend également de la prise en compte de la DCO réfractaire dans ces calculs, qui peut varier d'une étude à une autre). Toutefois, les publications relatives aux applications à grande échelle montrent une grande variabilité dans les performances observées et peu de détails sur les paramètres opérationnels clefs tels que le mode d'aération, la gestion de la purge de boues et la gestion de coagulants-floculants complémentaires. Pourtant, en tant que procédé biologique à temps de rétention très court, le procédé A est très sensible aux variations des effluents à traiter. C'est particulièrement le cas des stations urbaines recevant des effluents provenant d'un réseau unitaire ou semi-séparatif, la dilution induite par temps de pluie peut déstabiliser le procédé, ce qui entraîne une baisse des performances et peut même conduire à un lessivage des boues. En effet, les temps de séjour hydrauliques sont tels que la dilution de l'effluent entraine rapidement la perte des boues dans le clarificateur. Cet aspect n'est jamais abordé dans la littérature.

Dans ce contexte les défis suivants ont été particulièrement identifiés :

- Une meilleure compréhension du procédé A nécessite des recherches plus approfondies en conditions réelles sur les paramètres de fonctionnement. Les phénomènes étant très rapides (temps de séjour < 1 heure) il y a un besoin d'un suivi en temps réel des performances. De plus certains paramètres tels que la température ou l'efficacité de mélange ou encore la présence de dégazage ont peu ou pas du tout été étudiés dans la littérature.

- Il est également indispensable de poursuivre les efforts pour mieux comprendre l'efficacité de la séparation liquide-solide, en commençant par une meilleure description des unités de décantation. Comme décrit récemment par Ngo et Massoudieh (2021), la relation entre la biosorption et les phénomènes de décantation devrait être étudiée de manière plus approfondie.

- L'impact du temps de pluie sur le procédé A nécessite plus de compréhension et nécessite la mise en œuvre de stratégies alternatives qui pourraient être utiles pour définir la plage de fonctionnement du système et en particulier pour gérer les flux.

-La nature des boues formées (fractionnement et biodégradabilité) nécessite également une étude plus approfondie pour permettre d'en estimer au mieux les bénéfices potentiels par la valorisation sous forme de biogaz.

C'est le point de départ du projet Capture qui s'est attaché à développer des études en conditions réelles pour répondre à ces objectifs.

2. Matériel et méthode

2.1. La colonne pilote à la plateforme de la Feyssine

2.1.1. Concept et dimensionnement

Le dispositif a été construit et mis en œuvre sur la plate-forme de recherche de La Feyssine, située à côté de la station d'épuration AquaLyon (300 000 EH) à Villeurbanne (Figure 5).

Le procédé A se compose d'une colonne pilote d'un volume de 0,4 m^3, suivie d'un décanteur gravitaire d'un volume de 0,25 m^3 (surface de 0,5 m^2). Les dimensions de la colonne permettent de mettre en œuvre une colonne d'eau d'une hauteur d'environ 2,5 m ce qui permet de se rapprocher des phénomènes de transfert qui pourraient être rencontrés dans un bassin de pleine échelle. Le diamètre de la colonne (46 cm) a été choisi de manière à limiter les phénomènes de bords. Des tests de traçage ont montré que la colonne avait un régime hydraulique s'apparentant à un réacteur parfaitement agité sans zones de volumes morts ni de court-circuit.

La colonne a été dimensionnée pour permettre d'atteindre une charge organique moyenne de 5 $kgDBO_5.kgMVES\text{-}LM^{-1}.j^{-1}$ tout en appliquant des temps de séjour de l'ordre de 30-60 min en fonction des données disponibles à l'époque de son dimensionnement. Le décanteur a été dimensionné pour qu'au débit maximum appliqué dans la colonne la vitesse ascensionnelle y soit toujours supérieure à 1 m/h.

La colonne pilote a été alimentée avec des eaux usées brutes, pompées dans le bassin d'égalisation de la station d'épuration d'AquaLyon, pour éviter l'influence de retours en tête de station. Un prétraitement de base a été assuré sur le site de la plate-forme de recherche à l'aide d'un filtre à tambour de 1 mm de maille afin de réduire les problèmes de colmatage dans l'étude.

Le débit de recirculation a été maintenu à une proportion constante par rapport au débit d'entrée (Qr/Q = 1).

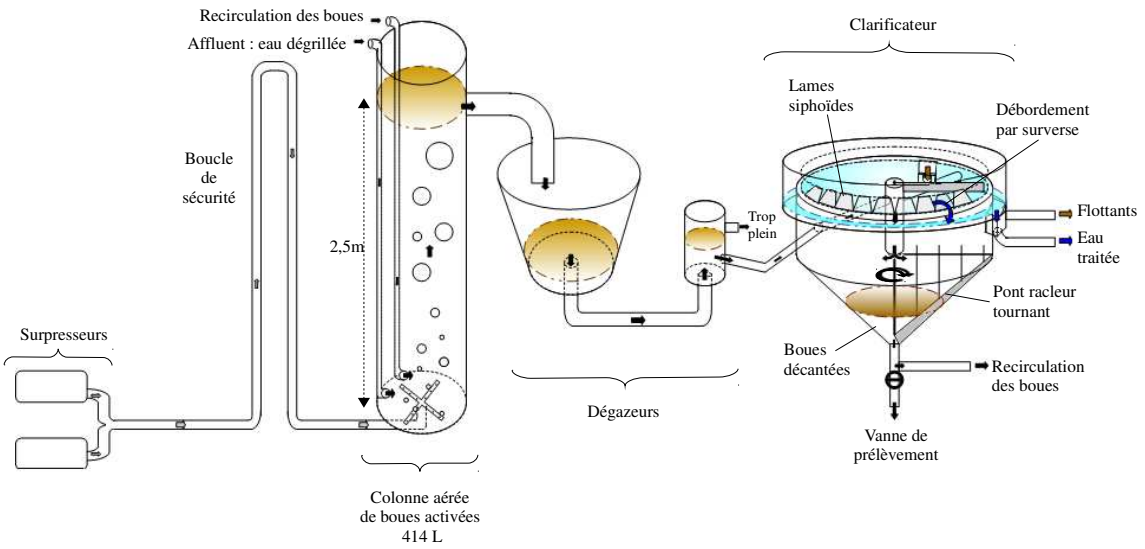


Figure 5. Schéma de la colonne pilote de procédé A du projet CAPTURE

2.1.1. Le système d'aération – le système de dégazage

L'aération et le mélange dans la colonne sont assurés par l'injection d'air comprimé à travers un diffuseur à tuyau perforé situé en fond de colonne. Le dispositif de pompage d'air est constitué de 3 soufflantes.

Un dispositif de dégazage a été installé en sortie de la colonne pilote, un réacteur de 40 L permet ainsi de réduire les risques de flottation dans le décanteur.

L'extraction des boues était effectuée directement à partir du réacteur au moyen d'une pompe péristaltique (MasterFlex, France), contrôlée par une minuterie indépendante. La purge était constante et réglée en fonction des conditions de fonctionnement du dispositif expérimental (entre 500 et 700 L de purge par jour ont été mis en œuvre).

2.1.2. Conditions opératoires appliquées à la colonne pilote

Le réacteur a été exploité de manière semi-continue de juillet 2020 à septembre 2021, puis de mai à septembre 2022 en trois phases distinctes avec des conditions opératoires différentes, comme indiqué dans le Tableau 5.

Pendant les phases I et II l'effluent brut simplement dégrillé a alimenté la colonne, pendant la phase 3 l'effluent après prétraitement (dégrillage + dessablage + déshuilage) a été pompé vers la colonne. Ces choix ont été fait pour les raisons suivantes :

-L'effluent brut simplement dégrillé a l'avantage de ne pas être mélangé aux retours en tête, et potentiellement contient plus de matières fermentescibles. Parallèlement, ces matières sont aussi susceptibles de colmater l'installation et de réduire le nombre de jours de fonctionnement avec suivi continu.

-L'effluent prétraité contient moins de matière solides susceptibles de colmater le dispositif mais est pompé dans un bassin qui reçoit des retours en tête. Ces derniers peuvent contenir de nombreuses molécules notamment des polymères (coagulants-antimousse etc.) et entrainer des surcharges organiques ponctuelles.

Les paramètres opérationnels appliqués à la colonne pilote pour les trois phases d'étude sont présentés dans le Tableau 5.

Le rapport F/M appliqué pendant la phase I était supérieur à la fourchette cible comprise entre 6,5 et 8,3 $gDCO.gMES\text{-}LM^{-1}.j^{-1}$ (De Graaff et al., 2016). Pour la phase I le système a été réglé selon les données disponibles de la STEP de La Feyssine de 2016-17 où la DCOt moyenne était d'environ 400 mg/L, ce qui est beaucoup plus faible que les valeurs mesurées en 2020 (voir Tableau 6). Ceci est attribué à un changement dans le réseau d'égouts local, où des vannes de régulation de débit ont été ajoutées, ainsi que la déconnexion de certaines parties du réseau ce qui a modifié les caractéristiques des effluents. Les phases II et III ont été ajustées afin de viser la gamme de charge classiquement rencontrée dans un Procédé A, avec une période plutôt froide (phase II) et une période plutôt chaude (phase III).

La température des eaux usées a été enregistrée et a suivi des variations saisonnières allant de 14,3°C au mois de décembre 2020 à 28.1°C au mois de juillet 2022. La concentration en oxygène dissous a été maintenue avec succès dans une plage de 0,5-0.8 mgO_2/L dans la colonne pilote, ce qui est proche des valeurs suggérées dans la littérature pour minimiser l'oxydation de

la matière organique. Aucun ajout de produits chimiques pour la coagulation/floculation (sels métalliques ou polymères) n'a été effectué pendant ces trois phases de suivi mais certaines molécules ont pu être présentes dans les retours en tête lors de la phase III.

Tableau 5. Description des différentes phases expérimentales de suivi de la colonne pilote

Parameter	Phase-I juil. à déc. 2020	Phase-II fév. à nov. 2021	Phase III mai à Juil. 2022
TSH [min]	30	60	60
ADB [jour]*	0.2 ± 0.1	0.5 ± 0.2	0.5 ± 0.1
rapport F/M [gDCO.gMES-LM^{-1}.j^{-1}]	15.4 ± 6.9	6.6 ± 2.2	7.6 ± 1.3
MVES-LM [g·L^{-1}]	2.1 ± 0.7	2.6 ± 0.7	2.3 ± 0.4
MVES/MES [%]	85 ± 2 %	84 ± 4%	85%
Temperature [°C]	18.9 ± 2.5	16.0 ± 0.9	21.8 ± 1.5
OD [mgO_2·L^{-1}]	0.7 ± 0.4	0.6 ± 0.3	0.6 ± 0.4

2.1.1. Le dispositif de mesure en continu

La température des eaux usées n'était pas contrôlée mais mesurée et enregistrée en continu dans la colonne. Le niveau d'oxygène dissous (OD) dans le réacteur a été mesuré en continu par un capteur optique LDO (HACH Lange, France). Le débit d'air a été contrôlé et mesuré à l'aide d'un débitmètre de gaz de précision (Burkert, France) afin de maintenir l'OD dans le réacteur à un niveau souhaité de 0,5 mg/L. Les concentrations en MES dans la liqueur mixte du réacteur (MES-LM) ont été contrôlées à l'aide d'une sonde MES (HACH Lange, France). Les lectures de ces deux sondes et des débitmètres d'entrée et de recirculation ont été enregistrées par un système centralisé de contrôle et d'acquisition de données (SCADA). Deux sondes UV-Vis (multi::lyser, s::can, France) ont été installées à l'entrée et à la sortie de la colonne pilote permettant de mesurer en continu les performances du système. Ces sondes ont été calibrées selon les instructions du fabricant pour la DCO totale (DCOt), la DCO filtrée (DCOf) et les MES. En plus d'un mécanisme de nettoyage à l'air comprimé qui évite la formation d'un biofilm sur les surfaces de la fenêtre de mesure, les sondes étaient nettoyées manuellement tous les jours pendant les campagnes de mesure. Les sondes ont été programmées pour mesurer toutes les 10 min.

2.1.2. Suivi ponctuel

Pendant les phases de suivi I et II, des campagnes d'analyses spécifiques ont été menées par la prise d'échantillons instantanés prélevés une fois par semaine en entrée/sortie et à l'intérieur de la colonne pilote (liqueur mixte) soit un total de 13 échantillons pour les phases I et II et une campagne d'échantillonnage pour la phase III. L'échantillon instantané de sortie a été prélevé avec un décalage temporel équivalent au temps de séjour de l'ensemble du système (réacteur + décanteur). Les échantillons ont été analysés le jour même de l'échantillonnage, afin d'éviter

toute dégradation de la matière organique. Les échantillons d'eaux usées (entré/sortie de la colonne) ont été analysés pour les fractions de DCO particulaire (DCOp), DCO colloïdale (DCOc) et DCO floculée-filtrée (DCOff) en utilisant une méthodologie adoptée par Mamais et al. (1993). Les MES et les MVES des échantillons d'eau ont été mesurés selon des méthodes standard, de même l'indice de volume des boues (IVB) pour les échantillons de boues (APHA, 2005).

La DBO_5 et la DBO_{20} des échantillons en entrée/sortie de colonnes ont été quantifiées à l'aide du système de mesure respirométrique OxiTop® (WTW, France), en suivant les instructions du fabricant. La DCO a été mesurée à l'aide de kits de test (WTW, France) et d'un spectromètre (photoLab® 6100 VIS, WTW). Le BMP des boues produites dans la colonne pilote a été mesuré selon le protocole décrit dans Holliger et al. (2016).

2.1.3. Analyse des données

La fraction "DCO_bilan" est considérée comme la quantité nécessaire pour ramener le bilan DCO à 100 %, comme décrit dans l'équation (1). Cette fraction est généralement considérée comme la DCO minéralisée en CO_2 (DCO_min), cette approche tient compte de l'accumulation de biomasse dans le système. L'accumulation sous forme de boue au fond du clarificateur était toutefois difficile à quantifier expérimentalement.

$$DCO_bilan = 1 - \frac{Q_{sortie} \cdot DCO_{sorite} + Q_{extract.} \cdot DCO_{extract.}}{Q_{entrée} \cdot DCO_{entrée}}$$

Les données des sondes UV-Vis et du système SCADA (Supervisory Control and Data Acquisition) ont été extraites et vérifiées. Un script Python a été créé pour combiner et traiter les données obtenues de ces deux sources. Les données ont été examinées pour détecter les valeurs aberrantes en considérant tout changement de DCOt > 40 % entre deux relevés consécutifs (et à moins de 10 minutes d'intervalle) comme des valeurs erronées susceptibles de s'être produites lors du nettoyage manuel des sondes.

L'âge de boues (ADB) est calculé comme le rapport entre les MVES-LM dans la liqueur mixte de la colonne pilote et la somme des MVES quittant le système, qui est la somme de l'extraction des boues et de la sortie tel que :

$$ADB = \frac{V_{colonne} \cdot MVES - LM_{colonne}}{Q_{extract.} \cdot MVES_{extraxt.} + (Q_{entrée} - Q_{extract.}) \cdot MVES_{sortie}}$$

Les boues ont été prélevées dans l'extraction de la liqueur mixte. L'indice de volume des boues (IVB) a été mesuré en divisant le volume des boues après 30 minutes (VB30) par leur concentration en MES, comme décrit dans l'équation (3). L'échantillon de boues a été dilué si le volume des boues 30 était supérieur à 300 ml.

$$IVB = \frac{VB_{30}}{MES_{colonne}}$$

3. Résultats de l'étude

3.1. Performances de la colonne pilote opérée à forte charge

3.1.1. Caractéristiques des effluents traités

Les résultats des mesures de l'effluent d'entrée de la colonne pilote par échantillonnage instantané au cours des trois phases sont présentés dans le Tableau 6. Avec une moyenne de 602 mg/L pour la DCOt, ce type d'eaux usées municipales peut être classé comme une eau usée légèrement diluée (Rahman et al., 2019). Le rapport DCOt/DBO_5 de 2,0 ± 0,3 et d'autres rapports tels que NTK/DCOt et TP/DCOt sont également typiques des eaux usées urbaines.

Tableau 6. Valeurs moyennes mesurées pour l'effluent en entrée de la colonne

Paramètre (mg/L)	Valeurs mesurées en entrée de la colonne	Valeurs typiques d'un effluent domestique [e]
DCOt[a]	602 ± 182	700
DCOp[a]	339 ± 122	
DCOc[a]	122 ± 40	
DCOff[a]	140 ± 42	
DCOt/BOD_5[b]	2.0 ± 0.3	<2.7
DCOt/NTK[d]	7.7 ± 1.1	7-20
DCOt/PT[d]	71.4 ± 10.0	25-100

[a] n = 29; [b] n = 17; [c] n = 9; [d] n = 6; e : note IRSTEA 2017

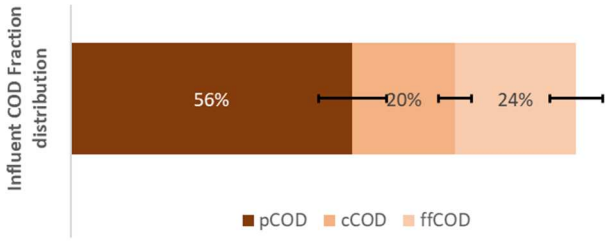


Figure 6. Distribution des fractions de DCO dans l'effluent en entrée de la colonne pilote.

Les résultats du fractionnement de la DCO de l'effluent en entrée de colonne montrent qu'environ 50 % de la DCO est présente sous forme particulaire (DCOp), le reste étant approximativement réparti entre les colloïdes (DCOc) et les solubles (DCOff), comme on peut le voir sur la Figure 6.

Les proportions relatives de ces trois fractions additionnées à la DCOt dépendent de l'ampleur de cette dernière. Si les trois fractions présentent une relation linéaire positive avec la DCOt, elles ne contribuent pas toutes de la même manière à l'augmentation de la DCOt. La fraction

DCOp présente le coefficient de régression le plus élevé (R^2=0,91) lorsqu'elle est ajustée à un modèle linéaire (Figure 7).

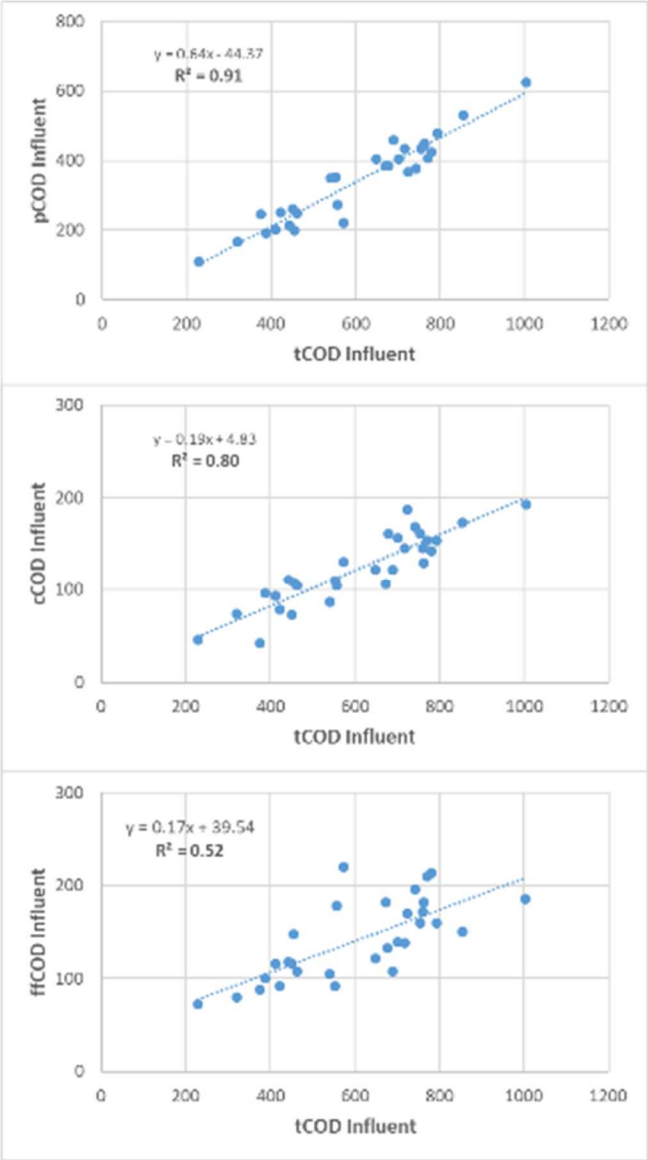


Figure 7. Représentation de la DCOt par rapport aux autres fractions (p : particulaire, c : colloïdale, ff : floculée filtrée)

Les pics de DCOt occasionnellement observés sont liés aux conditions expérimentales (prélèvement ponctuels).

3.1.2. *Bilan massique de DCO dans la colonne pilote*

L'objectif du procédé A est d'abord de maximiser la proportion de DCO qui est redirigée vers les boues pour valorisation énergétique. Un indicateur important permettant d'évaluer l'efficacité du procédé est le % de la DCO d'entrée qui est redirigée vers les boues. Ce pourcentage issu des résultats des campagnes d'échantillonnage de 24 heures, réalisées au cours de la phase II (ADB de 0,5 ± 0,2 jours) et de la phase III (ADB de 0.4 ± 0,2) sont présentés dans la Figure 8.

La fraction 'DCO_balance' est un paramètre calculé qui permet de fermer le bilan de masse, qui tient compte à la fois de la DCO minéralisée sous forme de CO_2 dans l'atmosphère et de l'accumulation possible dans le clarificateur. La fraction DCO_valo qui représente la proportion qui a été redirigée avec succès sous forme de boues varie entre 11 et 32% de la DCO en entrée de la colonne. Des pourcentages de redirection plus élevés ont été observés dans d'autres études comme le reporte de Graaff et al. (2016) 24 % à 48 % de la DCO ont été redirigé avec succès dans des installations de pleine échelle. Des essais dans des installations pilotes en conditions semi-contrôlées montrent des pourcentages de valorisation encore plus importants allant de 41 à 56% (Guthi et al., 2022). Il est toutefois important de noter que certaines études se basent sur la DCO "biodégradable" pour leurs calculs augmentant ainsi artificiellement les pourcentages de redirection, alors que d'autres études mentionnent sans le détailler l'ajout de produits coagulants-floculants permettant d'améliorer l'efficacité de décantation. Dans certains essais à pleine échelle des polymères présents dans les retours en tête peuvent également améliorer les rendements de redirection du carbone, bien que cet aspect ne soit pas clairement présenté.

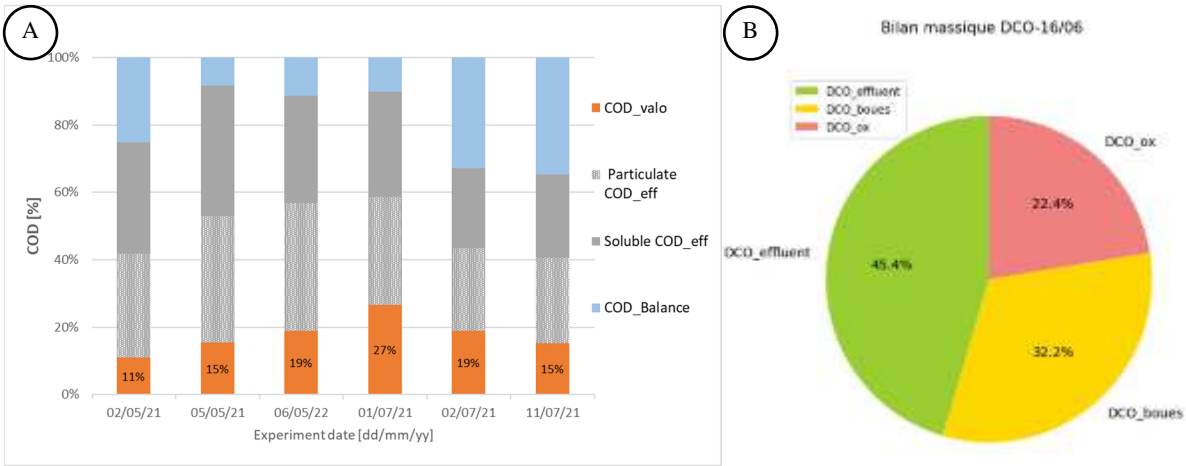


Figure 8. Efficacité de la redirection de DCO observée au cours des essais dans la colonne pilote pour les phases II (A - mai-juil 2021) et III (B - juin 2022)

La réorientation du carbone observée dans notre étude varie de 11 à 32 %. Cette valeur est plus faible que les données présentées dans la littérature. Ceci peut être partiellement expliqué par la concentration de DCO en sortie de la colonne, perdue à l'effluent. Ce pourcentage varie de 45 à 73 % dans cette étude, alors que la littérature présente des résultats de DCO à la sortie des procédés A variant de 20 à 40 %.

La fraction de DCO particulaire en sortie de la colonne pilote représente 50% du rejet pendant la phase II ce qui est élevé dans les conditions expérimentales. Les 50 % restants sont attribués

à la fraction soluble. Si cette fraction particulaire était retenue (peut-être par un ouvrage de décantation plus performant) les % de redirection seraient plus proches de ceux observés dans la littérature. L'efficacité du système de décantation est surement à l'origine de ces performances et sera abordé dans la section 3.1.3.

3.1.3. Performances d'abattement des MES et efficacité de la décantation

Le Tableau 7 présente les caractéristiques observées de l'effluent en entrée/sortie de la colonne pilote et l'IVB de la liqueur mixte entrant dans le clarificateur. La concentration moyenne en MES de l'effluent de la colonne pilote était de 196 mg/L pendant la phase I, et elle a diminué à 180 mg/L pendant la phase II puis à 107 mg/L pendant la phase III. Ces valeurs sont plus élevées que celle rapportée dans d'autres études dans des conditions d'exploitation comparables 85 ± 25 dans Canals et al., (2023).

Ces concentrations élevées en MES en sortie de procédé peuvent avoir des impacts sur le système tels que :

- diminuer le pourcentage de redirection de DCO vers les boues ;
- entrainer un âge de boues plus faible que prévu parce qu'une partie de la biomasse (MVES) quitte le système avec l'effluent;
- des problèmes de traitement dans l'étape B (par exemple sur des biofiltres nitrifiants ou la teneur maximum en MES acceptable en entrée est de 50 mg/L pour éviter le colmatage);
- réduire la qualité des boues recirculées, générant des difficultés dans le contrôle de la concentration des boues dans le réacteur.

Tableau 7. Caractéristiques des effluents en sortie de clarificateur et indice des boues

	Phase-I		**Phase-II**		**Phase-III**	
	Entrée	Sortie	Entrée	Sortie	Entrée	Sortie
DCOt [mg·L^{-1}]	638	482	653	488	692	283
MES [mg·L^{-1}]	246	196	232	180	297	107
MVES [%]	N.A	85 ± 2 %	N.A	84 ± 4%		85%
IVB [mL·gTSS^{-1}]	89 ± 26		97 ± 40		130	

L'IVB est en moyenne de 89 mL/g au cours de la phase I et de 97 mL/g au cours de la phase II (n=24) puis de 130 mL/g en phase III.

Dans des systèmes conventionnels, les boues dont l'IVS est < 100 mL/g sont considérés comme ayant de bonnes caractéristiques de décantation (Von Sperling, 2015).

Dans les procédés A on retrouve toutefois une grande variabilité d'IVB allant de 18 à 155 mL/g ce qui n'en fait pas un bon indicateur car il ne tient pas compte des solides non décantés qui partent avec l'effluent (Guthi et al., 2022). On peut toutefois considérer que cet indice peut être utilisé de façon relative. Dans cette étude on observe une augmentation du SVI30 et paradoxalement une augmentation des performances entre les phases I-II et III.

Entre la phase I et II, bien que l'ordre de grandeur des IVB soit sensiblement le même, une évolution de la nature des boues a pu être observée résultant de la baisse de la charge organique.

En effet, l'augmentation de la consommation de DCO soluble et de nutriments montre que la part de croissance bactérienne a légèrement évolué ce qui s'est traduit par une légère augmentation de la quantité de boues dans le système (MVES-LM).

La différence entre les phases II et III est plus nette. La quantité de MES à l'effluent est nettement plus faible et la qualité des boues est visuellement meilleure, avec des boues plus claires, plus floculées (Figure 9). Les principaux changements entre les phases II et III est la température et la nature des effluents traités. C'est une différence qui est également accentuée entre temps sec et temps de pluie (Annexe 5).

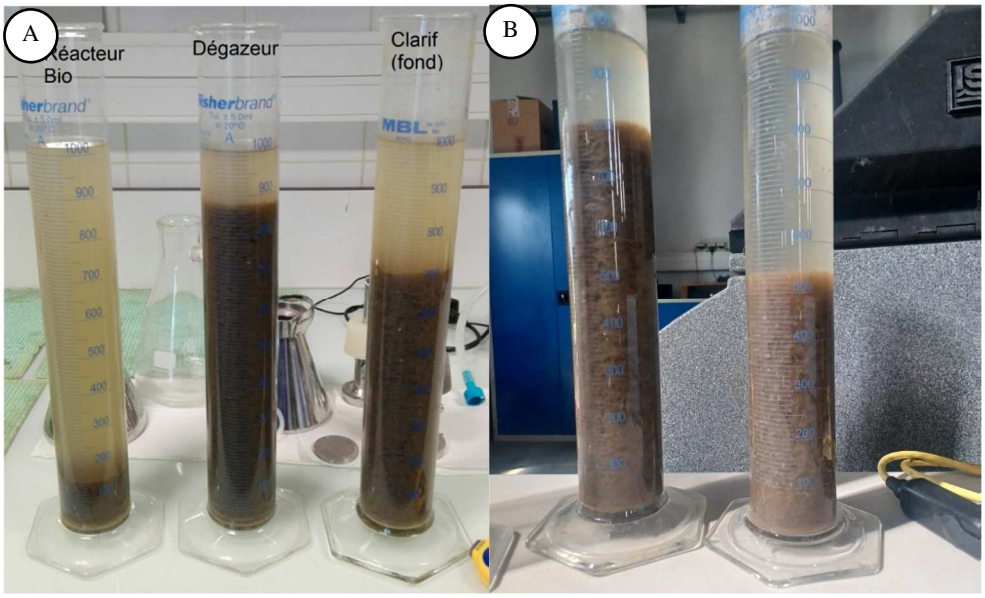


Figure 9. SVI30 pour les boues de la colonne durant la phase II (A) et la phase III réacteur bio à gauche et liqueur mixte à droite (B)

Au cours de la phase II et de la phase III, la vitesse ascensionnelle dans le clarificateur était de 0,86 m/h, ce qui est dans les limites acceptables pour un décanteur primaire, bien qu'aucune recommandation pour le dimensionnement du clarificateur ne soit disponible pour les procédés A. La taille du décanteur de cette étude (ratio volume décanteur/réacteur bio = 0.6) se situe dans la fourchette basse des ratios généralement rencontrés dans la littérature pour des installations pilotes similaires de l'ordre de 1 à 3 (Tableau 4). Des hypothèses peuvent être formulées pour expliquer les limites de fonctionnement observées du clarificateur telles que : les effets de bord liés à la taille du dispositif, les limites hydrauliques (présence de nombreux coudes qui peuvent générer de la turbulence et la fragilisation des flocs)…

En résumé, les performances observées résultent d'une combinaison complexe de différents paramètres. Le facteur clé est très probablement le décanteur. La faible résistance au cisaillement des flocs du procédé A quittant le réacteur est un facteur qui a pu limiter leur décantation. La conception hydrodynamique du décanteur ayant pu soumettre les flocs à des niveaux de cisaillement élevés, il est possible qu'elle ait provoqué une certaine défloculation. Un problème similaire a été observé dans une usine à grande échelle aux Pays-Bas, et l'ajout de $FeCl_3$ à la sortie du réacteur a été utilisé comme mesure corrective (De Graaff et al., 2016).

La phase III a vraisemblablement offert de meilleurs conditions à la construction d'un édifice microbiologique plus solide et de fait a permis une meilleure séparation et donc une meilleure

performance globale bien que la part de DCO perdue par minéralisation a par la même occasion été augmentée.

3.1.4. Performance de redirection de la DCO et fractionnement

Les performances de la colonne pilote ont été évaluées avec la mesure de fractionnement de la DCO d'échantillons instantanés au cours des phases I et II (Figure 10).

Les performances d'enlèvement sont plus élevées pour la DCO particulaire, suivie de la DCO floculée filtrée et enfin de la DCO colloïdale. L'efficacité d'élimination de la DCO particulaire était respectivement de 41 % et 49 % au cours des deux phases étudiées. On pourrait y voir une légère amélioration liée aux modifications des conditions expérimentales (principalement la réduction de la charge organique) mais ces résultats restent dans le même ordre de grandeur.

Le mécanisme d'élimination de la DCO colloïdale est principalement lié à des réactions de surface entre la matrice biologique et les colloïdes (biosorption) suivie de décantation. Le nombre de collisions, les propriétés des flocs et leur charge de surface jouent un rôle important dans ces mécanismes. De la DCO colloïdale peut également être générée dans le bioréacteur, à la fois par la décomposition de la biomasse (Hauduc et al., 2019) et pendant les phases de croissance de la biomasse notamment sur le substrat de DCO soluble facilement assimilable (Miller et al., 2017). Au final, l'élimination nette de la fraction colloïdale prend en compte ces deux phénomènes. Une tendance à l'amélioration de l'enlèvement de la DCOc entre la phase I et II est observée dans cette étude, même si les écarts types sont grands. Cette tendance peut être liée à l'augmentation du temps de séjour pendant la phase II.

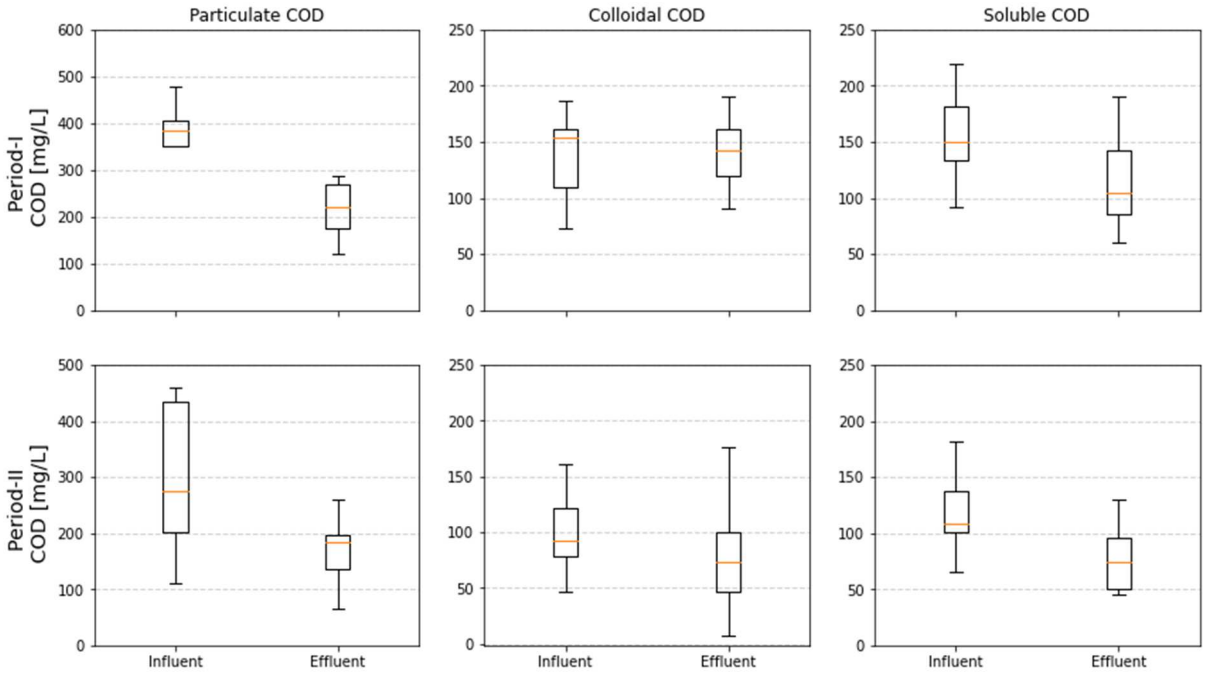


Figure 10. Fractions de DCO en entrée et en sortie de la colonne pilote au cours des deux premières phases de suivi (n=13 pour chaque période)

L'enlèvement de la fraction floculée filtrée (DCOff) a augmenté de 26,3 % de la phase I à 36,1 % à la phase II. L'augmentation du temps de séjour entre les deux phases a permis à la biomasse d'assimiler plus de substrat pour l'entretien, la croissance et le stockage cellulaire. Il a été

démontré que le stockage est favorisé même dans les systèmes à très forte charge tels que les procédés A, produisant des composés de stockage tels que le Polyhydroxyalkanoates (PHA) et le glycogène (GLY) en fonction de la nature du substrat disponible (Kinyua et al., 2017b).

L'augmentation du temps de séjour et de l'âge des boues a amélioré à la fois l'efficacité globale de l'élimination de DCO et la part de DCO minéralisée et donc perdue sous forme de CO_2 dans l'atmosphère. Jimenez (2015) a rapporté un taux de minéralisation de 37% dans des conditions similaires avec un SRT de 0,5 j et de 26% à un ADB de 0,3 j (tous deux avec un TSH de 30 min). On peut compenser la minéralisation par une amélioration de la capture des DCO particulaires et colloïdales en favorisant la floculation (maximiser les contacts substrat / biomasse et ajout de coagulants / floculants) et en optimisant l'efficacité de séparation dans l'étape de décantation (ajout d'une étape de dégazage, éviter les turbulences hydrauliques, utilisation d'un décanteur lamellaire).

3.1.5. Performances d'élimination des nutriments

Outre l'élimination de la DCO, le procédé A permet également de capter une partie des nutriments dans les boues. Lorsque les boues sont valorisées par digestion anaérobie, ces derniers se retrouvent le plus souvent sous une forme concentrée dans les digestats ce qui permet d'envisager leur valorisation.

Des performances moyennes d'enlèvement des nutriments ont été présentées dans la littérature, dans des procédés A de l'ordre de 20% pour le NTK et de 30 % pour le phosphore total (Rahman et al., 2019, Miller, 2016). C'est nettement supérieur aux performances d'enlèvement d'une décantation primaire (10 % NTK et 15% PT) et peut s'expliquer à la fois par la croissance de la biomasse hétérotrophe et par l'utilisation de coagulants permettant d'améliorer la décantation et qui peuvent également réagir avec les orthophosphates.

Tableau 8. Performances d'enlèvement des nutriments au cours des 3 phases de suivi

Efficacité nutriments	Phase I	Phase II
ABD	0.2 ± 0.1	0.5 ± 0.2
NTK [%]	15	18
$N\text{-}NH_4^+$ [%]	8	14
PT [%]	23	26
$P\text{-}PO_4^{3-}$ [%]	21	25
Effluent DCOff/NTK	1.4 ± 0.1	1.6 ± 0.5
Effluent DCOff/PT	14.3 ± 2.9	12.3 ± 0.3

L'efficacité moyenne d'élimination des nutriments (NTK, N-NH4+, PT et $P\text{-}PO_4^{3-}$) des phases I, II de fonctionnement de cette étude est présentée dans le Tableau 8. L'élimination des nutriments montre une légère augmentation au cours de la phase II, de la même façon que les performances en DCO ce qui est vraisemblablement la conséquence d'un meilleur développement biologique dans le système. Ces valeurs d'enlèvement sont inférieures aux valeurs reportées dans la littérature. Nous ne disposons pas de suffisamment de données pour

proposer une analyse robuste mais il semblerait que les mêmes limites que celles rencontrées pour l'enlèvement de la DCO aient été rencontrées.

Par ailleurs, les concentrations de nitrite et en nitrate dans notre étude étaient inférieures à la limite de détection ce qui confirme l'absence bactéries nitritantes (AOB pour ammonium oxydizing bacteria) ou nitratantes (NOB pour nitrite oxydizing bacteria) oxydant l'ammoniac et les nitrites

3.1.6. Suivi de la dynamique des performances de la colonne pilote

3.1.6.1. Dynamique globale

Le suivi en continu a permis d'enregistrer 47 jours de données en régime permanent pendant le fonctionnement de l'installation pilote au cours des phases I et II (période de suivi de 12 mois). Au cours de la phase III, 55 jours de données sont exploitables (période de suivi de 3 mois). Ces ratios montrent à quel point le suivi en continu de procédés à forte charge est complexe. De nombreux incidents liés aux conditions expérimentales, pour ne citer que les plus courant : colmatage des tuyaux de l'installation, lessivage des boues après temps de pluie (causé par une extraction trop importante par rapport à la baisse de production et une concentration trop faible pénalisant la décantation), mise en défaut du système d'aération, mise en défaut du système de pompage sur la plateforme expérimentale, mise en défaut du système de pompage sur la station d'épuration, en plus des périodes de confinement etc.

Cette approche est assez singulière, il existe peu de travaux similaires dans la littérature, de tels suivis sont confrontés à de nombreux défis techniques qui sont liés à la fois aux limites de l'installation expérimentale sur la plateforme (colmatage, maintenance des équipements etc.) mais aussi à l'approvisionnement en eaux usées par le gestionnaire de la station d'épuration de la Feyssine. A notre connaissance, seuls les travaux de Canals et al., 2023, en conditions semi-contrôlées, proposent une approche similaire et là encore le suivi ne propose que 91 jours de suivi exploitables sur une période de 497 jours d'étude…

Pour ces jours, les performances globales de la colonne pilote ont été présentées en termes de DCOt et DCOf moyennes journalières pour les phases I et II (Figure 11). Et pour la phase III (Figure 12).

L'efficacité d'élimination de la DCOt est d'environ 25 % pour chacune des deux phases, et l'efficacité d'élimination de la DCOf était de 22 % et 26 % pour la phase I et la phase II, respectivement. Les rendements d'élimination sont comparables aux résultats du bilan massique de la DCO et à ceux du fractionnement de la DCO.

L'évolution des courbes de concentration en DCO sont très similaires entre l'entrée et la sortie. On observe que les performances diminuent lorsque l'effluent d'entrée est dilué, ce qui est particulièrement le cas fin septembre 2020, mi-décembre 2020, fin avril 2021 et fin mai 2021. Pour ces 4 périodes influencées par un temps de pluie (dilution des effluents d'entrée autour de 400 mg/L de DCOt) une analyse plus détaillée sera proposée dans cette section.

On note qu'en juillet 2020 et en juillet 2021 les différences entrée/sortie sont assez élevées comparativement aux autres périodes, les températures élevées et une concentration en DCO élevées semblent être deux facteurs influençant positivement le système.

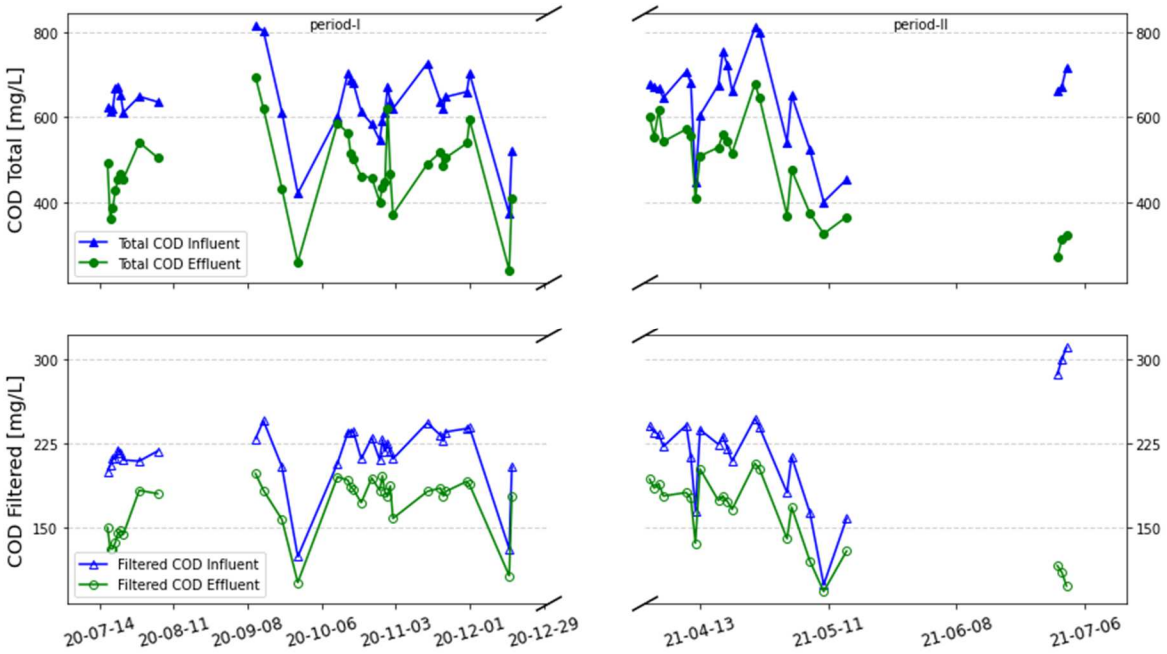


Figure 11. Moyennes journalières de DCOt et DCOf en entrée/sortie de la colonne pendant les phases de suivi I et II.

Figure 12. Performances moyennes observées au cours du suivi de la phase III

La performance globale est nettement plus élevée au cours de cette phase de suivi avec une performance moyenne de 59 ± 9 % en DCOt. Sur la première partie du suivi de mi-mai à mi-juin, les concentrations de sortie en DCOt ne semblent pas impactées par les fluctuations de l'entrée contrairement aux profils des phases I et II. Puis à partir de mi-juin et suite à plusieurs évènements pluvieux on retrouve des profils qui ressemblent à ceux des phases I et II. Enfin à la fin de la période de mesure avec un mois de juillet assez chaud et sec, des concentrations de sortie faibles et stables sont observées.

Le profil de la fraction soluble est assez similaire en entrée à celui de la DCOt. En revanche la fraction de DCOf en sortie ne semble pas impactée du tout par les fluctuations de l'entrée y compris lors d'évènements pluvieux ce qui est assez remarquable. L'amélioration de l'abattement a clairement été observé entre les phases I-II et III et plus particulièrement au niveau de la qualité des boues avec un aspect des boues plus floculé et un surnageant nettement plus clair contenant beaucoup moins de MES pendant la phase III (Figure 9).

Plusieurs hypothèses ont été formulées pour expliquer cette amélioration des performances:

- La nature de l'effluent traité:

En effet l'effluent traité en phase III a subi un prétraitement complet et contient des retours en tête. Cela peut avoir deux impacts sur le procédé A : le premier est l'absence de produits solides flottants ou inertes qui ont pu réduire l'efficacité du traitement biologique. Le second est lié à la présence potentielle de polymères floculants (issus notamment du traitement des boues) qui peuvent améliorer les étapes de bioflocculation avant décantation.

- Les différences de conditions opératoires:

Les essais des phases I et II ont été menés principalement en période "froides", de plus on observe que les meilleures performances sont atteintes en juillet (2020 et 2021). Or pendant la phase III les conditions sont plus chaudes et les niveaux de performances comparables à ceux atteints en juillet 2021 sont quasiment maintenus tout au long du suivi. En outre, il semble que la stabilité de la concentration de l'effluent (peu de fluctuation de concentration) génère une forme de stabilité dans les performances observées. Dès que des dilutions ou des surcharges apparaissent au cours de la phase III on observe une baisse des rendements similaires à celles observées en phase I et II dans des conditions similaires. Cela est très certainement lié au faible temps de séjour dans le dispositif et montre sa sensibilité à la qualité de l'effluent en entrée. Cela suggère que la mise en place de dispositifs permettant de tamponner la concentration des effluents en entrée de procédé A permettraient de fiabiliser le système.

3.1.6.2. Influence des fluctuations journalières (sans dilution ou surcharge)

Les variations diurnes typiques de la qualité de l'effluent en entrée (MES, DCOt et DCOf) ainsi que de l'oxygène dissous au sein du réacteur et de la qualité de la liqueur mixte (MLSS) sont présentées dans la Figure 13. Tous les paramètres mesurés suivent la même tendance avec une augmentation régulière d'un minimum vers 8 heures du matin à un maximum vers 16 heures. L'OD et les MES de la liqueur mixte du réacteur présentent une faible variabilité tout au long de la journée.

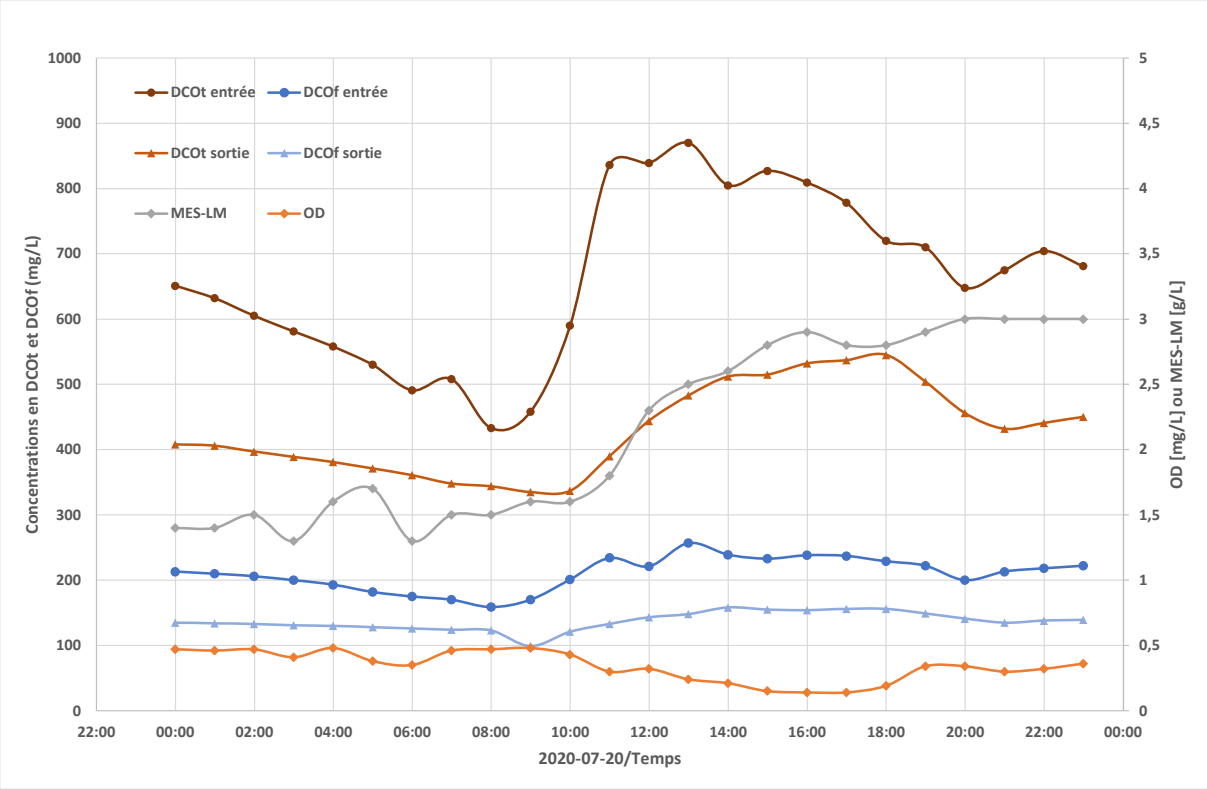


Figure 13. Fluctuations journalières typiques et performances de la colonne pilote

Le profil des concentrations en DCOt en entrée/sortie augmentent et diminuent de façon similaire avec un décalage d'environ 1 heure (temps de séjour de l'ensemble du système pour la période I). Les profils sont les mêmes pour la DCOs. Le teneur en MES de la liqueur mixte montre une légère augmentation qui correspond à l'augmentation de la DCOt de l'entrée. L'oxygène dissous diminue proportionnellement à l'augmentation de la DCOt. Comme présenté par Miller et al. (2017), les variations horaires de la DCOt et DCOs ont une influence rapide et significative sur la teneur en MES des boues, ce qui suggère qu'une approche dynamique de la purge des boues soit plus adaptée pour mieux contrôler la concentration de solides dans le réacteur.

3.1.6.3. Influence du temps de pluie sur le lessivage de la colonne pilote

Les temps de séjour dans les procédés A sont très courts, ils réagissent donc rapidement aux changements de conditions opératoires notamment aux variations de la composition de l'effluent d'entrée. Le suivi continu de la colonne pilote de notre étude a permis de mettre en évidence la réponse du système en cas d'évènement pluvieux.

Une chute relativement rapide de la teneur en MES de la liqueur mixte du réacteur biologique, qui s'apparente à un lessivage des boues, a été observée après des évènements pluvieux. La colonne pilote étant alimentée à débit constant seule la baisse de concentration en DCO de l'effluent a eu un impact sur le lessivage de la liqueur mixte. Les conditions idéales de fonctionnement nécessitent une concentration de MES-LM dans la liqueur mixte de 2-3 g/L, lorsque ces dernières chutent à moins de 1.5g/L l'activité biologique n'est plus assurée et les rendements chutent. Une étude des données a été réalisée pour confirmer cette hypothèse.

La Figure 14A présente les DCOt et la DCOs de l'effluent en entrée en fonction de la concentration en MES de la liqueur mixte du réacteur (MES-LM du 11-12 avr. 2021). La concentration en DCOt chute à moins de 200 mg/L pendant plus de 4 heures. La MES-LM dans le réacteur chute à moins de 1,5 g/L, après environ 8 heures. Le retard dans la réponse est probablement dû au temps nécessaire pour que les boues accumulées dans le clarificateur soient à leur tour lessivées.

Dans la Figure 14B on observe également un lessivage bien que la concentration en entrée ne chute pas de façon excessive (DCOt < 400 mg/L). On peut donc imaginer que le lessivage peut également être provoqué par d'autres phénomènes que la dilution comme par exemple la défloculation des boues. La défloculation peut être causée par la baisse de quantité de substrat disponible dans les effluents que ce soit par temps de pluie ou suite à un apport ponctuel d'effluents industriels par exemple. Par exemple, la présence d'ions monovalents peut modifier la matrice chimique de la boue (Novak et al., 2002).

Figure 14. Incidence du temps de pluie sur la concentration en liqueur mixte dans le réacteur pour deux journées (A phase II - 11/04/2021, B phase I - 28/10/2020)

Des stratégies de contrôle sont nécessaires. On peut imaginer un système permettant de détourner les effluents dilués ou dont la composition a été modifiée de façon significative. Il faut toutefois envisager une stratégie de traitement des effluents détournés et trouver une solution pour maintenir la biologie du réacteur biologique.

3.2. Caractérisation des boues produites - Biodégradabilité

Le principal objectif du procédé A est la production de boues fermentescibles pour maximiser la production de méthane par digestion anaérobie (DA). Il existe toutefois peu de références dans la littérature quant au potentiel méthanogène -ou de la biodégradabilité- des boues issues de procédé A comparativement aux boues issues de la décantation primaire ou secondaire.

La biodégradabilité des boues primaires et des boues biologiques obtenues dans le cadre du projet CAPTURE a été analysée par deux méthodes : la mesure du pouvoir méthanogène (BMP) et celle de la DBO ultime. Les résultats ont ensuite été comparés aux bases de données de boues conventionnelles.

Des mesures ont été réalisées sur 29 échantillons, obtenus à différentes étapes du projet, lors de la caractérisation de l'efficacité de divers floculants en colonne, sur pilote CEPT ou encore lors des essais sur le procédé A. Les mesures de BMP ont été réalisées par l'INSA DEEP, selon un protocole validé (Holliger et al., 2016) alors que la DBO ultime a été obtenue en mesurant la consommation d'oxygène d'un échantillon de boues pendant une dizaine de jours à l'aide d'Oxitops. L'ensemble des résultats obtenus est présenté en Annexe 3.

Les mesures réalisées avec des concentrations en MS supérieures à 10 g/L montraient des résultats non cohérents et n'ont donc pas été prises en compte dans l'analyse. Les BMP obtenus sont présentés sur la Figure 15, et comparés aux valeurs de la littérature. Ces résultats sont similaires aux valeurs rapportées dans la littérature (voir section 1.2.2).

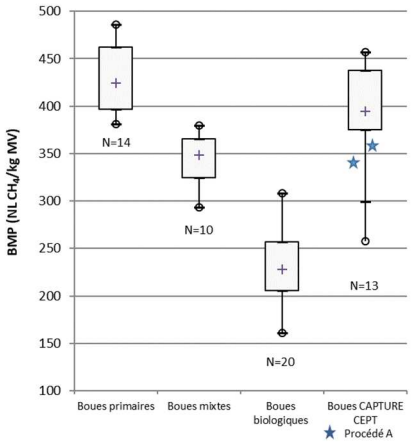


Figure 15. BMP des boues CAPTURE

Les boues obtenues par décantation primaire améliorée montrent des potentiels de méthanisation équivalents aux boues primaires classiques. Les deux mesures réalisées sur les boues du procédé A fournissent des BMP comparables à ceux obtenus avec des boues mixtes.

La différence de BMP des boues échantillonnées au cours de la Phase I et II de cette étude est négligeable. L'âge des boues est passé de 0.2 à 0.5 jour entre la Phase I et II. On aurait pu s'attendre à une différence dans la mesure où le BMP est inversement lié à l'âge des boues (Ge

et al., 2017). L'âge de boues plus élevé appliqué au cours de la phase II n'entraîne pas de baisse de la biodégradabilité anaérobie.

Comme présenté sur la Figure 16, il existe une corrélation linéaire entre la DBO5 et le BMP des boues (exprimé en L CH4/L d'échantillon).

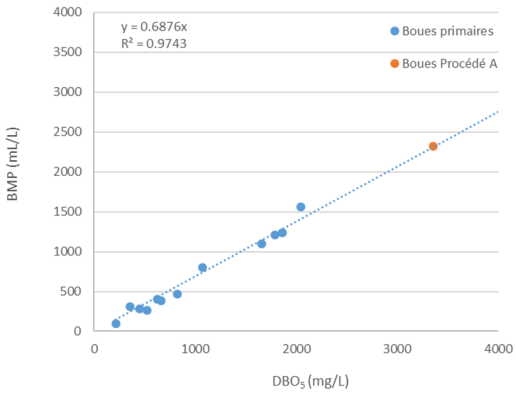


Figure 16. Corrélation BMP vs DBO_5

Cette corrélation permet donc, à partir d'une mesure de DBO_5 des boues, d'estimer leur pouvoir méthanogène.

3.3. Des essais pilote à la pleine échelle – premières recommandations

Le projet CAPTURE a permis d'établir plusieurs éléments de connaissance quant à l'application du procédé A dans un contexte réel, plus spécifiquement celui de stations d'épuration de grande capacité alimentées par un réseau pseudo-séparatif. Bien que plusieurs zones d'ombres subsistent, cette section a pour but de mettre en avant les retours d'expérience les plus probants, les besoins de recherche et les bémols concernant le procédé à forte charge et sa maturité technologique.

3.3.1. La nature des effluents à traiter

Dans cette étude, 2 effluents ont été traités:

1- Des effluents bruts issus du réseau de l'est-Lyonnais alimentant la STEP de la Feyssine, après un simple dégrillage dans la colonne pilote;
2- Les mêmes effluents après un prétraitement complet et un mélange avec des retours en tête (non maîtrisés et non connus) dans la colonne pilote;

Les effluents bruts après un simple dégrillage ont été utilisés pendant la première partie de l'étude de la colonne pilote pour maximiser la redirection de carbone et s'affranchir des interactions potentielles avec les retours en tête. Toutefois ces effluents ont généré de nombreux incidents et une maintenance qui n'ont permis d'enregistrer que 47 jours de fonctionnement en régime permanent sur une période de 12 mois. Ces derniers n'auraient vraisemblablement pas le même impact dans une station de pleine échelle néanmoins un prétraitement complet est recommandé pour éviter les disfonctionnements liés aux apports ponctuels de solides indésirables qui peuvent colmater le bassin biologique et le décanteur (voir Annexe 4 photos de disfonctionnement liés à l'apport de solides non maitrisés)

Les effluents prétraités ont posé beaucoup moins de problèmes de maintenance, et les retours en tête, bien que difficilement quantifiables, n'ont pas généré de disfonctionnement majeurs. Dans une application à pleine échelle il ne semble dont pas y avoir de contre-indications à traiter ce type d'effluents.

3.3.2. Le système d'aération et la teneur en oxygène dissous

Les besoins en O_2 du système sont assez importants et compte tenu de la nature des effluents contenant beaucoup de matières dissoutes et particulaires le système de diffusion d'oxygène n'a pas besoin d'être très performant – on peut donc préférer les grosses bulles aux fines bulles. Après plusieurs essais un diffuseur d'air en croix contenant 12 trous de 2 mm a été mis en œuvre de façon empirique. La capacité d'oxygénation de la colonne a été étudiée en eau claire. Le coefficient de transfert d'oxygène (KLa) a été déterminé selon la méthode standard (mesure de la ré-oxygénation après ajout de sulfite de sodium). Le coefficient de transfert d'oxygène de la colonne a été estimé à 38 h^{-1}, à une vitesse spécifique du gaz (UG) de 0,012 m/s ce qui correspond à un débit d'air de 7 Nm^3/h. La capacité maximale d'oxygénation était d'environ 30 Nm3/h. Le débit moyen insufflé pendant la phase 3 a été en moyenne de 2.8 Nm^3/h.

La valeur cible de 0.5 mgO_2/L a été atteinte sur l'ensemble des campagnes, et ne semble pas représenter un défi majeur pour le passage à pleine échelle bien qu'il n'existe pratiquement pas de données dans la littérature sur ces aspects.

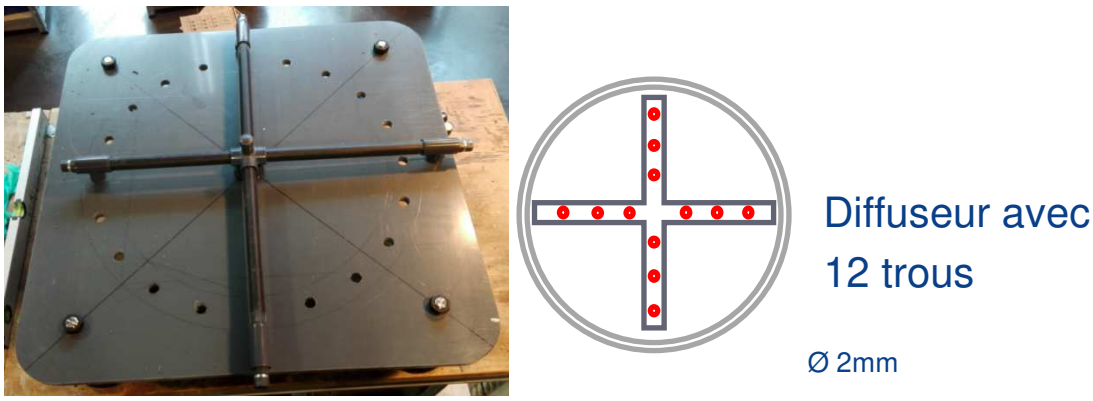


Figure 17. le système d'aération de la colonne pilote

3.3.3. Système de décantation

C'est un élément crucial du dispositif et il semble que le décanteur employé dans l'étude de la colonne pilote soit légèrement sous-dimensionné par rapport aux données disponibles dans la littérature ou observées dans des installations de pleine échelle. Le ratio V-décanteur/V-bassin biologique supérieur à 2 semble être la recommandation la plus judicieuse. Si le volume du décanteur représente une donnée globale, des vitesses ascensionnelles de l'ordre de 0.8 m/h ont été testées avec succès dans des dispositifs pilotes comparables à notre étude (Canals et al., 2023). Il n'y a pas eu à notre connaissances d'essais menés avec des dispositifs de décantation lamellaire qui sont plutôt adaptés à des boues primaires –avec ou sans physico-chimie-, mais cette piste semble être intéressante à explorer compte tenu de la nature des boues de procédés A.

3.3.4. Les performances générales et le besoin de traitement en aval – procédé B

Dans le Tableau 9 une fourchette de concentrations de sortie de procédé A estimée au cours des 3 phases des essais en colonne pilote est proposée.

Tableau 9 Ordre de grandeur des concentrations en polluants majeurs mg/L). Estimations basées sur les essais en colonne pilote au cours des 3 phases de l'étude

	Phases I-II	Phase III
DCOt	350-450	200-300
DCOf	150-250	50-100
MES	100-150	75-125
NTK	60-80	
PT	5-7	

Les concentrations moyennes observées au cours des phases I et II sont presque comparables à celles qu'on obtiendrait après un traitement primaire classique. Les concentrations moyennes de la phase III sont plus basses mais nécessiteraient toutefois un traitement complémentaire avant d'envisager un traitement dans un bioréacteur pour éviter des problèmes de colmatage

(par ex. Biostyr™ il faut impérativement MES<50 mg/L). Le dispositif pourrait recevoir des concentrations supérieures mais il faudrait être en capacité de laver plus fréquemment (contrainte de 2 kgMES/m^3/cycle de traitement).

La mise en œuvre d'une étape B de traitement pourrait s'envisager selon deux cas de figure :

-Pas de niveaux de rejet en NO_3, un bioréacteur nitrifiant pourrait être associé à un Procédé A qui pourrait être soit une boue activée faible charge, soit un bioréacteur à culture fixée pour autant que le procédé A soit équipé d'un système de décantation / séparation des solides permettant d'atteindre des valeurs < 50 mg/L de TSS en tous temps.

-Normes de rejet en NGL (10 ou 15 mg/L) : une étape de nitrification / dénitrification semble difficile à implanter compte tenu de la faible quantité de carbone restant après la capture dans le procédé A. A ce stade il n'existe pas de procédés fiabilisés pour l'enlèvement alternatif de l'azote (Anammox ou shunt des nitrates) ce qui compromet l'implantation de procédé A pour le moment.

4. Conclusion

Les résultats disponibles dans la littérature sur des dispositifs pilotes comparables à ceux du projet CAPTURE montrent des niveaux de performances intéressants et permettent de mieux comprendre les processus de redirection du carbone en fonction des paramètres de fonctionnement mais ne donnent pas suffisamment d'informations sur les limites de cette famille de procédé en conditions réelles. Les résultats disponibles sur des dispositifs de pleine échelle sont assez rares dans la littérature et ne présentent jamais en détail les aspects techniques majeurs tels que le dispositif d'aération, les stratégies d'ajout de polymères, les performances sur l'azote etc.

Les résultats de cette étude sur le procédé forte charge ou procédé A ont confirmé la faisabilité de mettre en œuvre des charges de l'ordre de 5-8 $gCOD.gMES^{-1}.d^{-1}$ (environ 2.2 à 3.5 $gDBO_5.gMVES^{-1}.d^{-1}$) dans un réacteur biologique en conditions réelles. Le projet CAPTURE a également permis d'accumuler des connaissances sur les principales caractéristiques techniques de la technologie : dispositif d'aération, dégazage, décantation, recirculation des boues et la caractérisation des flux de carbone impliqués et de leur redirection.

Les paramètres de fonctionnement ont été testés et mis en œuvre en conditions réelles avec un suivi continu des performances ce qui n'avait jamais été proposé dans la littérature jusqu'à présent. Les fluctuations des concentrations des effluents en entrée ont un impact rapide et majeur sur les performances du procédé et ses capacités de redirection du carbone. Bien que des performances remarquables aient été atteintes pendant plusieurs phases du suivi, des limites techniques ont également été observées et permettent d'identifier quelques verrous avant d'implanter cette technologie.

Nos résultats montrent que le procédé n'est pas encore assez mature pour une mise sur le marché à court terme. En effet, le procédé n'est pas fiabilisé et il reste plusieurs zones d'amélioration qui nécessiteraient de plus amples investigations, notamment au niveau de la décantation et au niveau de l'ajout de polymères pour maximiser la séparation solide liquide en périodes défavorables. Si toutefois des compléments scientifiques étaient apportés sur ces points stratégiques un développement de la technologie sur le moyen terme pourrait être envisagé.

5. Références

APHA, 2005. Standard methods for the examination ofwater andwastewater (21st ed.). Washington DC: Am. Public Heal. Assoc. Water Work. Assoc. Water Environ. Fed.

Böhnke, B., 1977. Das Adsorptions-Belebungsverfahren. Korrespondenz Abwasser 2, 33-42 In German.

Choo-kun, M., 2015. Intégration de la méthanisation des boues dans une filière alternative de traitement des eaux usées basée sur le procédé A / B : Vers la station d ' épuration à énergie positive To cite this version : HAL Id : tel-01417804 Intégration de la méthanisation. Thesis 1–164.

De Graaff, M.S., Van Den Brand, T.P.H., Roest, K., Zandvoort, M.H., Duin, O., Van Loosdrecht, M.C.M., 2016. Full-Scale Highly-Loaded Wastewater Treatment Processes (A-Stage) to Increase Energy Production from Wastewater: Performance and Design Guidelines. Environ. Eng. Sci. 33, 571–577. https://doi.org/10.1089/ees.2016.0022

Diamantis, V., Eftaxias, A., Bundervoet, B., Verstraete, W., 2014. Performance of the biosorptive activated sludge (BAS) as pre-treatment to UF for decentralized wastewater reuse. Bioresour. Technol. 156, 314–321. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.061

Diamantis, V., Verstraete, W., Eftaxias, A., Bundervoet, B., Vlaeminck, S.E., Melidis, P., Aivasidis, A., 2013. Sewage pre-concentration for maximum recovery and reuse at decentralized level. Water Science and Technology 67(6), 1188-1193.

Ge, H., Batstone, D.J., Mouiche, M., Hu, S., Keller, J., 2017. Nutrient removal and energy recovery from high-rate activated sludge processes – Impact of sludge age. Bioresour. Technol. 245, 1155–1161. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.115

Gillot, S., Héduit, A., 2008. Prediction of alpha factor values for fine pore aeration systems. Water Sci. Technol. 57, 1265–1269. https://doi.org/10.2166/wst.2008.222

Guthi, R.-S., Tondera, K., Gillot, S., Buffière, P., Boillot, M., Chazarenc, F., 2022. A-Stage process – challenges and drawbacks from lab to full scale studies: a review. Water Research, 226, 119044 (2022).

Guven, H., Dereli, R.K., Ozgun, H., Ersahin, M.E., Ozturk, I., 2019. Towards sustainable and energy efficient municipal wastewater treatment by up-concentration of organics. Prog. Energy Combust. Sci. 70, 145–168. https://doi.org/10.1016/j.pecs.2018.10.002

Guven, H., Ersahin, M.E., Dereli, R.K., Ozgun, H., Sancar, D., Ozturk, I., 2017. Effect of Hydraulic Retention Time on the Performance of High-Rate Activated Sludge System: a Pilot-Scale Study. Water. Air. Soil Pollut. 228. https://doi.org/10.1007/s11270-017-3598-8

Guven, H., Fakioglu, M., Sinop, I., Ozturk, I., 2020. Retrofitting of Five Preliminary Wastewater Treatment Plants in Istanbul (Turkey) to High-Rate Activated Sludge System and/or Post Oxidation. Ozone Sci. Eng. 42, 255–266. https://doi.org/10.1080/01919512.2019.1654362

Hauduc, H., Wadhawan, T., Takacs, I., Al-Omari, A., De Clippeleir, H., Wett, B., Jimenez, J., Rahman, A., 2019. Colloids, flocculation and carbon capture - A comprehensive plant-wide model. Water Sci. Technol. 79, 15–25. https://doi.org/10.2166/wst.2018.454

Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière, P., Carballa, M., De Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J.C., De Laclos, H.F., Ghasimi, D.S.M., Hack, G., Hartel, M., Heerenklage, J., Horvath, I.S., Jenicek, P., Koch, K., Krautwald, J., Lizasoain, J., Liu, J., Mosberger, L., Nistor, M., Oechsner, H., Oliveira, J.V., Paterson, M., Pauss, A., Pommier, S., Porqueddu, I., Raposo, F., Ribeiro, T., Pfund, F.R., Strömberg, S., Torrijos, M., Van Eekert, M., Van Lier, J., Wedwitschka, H., Wierinck, I., 2016. Towards a standardization of biomethane potential tests. Water Sci. Technol. 74, 2515–2522. https://doi.org/10.2166/wst.2016.336

Jimenez, J., Miller, M., Bott, C., Murthy, S., De Clippeleir, H., Wett, B., 2015. High-rate activated sludge system for carbon management - Evaluation of crucial process mechanisms and design parameters. Water Res. 87, 476–482. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.07.032

Kinyua, M.N., Elliott, M., Wett, B., Murthy, S., Chandran, K., Bott, C.B., 2017a. The role of extracellular polymeric substances on carbon capture in a high rate activated sludge A-stage system. Chem. Eng. J. 322, 428–434. https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.04.043

Kinyua, M.N., Miller, M.W., Wett, B., Murthy, S., Chandran, K., Bott, C.B., 2017b. Polyhydroxyalkanoates, triacylglycerides and glycogen in a high rate activated sludge A-stage system. Chem. Eng. J. 316, 350–360. https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.01.122

Kroiss, H., Klager, F., 2018. How to make a large nutrient removal Plant energy self-sufficient. Latest upgrade of the Vienna Main wastewater treatment plant (VMWWTP). Water Sci. Technol. 77, 2369–2376. https://doi.org/10.2166/wst.2018.159

Mamais, D., Jenkins, D., Prrr, P., 1993. A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. Water Res. 27, 195–197. https://doi.org/10.1016/0043-1354(93)90211-Y

Mancell-Egala, W.A.S.K., Kinnear, D.J., Jones, K.L., 2016. Limit of stokesian settling concentration characterizes sludge settling velocity 90, 100–110. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.12.007

Mancell-Egala, W.A.S.K., Su, C., Takacs, I., Novak, J.T., Kinnear, D.J., Murthy, S.N., De Clippeleir, H., 2017. Settling regimen transitions quantify solid separation limitations through correlation with floc size and shape. Water Res. 109, 54–68. https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.10.080

Miller, M.W., Elliott, M., DeArmond, J., Kinyua, M., Wett, B., Murthy, S., Bott, C.B., 2017. Controlling the COD removal of an A-stage pilot study with instrumentation and automatic process control. Water Sci. Technol. 75, 2669–2679. https://doi.org/10.2166/wst.2017.153

Miller, M.W., Regmi, P., Murthy, S., Wett, B., Bott, C.B., 2016. Combining high-rate activated sludge and shortcut nitrogen removal for efficient carbon and energy utilization. Proc. Water Environ. Fed. 2015, 1–11. https://doi.org/10.2175/193864715819559045

Modin, O., Persson, F., Wilén, B.M., Hermansson, M., 2016. Nonoxidative removal of organics in the activated sludge process. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol. 46, 635–672. https://doi.org/10.1080/10643389.2016.1149903

Ngo, K.N., Massoudieh, A., 2021. Extracellular polymeric substance composition forms the glue between process and clarifier models.

Ni, B.-J., Yu, H.-Q., 2012. Microbial Products of Activated Sludge in Biological Wastewater Treatment Systems: A Critical Review. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol. 42, 187–223. https://doi.org/10.1080/10643389.2010.507696

Rahman, A., De Clippeleir, H., Thomas, W., Jimenez, J.A., Wett, B., Al-Omari, A., Murthy, S., Riffat, R., Bott, C., 2019. A-stage and high-rate contact-stabilization performance comparison for carbon and nutrient redirection from high-strength municipal wastewater. Chem. Eng. J. 357, 737–749. https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.09.206

Rahman, A., Hasan, M., Meerburg, F.A., Jimenez, J.A, Miller, M.W., Bott, C.B., Al-Omari, A., Murthy, S., Shaw, A., De Clippeleir, H., Riffat, R., 2020. Moving forward with A-stage and high-rate contact-stabilization for energy efficient water resource recovery facility: Mechanisms, factors, practical approach, and guidelines. Journal of Water Process Engineering 36, 101329. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101329

Sancho, I., Lopez-Palau, S., Arespacochaga, N., Cortina, J.L., 2019. New concepts on carbon redirection in wastewater treatment plants: A review. Sci. Total Environ. 647, 1373–1384. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.08.070

Schwarz, M., Behnisch, J., Trippel, J., Engelhart, M., Wagner, M., 2021. Oxygen transfer in two-stage activated sludge wastewater treatment plants. Water (Switzerland) 13. https://doi.org/10.3390/w13141964

Van Winckel, T., Liu, X., Vlaeminck, S.E., Takács, I., Al-Omari, A., Sturm, B., Kjellerup, B. V., Murthy, S.N., De Clippeleir, H., 2019. Overcoming floc formation limitations in high-rate activated sludge systems. Chemosphere 215, 342–352. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.09.169

Versprille, A.I., Zuurveen, B., Stein, T., 1984. The a-B Process : a Novel Two. Water Sci. Technol. 17, 235–246.

Von Sperling, M., 2015. Activated Sludge and Aerobic Biofilm Reactors, Water Intelligence Online. https://doi.org/10.2166/9781780402123

Wan, J., Gu, J., Zhao, Q., Liu, Y., 2016. COD capture: A feasible option towards energy self-sufficient domestic wastewater treatment. Sci. Rep. 6, 1–9. https://doi.org/10.1038/srep25054

Wett, B., Aichinger, P., Hell, M., Andersen, M., Wellym, L., Fukuzaki, Y., Cao, Y.S., Tao, G., Jimenez, J., Takacs, I., Bott, C., Murthy, S., 2020. Operational and structural A-stage improvements for high-rate carbon removal. Water Environ. Res. 92, 1983–1989. https://doi.org/10.1002/wer.1354

Annexe 1. Les schémas de flux de DCO selon les procédés considérés (Wan et al., 2006 - DOI: 10.1038/srep25054)

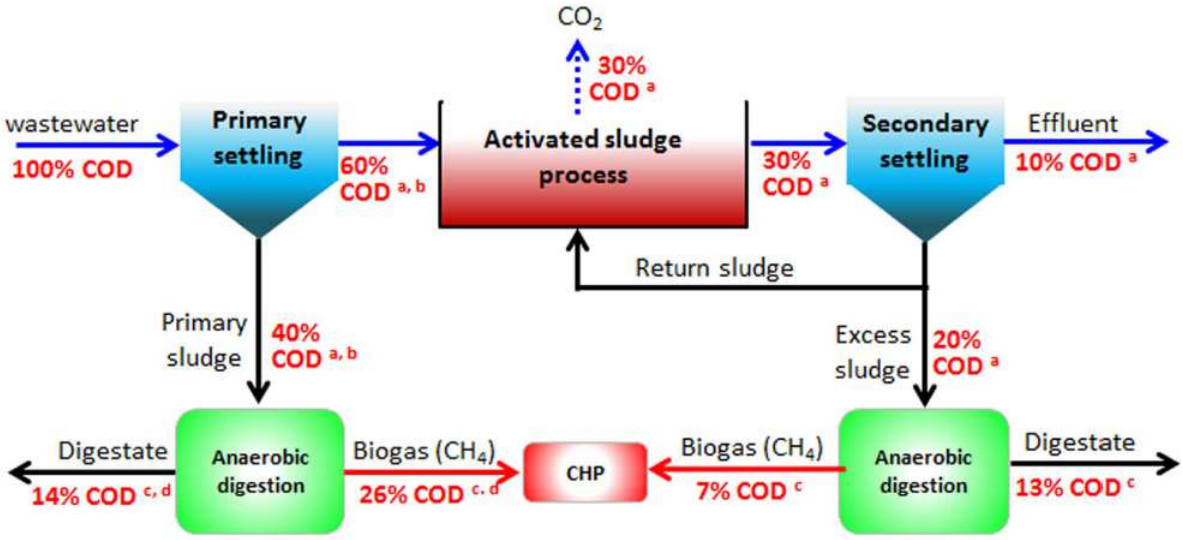


Figure 1. COD mass flow through a conventional domestic wastewater treatment plant. (**a**) data from Metcalf and Eddy[12]; (**b**) data from Rossle and Pretorius[18]; (**c**) data from Parkin and Owen[47]; (**d**) data from Miron *et al.*[48].

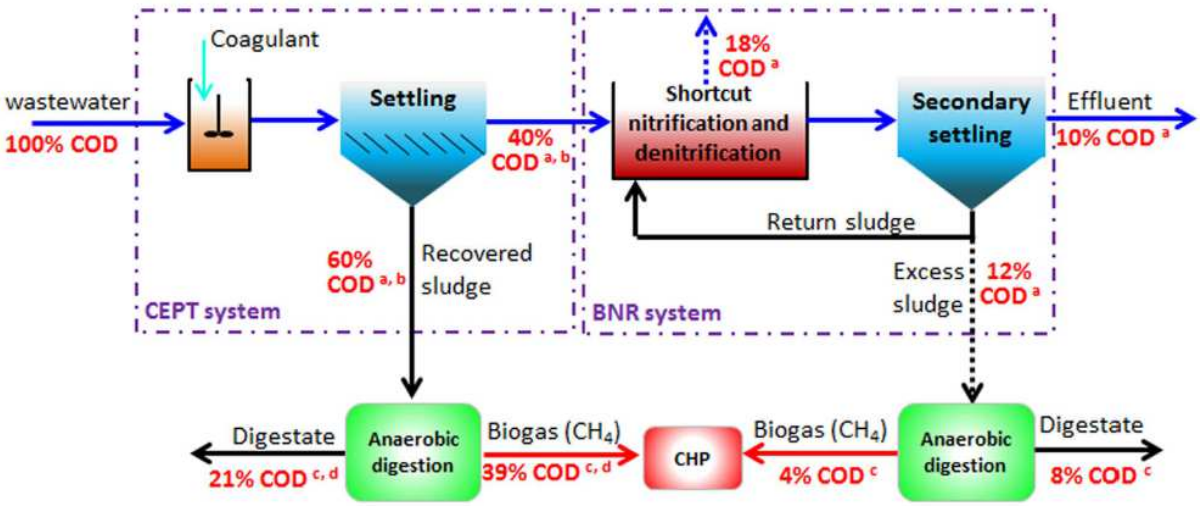


Figure 4. COD flow in A-B process with CEPT as A-stage and shortcut nitrification and denitrification as B-stage; (**a**) data from Metcalf and Eddy[12]; (**b**) data from Morrissey and Harleman[13]; (**c**) data from Parkin and Owen[47]; (**d**) data from Miron *et al.*[48].

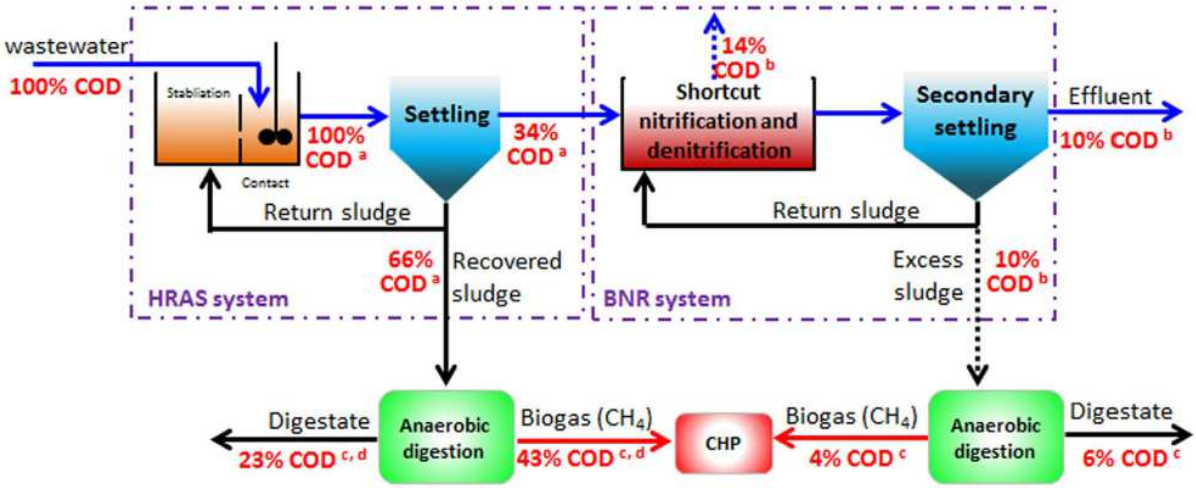


Figure 5. COD flow in A-B process with HRAS as A-stage and shortcut nitrification and denitrification as B-stage; (**a**) data from Meerburg *et al.*[26]; (**b**) data from Metcalf and Eddy[12]; (**c**) data from Parkin and Owen[47]; (**d**) data from Miron *et al.*[48].

Annexe 2. Article de synthèse de littérature

Water Research 226 (2022) 119044

Contents lists available at ScienceDirect

Water Research

journal homepage: www.elsevier.com/locate/watres

A-Stage process – Challenges and drawbacks from lab to full scale studies: A review

Raja-Sekhar Guthi [a,c,*], Katharina Tondera [a], Sylvie Gillot [a], Pierre Buffière [b], Mathieu Boillot [c], Florent Chazarenc [a]

[a] INRAE, REVERSAAL, Villeurbanne F-69625, France
[b] INSA-Lyon, Laboratoire DEEP EA7429, Université de Lyon, 9 rue de la Physique, Villeurbanne 69621, France
[c] Saur, Direction Innovation Technologique, Maurepas 78310, France

ABSTRACT

In response to the growing global resource scarcity, wastewater is increasingly seen as a valuable resource to recover and valorise for the benefit of the society rather than another waste that needs treatment before disposal. Conventional wastewater treatment plants (WWTPs) oxidise most of the organic matter present in wastewater, instead of recovering it as a feedstock for biomaterials or to produce energy in the form of biogas. In contrast, an A-Stage is capable of producing a concentrated stream of organic matter ready for valorisation, ideally suited to retrofit existing large plants. This technology is based on the principle of high-rate activated sludge process that favours biosorption and storage over oxidation. In this paper, we summarize peer-reviewed research of both pilot-scale and full-scale studies of A-Stage process under real conditions, highlighting key operational parameters. In the majority of published studies, the sludge retention time (SRT) was identified as a key operational parameter. An optimal SRT of 0.3 days seems to maximize the redirection of influent COD – up to 50% to the sludge flux, while simultaneously keeping mineralization under 25% of total influent COD. Other key optimal parameters are a hydraulic residence time of 30 min and dissolved oxygen levels of 0.5 mg·L^{-1}. In addition, nutrient removal efficiencies of 15–27% for total nitrogen and 13–38% for total phosphorus are observed. Influence of mixing on settling efficiencies remain largely underexplored, as well as impact of wet weather flow and temperature on overall recovery efficiencies, which hinders to provide recommendations on these aspects. Evolution of modelling efforts of A-Stage process are also critically reviewed. The role of extracellular polymeric substances remain unclear and measures differ greatly according to the different studies and protocols. Better understanding the settling processes by adding Limit of Stokesian and Threshold of Flocculation measures to Sludge Volume Index could help to reach a better understanding of the A-Stage process. Reliable modelling can help new unit processes find their place in the whole treatment chain and help the transition from WWTPs towards Wastewater Resource Recovery Facilities.

1. Introduction

"Doing more with less" is the new paradigm of the International Water Association in order to fulfil the Sustainable Development Goal 6 "Clean Water and Sanitation" by 2030 (IWA, 2016). For municipal wastewater treatment, this paradigm requires a transition from wastewater treatment plants (WWTPs) to water resource recovery facilities (WRRFs). There is a growing societal need expressed by stakeholders such as companies operating WWTPs and local water authorities, who are looking for sustainable solutions for treatment requirements. Organic matter present in raw wastewater is a source of chemical energy and can hence be considered as a resource. Approximately 6.9 kJ of free energy is contained in 1 L of wastewater with an average concentration of 500 mg COD·L^{-1} (McCarty et al., 2011). Traditionally, primary sedimentation tanks (PSTs) redirect some of the influent organics to produce primary sludge, which is then anaerobically digested to generate biogas to offset the energy needs of the WWTP. However, PSTs have high space requirements and are quite inefficient in recovering this resource without chemical addition. Recovering organic matter prior to its oxidation is doubly advantageous as it minimizes aeration (energy) demand and simultaneously increases the methane produced (Wan et al., 2016). Amongst the best available process technologies that maximise recovery potential is a process based on high rate activated sludge (HRAS), also called A-Stage, which is the focus of this review.

Abbreviations: ASM, activated sludge model; BMP, biochemical methane potential; BOD, biochemical oxygen demand; CAS, conventional activated sludge; COD, chemical oxygen demand; CEPT, chemically enhanced primary treatment; CSTR, continuous stirred tank reactor; DO, dissolved oxygen; EPS, extracellular polymeric substances; F/M ratio, Food to microorganism ratio; HRT, hydraulic residence time; HRAS, high rate activated sludge; LOSS, limit of stokesian settling, MLSS, mixed liquor suspended solids; MLVSS, mixed liquor volatile suspended solids; PHA, polyhydroxyalkanoates; PNA, partial nitritation-anammox; PST, primary sedimentation tanks; SRT, solids residence time; SS, suspended solids.

* Corresponding author at: INRAE: Institut National de Recherche pour l'Agriculture l'Alimentation et l'Environnement, Villeurbanne F-69625, France.
E-mail address: raja-sekhar.guthi@inrae.fr (R.-S. Guthi).

https://doi.org/10.1016/j.watres.2022.119044
Received 6 May 2022; Received in revised form 29 August 2022; Accepted 30 August 2022
Available online 31 August 2022
0043-1354/© 2022 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Main advantage of A-Stage over other technologies for recovery such as chemically enhanced primary treatment (CEPT) is relatively lower operational costs as usually no reagent is utilised (Wan et al., 2016).

The A-Stage is part of the A/B (Adsorption/Belebung) process that has originally been developed in the 1970s and 1980s in the Technical University of Aachen (Böhnke, 1977) to maintain nitrification process stability. The A/B process is a two-stage process consisting of two activated sludge processes in series, each with its own reactor, clarifier and independent sludge recirculation loops as shown in Fig. 1. Essentially, a PST is replaced by the A-Stage process and can hence be considered a "biologically-enhanced" primary treatment. At the time of its development, the B-Stage was operated only for ammonia removal as a low-rate activated sludge process.

A-Stage is characterised by its high organic loading rate (F/M ratio) coupled with low sludge age and short hydraulic residence times. There is no universally accepted definition of operating parameters of A-Stage; however, most authors use a limit solid residence time (SRT) of two days. A comparison of some key process parameters between the A-Stage and conventional processes is presented in Table 1.

The A/B process did not establish itself as a widely used process configuration because full mineralisation of nitrogen became an additional treatment requirement in the beginning of the 1990s. The increased carbon removal in the A-Stage hinders heterotrophic denitrification in the B-Stage due to lack of sufficient organic carbon, and most A/B plants have been converted to conventional activated sludge (CAS) processes. Compared to CAS, the extended aeration process variant applies very long sludge ages in order to achieve high organic matter removal and aerobic stabilisation of the sludge.

However, two driving forces inspire the renewed interest in the A/B process in recent years. Firstly, the development in autotrophic N removal in the last two decades led to new approaches in coupling A-Stage and autotrophic N removal strategies such as partial nitritation / anammox (PNA) (Dai et al., 2018; Gu et al., 2020, 2018). Secondly, the impacts of climate change (Mata et al., 2021) incites all sectors of human activity to minimize its contribution to the greenhouse effect. Developing waste valorisation technologies that can offset fossil fuel use has clear environmental benefits (Modin et al., 2016).

Recent reviews from Sancho et al. (2019) and Guven et al. (2019) compiled the relevant technologies for recovering influent organic carbon, focussing on a comparison of the main available carbon redirection technologies, highlighting the importance of A-Stage process. The review proposed by Rahman et al. (2020) gives an interesting evaluation of A-Stage and high rate contact stabilisation processes for carbon capture and highlights the interest of such processes to remove a significant amount of N and P in waste activated sludge (WAS). However, a detailed analysis of peer-reviewed studies on A-Stage, discussing its mechanisms as well as its challenges and drawbacks is lacking. This study aims to fill this gap, and additionally summarises the experience of full-scale implementations as well as attempts to model and simulate this process. Specific combinations of keywords were chosen for a search on webofknowledge.com and sciencedirect.com for studies on HRAS or A-Stage processes, the results of which are succinctly summarized in Table S1 (supplementary material). The search was continuously updated; the most recent update was performed end of December 2021. Only original research articles were included. In addition, to be considered, the experimental conditions of the studies had to be clearly described, e.g. the size of the treatment units, duration and analytical procedures. The keyword search yielded in a total of 116 publications. The titles of studies were then screened according to their relevance to the topic, and, in case of a positive outcome, the abstract and full text were consulted. Additional screening was conducted to select only papers related to the scope of our investigations.

Thirty-eight publications dealt with HRAS or A-Stage processes. Two studies had to be excluded from further evaluation since crucial information was lacking (e.g. size of the experimental setups). In the end, 36 publications met the defined criteria, of which nine described investigations of "classical" A-Stage setups. The remaining articles were either HRAS-variants (such as High Rate Contact Stabilization (HiCS) and High Rate Sequencing Batch Reactors (HRSBR)), investigations conducted under static conditions, focusing on specific parameters (e.g. EPS) or in very small pilot scale (A-Stage reactor volume smaller than 1

Table 1
Key operating parameters of A-Stage and other processes.

	Process variant	SRT (days)	HRT (hours)	F/M ratio ($kgBOD \cdot kgMLVSS^{-1} \cdot day^{-1}$)
(Versprille et al., 1984)	A-Stage	< 2	0.5–1	3 – 6
	B-Stage	15–20	2–4	0.15 to 0.30
(Von Sperling, 2015)	CAS	4 to 10	6–8	0.25 to 0.50
	Extended aeration	18 to 30	16–24	0.07 to 0.15

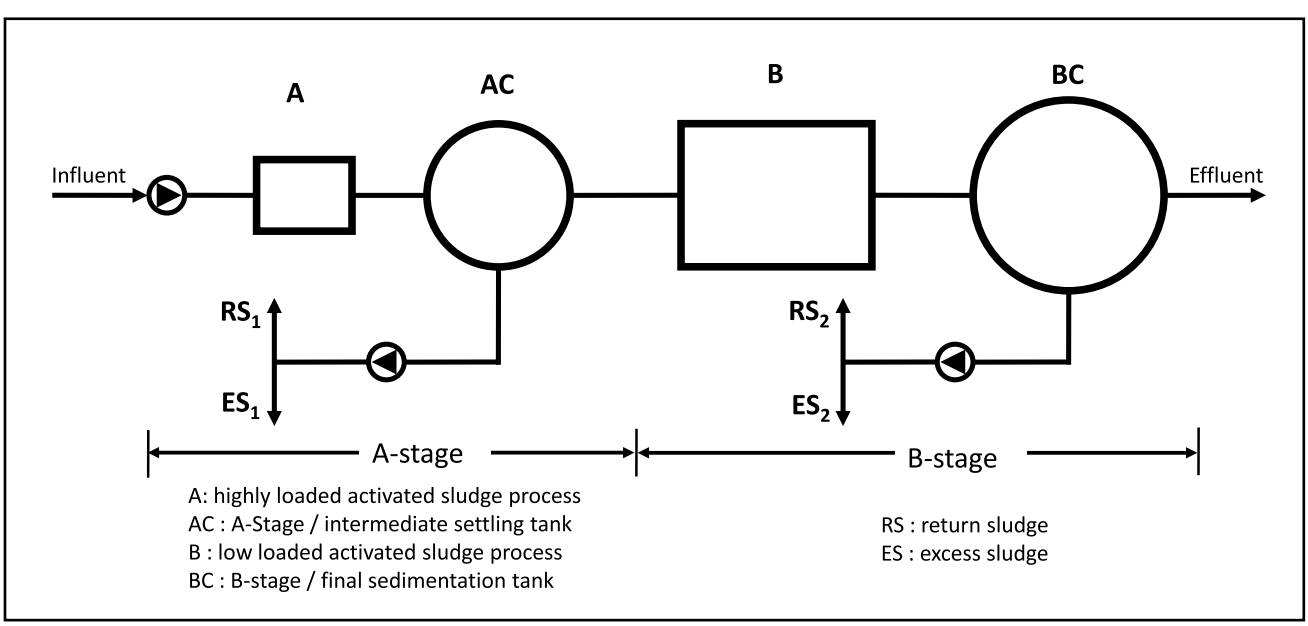


Fig. 1. Simplified flow diagram of A/B process (Versprille et al., 1984).

L), or review articles without any experimental data.

2. A-Stage process: current knowledge

During the initial development of A/B process technology, no particular attention was given to A-Stage technology and the focus was mainly on nitrogen removal in B-Stage as maintaining nitrification process stability was seen as a prime advantage (Versprille et al., 1984). As this technology is being revisited in view of its ability to redirect influent COD to a sludge stream, a better understanding of the mechanisms will be useful in design and operation. The current knowledge on the A-Stage process, starting with the driving mechanisms are summarized in the following sections. Then a section presenting results from laboratory-scale and demonstration-scale experiments is proposed including major influencing factors on carbon and nutrient capture. Finally, a section presenting most of the A-Stage or HRAS full-scale experiments published will be proposed before the discussion with the aim of highlighting the main challenges associated to the implementation of A/B process into WRRFs.

2.1. Mechanisms of organic matter capture/interactions

Organic matter present in the influent wastewater interacts with the return sludge in the A-Stage reactor in many complex mechanisms. Return sludge contains activated sludge flocs, which are loosely bound amorphous structures that contain microorganisms embedded in a matrix of extracellular polymeric substances (EPS) (Ni and Yu, 2012). The major mechanisms of interaction are assimilation, biosorption and settling, which are conceptually represented in Fig. 2. These mechanisms are a function of the properties of influent organic matter fractions, as well as the nature of the flocs of the return sludge.

Assimilation is a biological mechanism that removes part of the soluble, biodegradable fraction (biodegradable $sC_{\text{-org}}$) of the organic carbon molecules that are small enough to pass through the cell membrane. This fraction of biodegradable organic carbon serves both as carbon source and electron donor for the microorganisms for cell growth, storage of polymers, or production of extracellular polymeric substances (EPS), and for cell maintenance. Hence, a fraction of biodegradable $sC_{\text{-org}}$ is oxidised to carbon dioxide and water by aerobic heterotrophic microorganisms. The ratio of microbial growth rate and oxidation rate is called yield (Y) (Von Sperling, 2015).

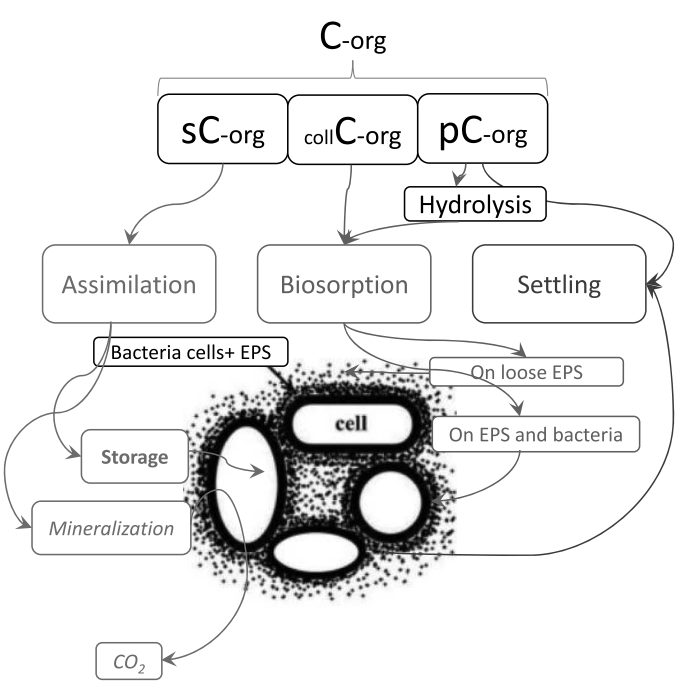


Fig. 2. Schematization of interactions between bacteria and different fractions of organic carbon (C-org) (inspired by Modin et al., 2016).

Microorganisms can store soluble biodegradable organic compounds in the form of intracellular inclusions. The soluble compounds after penetrating the cell walls are converted to insoluble polymers (such as polyhydroxyalkanoates (PHA), triacylglycerides (TAG), wax esters, etc.) to avoid build-up of high osmotic pressure across the cell membrane. Volatile Fatty Acids (VFAs) such as acetate will result in storage of PHAs whereas carbohydrates such as glucose will result in storage of glycogen. The bacteria are capable of reutilising the stored carbon for cell functions when no external carbon source is available, i.e., during a famine phase. Dynamic process configurations such as sequencing batch reactors (SBRs) in which the activated sludge is exposed to periods of feast and famine, induce storage behaviour (Coats et al., 2011).

Biosorption is a combination of physico-chemical interactions that bind colloidal and particulate fraction ($collC_{\text{-org}}$ and $pC_{\text{-org}}$; biodegradable or not) of organic matter to activated sludge flocs by weak adhesive forces. There is no universally accepted definition of biosorption and various other terms are used to refer to this phenomenon such as sorption, enmeshment, bioflocculation, agglomeration, extra-cellular adsorption, etc. EPS may assist with this agglomeration, depending on their quantity, composition and surface properties (Kinyua et al., 2017a). In the sense of this article, biosorption describes an extra-cellular phenomenon, distinguished from storage, which is an intra-cellular phenomenon. Biosorption has been recognized as the key mechanism contributing to carbon capture and driving the interest in A-Stage systems.

Finally, settling is a physical phenomenon where agglomerates form in the A-Stage reactor and sufficiently large organic matter ($pC_{\text{-org}}$) settle to the bottom of the separation unit, typically a surface clarifier. The settled sludge is either removed from the system, or recirculated back to the reactor.

2.2. Overall A-Stage performances: pilot- and demonstration-scale investigations

From the identified papers, nine articles at pilot and demonstration scale performed with real wastewater were selected. Information on experimental conditions of the reactor and influent-effluent characteristics are summarized in Table 2. There is a diversity in the scale of studies from laboratory scale to demonstration scale, but most common HRT was set to 30 min and SRT varied from 0.3 days to up to 2 days. Dissolved oxygen (DO) level in the reactor was set to 0.5 mg L^{-1} in all studies except two, where DO set point was of 2 mg·L^{-1}. Information on the influent and effluent COD was compiled when available. All considered studies used raw wastewater with total COD ranging from a low 300 mg·L^{-1} to more than 600 mg·L^{-1}. Likewise, information on fractions was compiled with colloidal fractions being measured following the protocol of Mamais et al. (1993) when available. This protocol of COD fractionation yields three fractions of COD, namely particulate COD (pCOD), colloidal COD (cCOD) and flocculated-filtered COD (ffCOD). Some studies followed an older and simpler fractionation that involves direct filtration at 0.45 μm resulting in only two fractions – particulate COD and filtered COD (fCOD). It can be seen that all studies achieved a tCOD removal of > 50%, with one study reaching up to 90% (Taboada-Santos et al., 2020), which can be considered an outlier. Examining the COD fractions of the effluent, most COD removal is due to the removal of pCOD, followed by ffCOD and lastly cCOD.

2.2.1. Influence of SRT on COD mass balance

COD mass balance is visually represented in Fig. 3. It shows three possible transformations of influent COD upon leaving the A-Stage system.

It can be calculated based on daily performance data of the process in steady conditions from the following equation (considering no accu-

Table 2
Pilot and demonstration scale investigations: operating conditions and removal efficiencies.

Refs.	Reactor vol. (L)	Study period (d)	SRT (d)	HRT (h)	DO conc. ($mg \cdot L^{-1}$)	MLSS ($g \cdot L^{-1}$)	Inflow COD* ($mg \cdot L^{-1}$)	Removal efficiency (%)	Inflow nutrients ($mg \cdot L^{-1}$)	Nutrients Removal efficiency (%)
(Taboada-Santos et al., 2020)	2	65	1	2	3–3.5	2–3	t: 375–750	87		
							s: 80–150	N/A	NH_4—N: 45	19
							p: 295–600	N/A	PO_4-P: 2.3	13
(Diamantis et al., 2014)	3	36	0.3–0.5	0.9	2.0	2.1	t: 238	52	TKN: 55	12
							s: 80	25	NH_4—N: 33	13
							p: 155	66	PO_4-P: 3.8	10
(Koumaki et al., 2021)	15	14	0.25	0.6	>2	2.3	t: 675	68		
(Jimenez et al., 2015)	260	365	0.1–2	0.1–1	0.0–2.0	2.6	t: 480	75		
							ff: 110	90		
							c: 80	55		
							p: 290	75		
(Rahman et al., 2019)	510	N/A	0.3	0.5	0.5	3.7	t: 619	68	TKN: 45	18
							ff: 157	62	NH_4—N: 35	19
							c: 67	25	TP: 6.1	35
							p: 395	77	PO_4-P: 4	46
(Kinyua et al., 2017a, 2017b)	510	63	0.3–0.6	0.5–1	0.5–1.5	2.6–3.5	t: 575	70		
							ff: 149	25		
							c: 85	37		
							p: 345	75		
(Wett et al., 2020) Singapore Pilot plant	1 000	N/A	N/A	0.5–0.75	N/A	N/A	t: N/A	82	TN: N/A	22
							ff: N/A	13		
							c: N/A	30	TP: N/A	24
							p: N/A	94		
(Guven et al., 2020, 2017)	4 000	180	0.35	1–2.1	0.3–0.4	2	t: 486	59	TN: 56	21
							s:242	45	NH_4—N: 43	15
									TP: 4.2	27
							p: 242	66		
(Cao et al., 2020)	550 000	N/A	0.5	0.5	< 0.3	N/A	t: 660	64		
							ff: 132	48		
							c: 238	21		
							p: 290	100		

*t: total COD, s: filtered COD, ff: flocculated-filtered COD, c: colloidal COD, p: particulate COD.

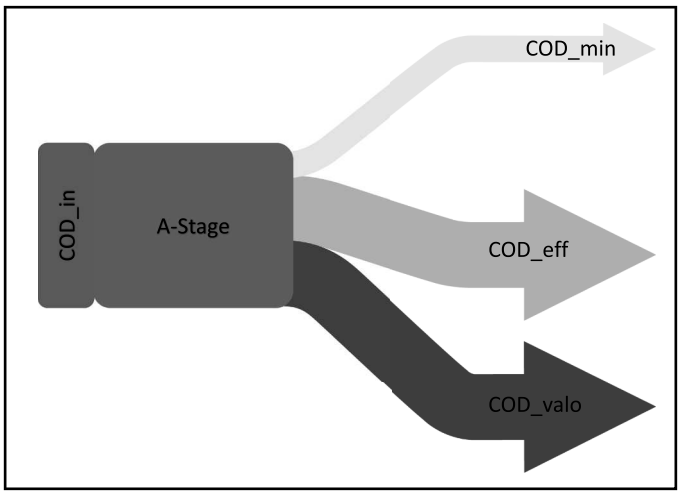


Fig. 3. Visualisation of COD mass balance.

mulation in the reactor):

$$COD_in = COD_eff + COD_min + COD_valo \quad (1)$$

Where:

- COD_in is the COD of influent;
- COD_eff is the COD of the A-Stage effluent;
- COD_min is the portion of COD that is lost as CO_2;
- COD_valo is the COD embedded in the waste sludge.

An optimized A-Stage process maximizes the portion of COD_in that is diverted to the sludge matrix (COD_valo), while simultaneously

minimizing the mineralized fraction (COD_min), which is lost as CO_2 to the atmosphere. Table 3 presents the mineralization rate reported in literature on A-Stage. The ratio of COD_valo to COD_in is the measure of the efficiency of the A-Stage process, which is referred to as carbon recovery efficiency (Cao et al., 2020) or carbon harvesting efficiency (Rahman et al., 2016). COD_eff is the fraction of influent COD that leaves A-Stage to the next unit treatment process. Typically, COD_min is calculated using this equation, i.e., to close the mass balance, whereas the rest of the parameters are measured.

All studies that reported mineralization rates are presented in Table 3. Jimenez et al. (2015) concluded that the operational parameter with the highest influence on mineralization is the SRT, as longer SRT resulted in more mineralisation of COD. However, even under comparable SRTs, there is a substantial variation across different studies of the influent COD lost to the atmosphere as CO_2. These variations are possibly due to varying composition of influent COD, MLSS concentration, temperature in the reactor and other uncontrolled process operational parameters (Kinyua et al., 2017a). Influent COD fractions can play a major role on carbon redirection. If we consider that (1) the particulate COD fraction is mostly removed by primary settling linked to the efficiency of the settling system in the A-Stage process, (2) the soluble fraction is mostly linked to the bacterial assimilation and growth, and (3) the colloidal matter fraction is removed by biosorption on bacterial material and EPS, therefore the carbon redirection of an influent rich in particulate COD will be limited by the settling capacity, a effluent rich in colloidal COD will be limited by EPS production and collision probability with biomass and an effluent rich in soluble COD by the bacterial growing conditions.

Table 3 presents also the recovery rate of the sludge reported in the original research studies on classical A-Stage. Jimenez et al. (2015) reported a trend of decreasing recovery as SRT increased from 0.3 days to 2 days, which is in contradiction with the study of Kinyua et al. (2017a), much like for the opposing trends between the two studies observed for mineralisation rates. In the majority of published studies, SRT of 0.3 days seems to be the optimal SRT to maximise the capture of influent COD as sludge, even though it is largely variable and most likely dependant on other operational parameters and nature of organic matter present in influent wastewater. The optimal recovery value reaches 50% of the influent COD. By considering the different pathway of COD in A-Stage, several studies concluded that there is a threshold with an SRT ranging between 0.2 and 0.4 enabling to maximize carbon capture (Jimenez et al., 2015; Rahman et al., 2020).

2.2.2. Influence of DO and HRT on COD mass balance

DO has a key role in bacterial metabolism and settling efficiency. With regard to carbon mineralisation, several studies have shown that a balance has to be found between low DO level (< 0.5 mg·L^{-1}) where bacterial growth, EPS production and settling efficiency are limited and high DO conditions (>1.5–2 mg·L^{-1}) where mineralisation level and energy consumption are too high (Kinyua et al., 2017a, 2017b; Jimenez et al., 2015).

Far fewer studies reported the impact of HRT on the COD recovery potential of A-Stage processes. Jimenez et al. (2015) investigating HRTs from 10 min to 60 min, concluded that a HRT of 30 min as optimal beyond which negligible increase in tCOD and sCOD removal were observed. A similar conclusion was reached by De Graaff et al. (2016) carrying out aerated jar tests on A-Stage sludge from full-scale plants. The authors observed that 15 min contact time (including the return stream) is sufficient for most sCOD removal. Guven et al. (2017) measured the impact of HRTs of 130, 95 and 60 min and found that the shortest HRT resulted in highest tCOD recovery in the sludge and lowest effluent TSS. The effect of HRT on COD recovery is considerable: if too short (less than 30 min) the contact time between the biomass and the substrate reduces the production of EPS and the overall COD removal decreases, if too long (generally larger than 1–1.5 h), the carbon capture is not maximized and mineralisation becomes too high.

Table 3
Reported mineralization and recovered sludge (as% of influent COD) in pilot- and demonstration-scale investigations.

SRT (days)	0.1	0.3	0.5	1.0	2.0
	Mineralization / recovered sludge (as % of influent COD)				
(Jimenez et al., 2015)	14 / 31	N/A / 48	37 / 42	N/A / 29	67 / 23
(Kinyua et al., 2017a)		23 / 46	22 / 56		
(Cao et al., 2020)			24 / 41		
(Rahman et al., 2019)		23 / 43			
(Guven et al., 2017)		23 / 38			

2.2.3. Nutrients removal in A-Stage

Capturing nutrients represents another benefit of an A-Stage process and is mostly linked to assimilation during bacterial growth combined with capture into WAS. Average removal rate ranging from 15 to 27% TN and 13–38% TP have been reported (Rahman et al., 2020). This could represent an interesting energy reduction in the downstream nutrient removal system. The SRT was observed to be a major factor influencing N removal with an increase of TN removal going from 22% at 0.5 d up to 49% at a 3 d (Ge et al., 2017). The same pattern was observed for TP removal going from ~15% at SRT< 1d up to 34% at 3 d SRT (Ge et al., 2017). Increasing the SRT improves the yield and therefore assimilation of nutrients but at the same time increases the mineralisation of COD (> 60% at a 3 d SRT). Therefore, the overall mass balance has to be considered to target the treatment strategy by either favouring carbon capture or nutrients removal. Typically, full-scale plants add metal salts in A-Stage to achieve additional TP removal (see Section 2.3).

2.2.4. Role of EPS

EPS are microbial secretions and products of cellular lysis or hydrolysis. They are negatively charged and make up 50–80% of organic fraction in activated sludge. Proteins (PN) and polysaccharides (PS or carbohydrates) are its main constituents, making up 78–80% of EPS with the rest being other organic fractions such as humics, nucleic acids, lipids, etc., (Dignac et al., 1998). The EPS concentration present in the sludge is naturally a function of various operating parameters including SRT and DO levels as well as influent characteristics (Faust et al., 2014).

It is hypothesized that both quantity and nature of EPS can play an important role in biosorption of colloidal and particulate matter into the activated sludge floc matrix in A-Stage systems. Table 4 presents the quantity of total EPS reported in different A-Stage systems as a function of SRT at comparable DO levels. Two studies (Jimenez et al., 2015; Rahman et al., 2016) used the cation exchange resin (Frølund et al., 1996) method for EPS extraction, whereas the rest of the studies, which are more recent, used the heat extraction method (Li and Yang, 2007). As of yet, no standard method or protocol for EPS measurement in activated sludge exists, making it challenging to compare and interpret the results meaningfully.

Table 4 presents EPS measured in the mixed liquor in A-Stage. In addition to the large heterogeneity in the total EPS found across the

Table 4
EPS measured in A-Stage sludge, varying SRT and DO conditions (Total EPS mg COD· g VSS^{-1}).

		SRT (days)				
	DO (mg·L^{-1})	0.16	0.3	0.5	1.5	2.0
(Jimenez et al., 2015)[a,1]	*1.0*		50	105		125
(Rahman et al., 2016)[a,2]	*1.0*	230		308		367
(Van Winckel et al., 2019)[a,1]	*N/A.*				90	
(Kinyua et al., 2017a)[b,1]	*1.0*		227	200		
(Rahman et al., 2019)[b,1]	*0.5*	165	123			

a: Cation Exchange Resin method; b: Heat extraction method; 1: Raw wastewater as influent; 2: CEPT effluent; N/A: not available.

studies, their trend with respect to varying SRTs is also different depending on studies. Jimenez et al. (2015) observed increasing EPS concentrations with increasing SRTs, which concurs with Rahman et al. (2016). However, Kinyua et al. (2017a) and Rahman et al. (2019) observed the opposite trend studying two SRTs of 0.28 and 0.56 days, as well as 0.16 and 0.3 days respectively. Apparent differences in the reported values may be linked to measurement protocols as well as influent characteristics, MLSS concentrations, F/M ratio and other uncontrolled parameters. With regards to the capture of pCOD and cCOD, Jimenez et al. (2015) reported increasing EPS concentration increased their capture, whereas Kinyua et al. (2017a) found no correlation. More research is therefore needed to establish the part played by EPS – their total quantity and their nature, in aiding organic matter capture through biosorption. EPS production is believed to improve carbon capture through colloidal COD capture mostly, although contradictory results have been published. Maybe the following hypothesis can be formulated: Tightly Bound (TB) fraction to the biological material can favour colloidal matter biosorption and settling, whereas Loosely Bound (LB) fraction EPS in suspension are more difficult to settle and can decrease the overall COD removal efficiency.

2.2.5. Settling characteristics

Settling is most commonly characterized by a measurement of Sludge Volume Index (SVI) following APHA (2005) which considers settling over 30 min. Table 5 presents the SVI reported in various A-Stage studies. Most studies report good (SVI < 150 mL· g TSS^{-1}) settling of A-Stage sludge with SVI values between 30 and 80 mL· g TSS^{-1} even across varying SRTs from 0.3 days to 1.5 days. Comparing SVIs across a large range of SRTs, Ngo and Massoudieh (2021) show a sharp peak SVI of around 550 mg·L^{-1} for an SRT of approx. 3 days, with SVIs below 100 mg·L^{-1} for SRTs below 2 days. However, a low SVI alone is not a sufficient criterion to judge the clarifier performance in an A-Stage: the TSS concentrations of the supernatant can still be unusually high, as observed by Guven et al. (2020) who reported an SVI < 50 mL· g TSS^{-1}, but effluent TSS concentrations higher than 150 mg·L^{-1}. This represents particulate and colloidal COD that could have been redirected to the waste sludge, but is instead "lost" in the effluent. This might be a consequence of the characteristics of the A-Stage mixed liquor where very small flocs are formed and sometimes not settling leading to high TSS concentration in the supernatant, the settled sludge could be made of particulate COD mostly.

Studying the impact of HRT, Guven et al. (2017) concluded that in addition to improving the % COD recovered as sludge, the SVI also improved from HRT of 60 min compared to that of 130 min. Similarly, Rahman et al. (2019), Van Winckel et al.(2019) and Wett et al. (2020) all reported SVI between 50 and 90 mL·g TSS^{-1}, which is lower than that of conventional activated sludge, where SVIs lower than 150 mg·L^{-1} is considered a fair value (Von Sperling, 2015). This contrasts with the findings of the review of Sancho et al. (2019), where poor settling of A-Stage sludge is mentioned as the drawback that prevented a wider adaptation of A/B processes worldwide. In Kinyua et al. (2017a), overall lower SVI values at shorter SRT (0.3 days) could be due to the washout of filamentous organisms, the impact of DO was pronounced at higher SRT, presumably due to differences in types of filamentous organisms.

Table 5
Settling properties of A-Stage sludge SVI30 [mL· g TSS^{-1}].

Refs.	Study conditions	SRT (days) 0.3	0.6	1.5
(Guven et al., 2017)	HRT = 130 min	29		
	HRT = 60 min	18		
(Kinyua et al., 2017a)	DO = 0.5 mg·L^{-1}	76	155	
	DO = 1.5 mg·L^{-1}	72	109	
(Rahman et al., 2019)		88		
(Van Winckel et al., 2019)				88
(Wett et al., 2020)			50 – 80	

Research on conventional activated sludge indicated links between the composition of EPS of the sludge and its settling characteristics (Li and Yang, 2007). This method further characterizes EPS as LB fraction and TB fraction by stepwise extraction. The fractions are then analysed for their COD, protein content (PN) and polysaccharide content (PS). Two studies (Kinyua et al., 2017a; Van Winckel et al., 2019) adopting this method for EPS extraction and characterization, explored a relation between settling and various A-Stage systems but did not find a conclusive relation between settling performance and EPS – neither total quantity nor its quality (such as PN/PS ratio). This could be intrinsically linked to the role of EPS in the capture of colloidal and particulate matter in the A-Stage reactor, as discussed in 2.2.4.

New metrics to characterize settling such as Limit of Stokesian settling (LOSS) (Mancell-Egala et al., 2016) and Threshold of Flocculation (TOF) (Mancell-Egala et al., 2017) were developed to overcome the limits of established solids flux theory. LOSS is the solids concentration of the sludge at which flocculent settling (Stokesian) transitions into hindered (non-Stokesian) settling, while TOF is the concentration limit to induce floc formation and consequently transition from discrete to flocculent settling. TOF is hence a measure of particle collision efficiency. It is hypothesized that if the mixed-liquor solids concentration is between LOSS and TOF, the clarifier performance is optimized with minimal TS loss in the effluent. Developing on this approach, very recent research (Ngo et al., 2021; Ngo and Massoudieh, 2021) proposes a relation between TOF and effluent suspended solids (via flocculent settling coefficient – r_p) and a second relation between EPS and TOF. This marks a first attempt in describing a relation between EPS content and effluent suspended solids, albeit indirectly. As these parameters and approaches were only recently introduced, little information is available in literature to validate the hypotheses.

In conclusion, it is challenging to predict the settling properties and effluent quality of A-Stage and certainly more research is needed to explore the links between quantity and properties of EPS and settling characteristics. Apart from TOF, LOSS and EPS measurement, other investigations could be performed to evaluate sludge settleability, including microscopic ones, measure of floc resistance to shear stress and measure of zeta potential of the flocs. To our knowledge, these investigations have never been applied to A-Stage mixed liquor.

2.2.6. Valorisation potential of A-Stage sludge

The most common valorisation pathway of the produced sludge is via anaerobic digestion to produce biogas, which is mainly a mixture of CH_4 and CO_2. The produced energy can offset the plant's own energy requirement or it can be sold. Biochemical Methane Potential (BMP) is a measure of cumulative methane produced as the organic matter in the sample degrades under anaerobic conditions. It is crucial in getting an insight into design parameters for anaerobic digesters (Holliger et al., 2016).

Table 6 presents the BMP from various A-Stage studies expressed as

Table 6
Bio-Methane Potential of A-Stage sludge.

Refs.	BMP[NmL $CH_4 g^{-1}$ VS]	*Comments*
(Cao et al., 2020)	**359**	Demonstration scale study (274 $m^3 \cdot h^{-1}$) with 0.5 day SRT, DO < 0.3 mg·L^{-1} and 30 min HRT; 500 mL bottles used for BMP.
(Choo-kun, 2015)	**335**	Pilot scale (2 $m^3 \cdot h^{-1}$) with DO = 0.5 mg·L^{-1} and 30 min HRT. 5 L reactor used for BMP.
(Taboada-Santos et al., 2020)	**295**	Lab scale study (0.5 L·h^{-1}) with DO = 3–3.5 mg·L^{-1} and 2 h HRT; 2 L reactor used for BMP.
(Trzcinski et al., 2016)	**460**	Pilot scale (42 $m^3 \cdot h^{-1}$) with SRT 0.5 day, DO = 0.3 mg·L^{-1} and 30 min HRT; 500 mL bottles used for BMP.

produced volume of methane under normal conditions of temperature and pressure, normalized to the amount of volatile solids introduced (NmL CH_4·g VS^{-1}). Choo-kun (2015) compared the BMP of sludge from primary settling, A-Stage, and a long sludge age process and found that A-Stage sludge had the higher BMP of 335 NmL CH_4/g VS, compared to 290 NmL CH_4 g VS^{-1} and 220 NmL CH_4 g VS^{-1} for primary sludge and secondary sludge from extended aeration, respectively. Hence, the BMP of A-Stage sludge is not so different from primary sludge. Other studies have reported BMP values in the same range, but comparison between studies is difficult as the influent wastewater characteristics – both quantity and quality of organic matter – can vary widely. The wide range reported by Trzcinski et al. (2016) shows the influence of intraday variations and high oil and grease content in the influent. Few energy recovery indices were proposed, such as Methane Recovery Index and Energy Recovery Index (Rey-Martínez et al., 2021). These indices are useful in comparing the overall recovery potential of different A-Stage systems, however not enough information is available to calculate these indices for studies summarized in Table 6.

Another emerging valorisation pathway of the concentrated organics stream is the production of high value biopolymers such as Polyhydroxyalkanoates (PHA) that can be used to produce bioplastics. However, regulatory barriers and public acceptance of such products are of concern. Further research is required to make biopolymer production from waste sludge economically viable compared to plastics produced from fossil fuels (Gherghel et al., 2019).

2.3. Full-Scale performance

In the 1970s and 1980s, A/B process has been successfully implemented in full-scale plants in some European countries especially in the Netherlands, Germany and Austria. As mentioned in Introduction, the emergence of more stringent effluent requirements on nitrogen led to a decline in A/B systems, with some of them being reconfigured to CAS due to lack of organic carbon for achieving the required denitrification. The information that was found on existing full-scale A-Stage/HRAS implementation is summarized in Table 7.

It can be noted that A-Stage has been implemented in large to very large treatment plants. In the case of the Nieuwveer plant which was originally built in 1976 and refurbished to A/B process in 1992, its original primary settlers were used as A-Stage settlers. The Vienna WWTP was undergoing an upgrade (at the time of publication of Kroiss and Klager 2018), however the existing PSTs were retained in the process scheme, and A-Stage treats PST effluent. The Vienna strategy is not a conventional A/B process as defined in our review but presents an interesting strategy by using a two-stage activated sludge with an HRAS receiving nitrates. Likewise, the Blue Plains plant also utilises A-Stage (HRAS) technology after a primary treatment step, in this case a CEPT process. All full-scale plants dose metal salts for phosphorus precipitation in the aeration tank, but concentrations used are not provided for any of them in the available literature. Without the concentrations of metal salts used, it is difficult to evaluate the effect of metal salt addition on COD valorisation efficiency and on settling. Wett et al. (2020) observed no improvement in COD removal or settling performance up to a molar ratio of metal/P of 0.5.

Table 7
Summary of full-scale A-Stage installations and carbon capture full-scale plants.

Location	Year Operational	Design max Capacity (P.E)	Details on A-Stage	Refs.
Nieuwveer, NL	1992	440 000	3 500 m^3 plug flow tank	(De Graaff et al., 2016)
Dokhaven, NL	1988	564 000	4 800 m^3 plug flow tank	
Utrecht, NL	1976	480 000	3 750 m^3 CSTR**, square	
Garmerwolde, NL	2006	375 000	2 760 m^3 CSTR round	
Strass, AT	1999	200 000	644 m^3 CSTR	(Wett et al., 2020)
Vienna, AT	2020	4 000 000	N/A*	(Kroiss and Klager, 2018)
Blue Plains, Washington D.C., US	1969	8 700 000#	N/A	(Rahman et al., 2016)

calculated based on 0.2 L per P.E.
*N/A = not available.
**CSTR = Continuous-flow Stirred Tank Reactor.

Most of the publications presenting full-scale investigations focus on A-Stage and carbon removal strategy, few elements are provided on the B-Stage. The strategy presented at the Vienna plant rely on a full nitrification/denitrification process and an optimisation of carbon capture enabling enough redirection to perform full denitrification. Few options are available and rely on either full nitrification (in case no restriction are applied) or PNA processes. Recent reviews have shown that PNA processes are not completely mature for mainstream application; to our knowledge, no full-scale success stories have been reported. Challenges remain at several levels including implementing an intelligent control of partial nitrification, exploring the molecular biological mechanism of NOB selective inhibition and strengthening of pre-treatment process for partial nitrification (Wang et al., 2021).

Energy consumption data on A-Stage is not available for most plants, but it was reported as 0.17 and 0.10 kWh· kg $COD_{removed}^{-1}$ for Dokhaven and Utrecht, respectively (De Graaff et al., 2016). It is higher than the 0.08 kWh· kg $COD_{removed}^{-1}$ (calculated) reported by Wett et al. (2020). Little knowledge is available on the dynamic performance of the A-Stage process and how the drop in performance during rain events, or even sludge washout can be mitigated, which is a major drawback of A-Stage processes (Diamantis et al., 2014).

3. Discussion

3.1. Knowledge synthetized in models

Numerical models are made for representing reality in a more or less simplified way and are very useful when comparing different treatment configurations. In addition, they embed the current knowledge associated to a specific process. As far as short residence time processes such as A-Stage are concerned, modifications to 'historical' activated sludge models (ASM) were required. Widely used models like ASM1 are not suitable for systems with short residence times (< 2 days) as first recognized by Haider et al. (2003), since the biodegradable fractions of organic matter was modelled as a single substrate and by a single removal kinetic (one Monod term), which is a valid assumption for sludge ages longer than 5 days. Moreover, these early models do not explicitly account for neither EPS production nor biosorption mechanisms, which play a key role in A-Stage process. These physico-chemical mechanisms were indeed not considered in the original ASMs, as they were not limiting for the considered sludge ages (>3 days in ASM1).

To model high-rate processes without increasing the complexity of the model, Smitshuijzen et al. (2016) modified ASM1 by introducing a factor ($f_{settler}$) that accounts for the fraction of biodegradable particulate matter that is captured by the A-Stage system. This factor accounts for both the efficiency of biosorption and the efficiency of separation in the settler in one term. It was estimated from data from the full-scale plant Dokhaven (Rotterdam, The Netherlands) including daily and seasonal variations to investigate the impact of rain events and changes in water temperature. The results show that the model was able to predict effluent total COD with a 10% error under steady-state conditions. The model was also able to describe the drop in COD removal in A-Stage

during winter months (temperatures of 10–12 °C) via dynamic simulations, which according to Smitshuijzen et al. (2016) is due to the decrease in heterotrophic activity at low temperatures rather than decrease in the efficiency of biosorption. Examining the data from another full-scale A-Stage plant, Wett et al. (2020) found the same relation of decreasing COD removal efficiency with decreasing temperatures. Contrarily, they argue that it cannot be explained by the Arrhenius effect on microbial growth and instead is rather by temperature sensitivity of biosorption reactions. It is clear that more research effort is needed to fully understand this relation. It can be however hypothesized that the decrease of temperature might reduce the frequency of collision between the colloidal matter and the floc / Tightly Bound EPS thus reducing biosorption. Lastly, it was reported that the Dokhaven plant uses iron salts for P-removal in A-Stage reactor (De Graaff et al., 2016), which was not mentioned in the context of the model development.

This simplified yet effective A-Stage model of Smitshuijzen et al. (2016) was further integrated into whole-plant modelling by Jia et al. (2020) in order to study the benefits and drawbacks of a coupled A-Stage/PNA (Partial Nitritation Anammox) system compared to a CAS system. The simulation results showed a trade-off between maximising COD capture for energy recovery and minimizing residual COD entering the autotrophic PNA reactor with operating conditions being an SRT of 0.3 to 0.5 days and DO of 0.3 to 0.5 $mg{\cdot}L^{-1}$. The study also found the A-Stage/PNA configuration led to an increase of 50% of COD recovery as sludge compared to a CAS plant, and 60% lower overall aeration energy, all the while meeting the EU discharge limits (EU Urban wastewater directive 91/271/EEC of 21 May 1991). In A-Stage/PNA configuration, the COD recovery is mostly linked to the A-Stage sludge, contribution of B-Stage sludge has been estimated as to a maximum of 10–12% of COD redirection (Wan et al., 2016)

Nogaj et al. (2015) developed a more mechanistic approach to model high-rate processes by introducing additional state variables to ASM1 model. On a single biomass population two substrates were considered – fast and slow biodegradable organic matter with fast biodegradable fraction being considered as VFA concentration in the influent. Influent COD was split into three subparts with colloidal COD being considered explicitly as an additional state variable, which is an upgrade compared to ASM1. EPS was also added as a state variable, along with storage products and sorption of colloidal substrate. Hauduc et al. (2019) built upon this model by adding a new fast growing biomass and a further fractionation of fast biodegradable organic matter into VFAs and other organic compounds. Flocculation of colloidal particles is a rate limiting process in A-Stage systems and thus was modelled explicitly as a function of EPS present in the biomass. Furthermore, as flocculation is sensitive to temperature and mixing intensities, an empirical factor (range 0–1) on flocculation rate was introduced to account for deflocculation processes. Finally, storage products are modelled to reflect lower mineralization rates observed in A-Stage, and it is supported by experimental observations by Kinyua et al. (2017b). This study measured PHA production yields at different SRTs (0.28 day and 0.56 day) and DO concentrations (0.5, 1.0 and 1.5 $mg{\cdot}L^{-1}$) without a dynamic feast-famine configuration. A maximum PHA concentration of 42 mg $COD{\cdot}gVSS^{-1}$ was found in the aerobic reactors at SRT of 0.28 days and DO of 1.0 $mg{\cdot}L^{-1}$ with a corresponding PHA yield of 1.20 g PHA COD $gVFA^{-1}$. PHA concentrations were always higher at the lower SRT in this study. Literature on storage product formation in A-Stage is scarce and more research is perhaps needed to further understand the contribution of storage and its influence on other operating parameters.

The new plant-wide model has the advantage of being valid in other biological process units with different operating conditions, without employing interface equations. It predicted low mineralization rates found in A-Stage systems. Colloidal concentrations in the effluent were also predicted thanks to explicit modelling of flocculation as a function of EPS content: the greater the quantity of EPS, the higher is the portion of captured colloids to form particulates. However, the bio-kinetic model can be quite sensitive to influent characterization, as it demands many fractions that are generally not measured – such as VFA and biomass concentration.

Moreover, in all the models, settling is still considered as an empirical process whereas due to the weakness of A-Stage flocs, floc disturbance at the inlet structure of A-Stage clarifier might have a big impact on its efficiency (Solon et al., 2019). Recent research by Ngo et al. (2021) attempts at predicting effluent concentrations by means of an empirical function using experimentally determined TOF value. They further developed this approach to link EPS characteristics and TOF (Ngo and Massoudieh, 2021). As EPS had already been included in the model as a function of operating parameters, the authors were able to predict effluent solids concentrations as a function of process conditions. Since this approach is very recent, there are no comparable studies in literature. Overall, more effort is needed to gain a clearer insight into floc formation processes, their dependence on temperature and mixing intensity within A-Stage systems and finally settling phenomena of A-Stage sludge. Implementing a strategy to improve floc densification in A-Stage could represent an interesting research topic such as hydrocyclone-based wasting to achieve SVI improvements (Regmi et al., 2022) and/or use of bio-sourced polymeric substances.

3.2. Design recommendations

Based on the present review, optimal ranges for operating parameters of an A-Stage system are presented in Table 8. The parameters suggested may need to be adjusted based on the influent conditions, reactor configurations and other site-specific conditions, but provide a starting point based on consensus values in the available literature.

Optimal operating parameters ultimately depend on the objective of A-Stage, which is most often to maximise COD_valo, but depending on the downstream processes, it could have an additional constraint on COD/N ratios of A-Stage effluent (Miller et al., 2016). To maintain the DO at 0.5 $mg{\cdot}L^{-1}$, most often aeration is provided by compressed air through diffusers at the bottom of the reactor. The ratio of oxygen transfer efficiency under process conditions compared to fresh water is referred to as α-factor, which is an important design parameter. Based on long-term studies, α-factor of A-Stage was determined to be 0.45 (Schwarz et al., 2021) under dry weather flow, which is similar to the factor suggested by Kroiss and Klager (2018) or for non-nitrifying CAS systems (Gillot and Héduit, 2008). Typical reported α-factor for CAS is in the range 0.60 to 0.75 for nitrifying systems, higher α-factor of 0.8 was found for B-Stage (Schwarz et al., 2021), which is attributed to the removal of surfactants and other inhibitors in the A-Stage. In high-loaded systems such as A-Stage reactors, constituents that hamper oxygen transfer – surfactants in particular - are indeed less degraded than in CAS, thus reducing oxygen transfer efficiency (Gillot and Heduit, 2008; Bencsik et al., 2022).

A sludge extraction control based on maintaining a constant MLSS concentration in the reactor was found to be optimal to buffer diurnal variations in influent COD concentrations (Miller et al., 2017). In the matter of separation unit design or sizing, little to no information is available in the literature. The clarifier to reactor volume ratio varies widely from 0.5 to 7 in the studies reviewed (see Table S2 supplementary material).

Table 8
Suggested operating and design parameters based on this review.

Parameter	Suggested value based on this review
HRT	30 min
SRT	0.3 - 0.5 days
DO	0.5 $mg{\cdot}L^{-1}$
MLSS	2–3 $g{\cdot}L^{-1}$
Recirculation rate	0.5 - 1
Waste strategy / Sludge extraction	Target MLSS based control

4. Conclusions and need for further research

The growing interest in recovering resources in municipal wastewater led to a resurgence in the interest in the A-Stage process technology, owing to its capacity to recover influent organic carbon and ease of integration into existing WWTPs. Recent research summarized in this review recognised EPS production and biosorption, including intracellular storage, as the dominant bio-chemical mechanisms involved in this technology. Key operational parameters that drive the process efficiency were also pointed out, as well as the observed limitations:

- To maximise the redirection of influent COD to the sludge flux, SRT was found to be the key parameter with an optimal value of 0.3 days. HRT and DO levels are also important operational parameters, with target values of 30 min and 0.5 $mg{\cdot}L^{-1}$, respectively.
- Optimal performances show a redirection of up to 50% of the influent COD to the sludge flux, while the mineralization can be kept below 25% of the influent COD.
- Published full-scale applications show a great variability in the observed performance that cannot be explained through the current knowledge on bio-chemical mechanisms.

Being a short retention time biological process, A-Stage is quite sensitive to fluctuating concentrations of COD in the influent. Especially in the case of a municipal plant receiving influent from a combined or a semi-separative sewer system, rain-induced dilution can destabilize the process that leads to a drop in performance and can even lead to sludge washout.

Challenges remain over the wide spread adoption of A-Stage technology despite its natural advantage over other similar processes such as CEPT that require expensive chemicals to operate. The following have been principally identified:

- A better understanding of A-Stage performances requires further research on the operating parameters affecting them; especially temperature and mixing that are overlooked in the literature.
- Continuing the effort to better understand liquid-solid separation efficiency is also mandatory, starting with a better description of separation units in A-Stage related publications. The relationship between biosorption and settling phenomena should be further investigated in a holistic manner.
- Conceptualisation of biosorption mechanism in numerical models can help accelerate research in this domain. This necessitates the characterization of new state variables and a finer influent fractionation.
- Observed impact on influent dilution calls for mitigation or avoidance strategies that might be useful to define the operating range of the system and especially to handle wet weather flows.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

Data will be made available on request.

Acknowledgements

This work resulted from the collaborative project CAPTURE led by INRAE REVERSAAL. We thank the Agence de l'Eau Rhône Méditerranée Corse for their funding under the grant number 2018 0685. This work was performed within the framework of the EUR H2O'Lyon (ANR-17-EURE-0018) of Université de Lyon (UdL), within the program "Investissements d'Avenir" operated by the French National Research Agency (ANR).

Supplementary materials

Supplementary material associated with this article can be found, in the online version, at doi:10.1016/j.watres.2022.119044.

References

APHA, 2005. Standard Methods For the Examination Ofwater Andwastewater, 21st ed. Am. Public Heal. Assoc. Water Work. Assoc. Water Environ. Fed., Washington DC.

Bencsik, D., Takács, I., Rosso, D., 2022. Dynamic alpha factors: prediction in time and evolution along reactors. Water Res. 216 https://doi.org/10.1016/j.watres.2022.118339.

Böhnke, B., 1977. Das Adsorptions-Belebungsverfahren. Korrespondenz Abwasser 2, 33–42. In German.

Cao, S., Lu, D., Phua, K.M., Yan, W., Le, C., Tao, G., Zhou, Y., 2020. Organics transformation and energy production potential in a high rate A-Stage system: a demo-scale study. Bioresour. Technol. 295 https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122300.

Choo-kun, M., 2015. Intégration de la méthanisation des boues dans une filière alternative de traitement des eaux usées basée sur le procédé A /B : vers la station d ' épuration à énergie positive To cite this version : HAL Id : tel-01417804 Intégration de la méthanisation. Thesis 1–164.

Coats, E.R., Vandevoort, K.E., Darby, J.L., Loge, F.J., 2011. Toward Polyhydroxyalkanoate Production Concurrent with Municipal Wastewater Treatment in a Sequencing Batch Reactor. System 137, 46–54. https://doi.org/10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0000302.

Dai, W., Xu, X., Yang, F., 2018. High-rate contact stabilization process-coupled membrane bioreactor for maximal recovery of organics from municipal wastewater. Water (Switzerland) 10. https://doi.org/10.3390/w10070878.

De Graaff, M.S., Van Den Brand, T.P.H., Roest, K., Zandvoort, M.H., Duin, O., Van Loosdrecht, M.C.M., 2016. Full-scale highly-loaded wastewater treatment processes (A-Stage) to increase energy production from wastewater: performance and design guidelines. Environ. Eng. Sci. 33, 571–577. https://doi.org/10.1089/ees.2016.0022.

Diamantis, V., Eftaxias, A., Bundervoet, B., Verstraete, W., 2014. Performance of the biosorptive activated sludge (BAS) as pre-treatment to UF for decentralized wastewater reuse. Bioresour. Technol. 156, 314–321. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.061.

Dignac, M.F., Urbain, V., Rybacki, D., Bruchet, A., Snidaro, D., Scribe, P., 1998. Chemical description of extracellular polymers: implication on activated sludge floc structure. Water Sci. Technol. 38, 45–53. https://doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00676-3.

Faust, L., Temmink, H., Zwijnenburg, A., Kemperman, A.J.B., Rijnaarts, H.H.M., 2014. Effect of dissolved oxygen concentration on the bioflocculation process in high loaded MBRs. Water Res. 66, 199–207. https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.08.022.

Frølund, B., Palmgren, R., Keiding, K., Nielsen, P.H., 1996. Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. Water Res. 30, 1749–1758. https://doi.org/10.1016/0043-1354(95)00323-1.

Ge, H., Batstone, D.J., Mouiche, M., Hu, S., Keller, J., 2017. Nutrient removal and energy recovery from high-rate activated sludge processes – impact of sludge age. Bioresour. Technol. 245, 1155–1161. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.115.

Gherghel, A., Teodosiu, C., De Gisi, S., 2019. A review on wastewater sludge valorisation and its challenges in the context of circular economy. J. Clean. Prod. 228, 244–263. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.240.

Gillot, S., Héduit, A., 2008. Prediction of alpha factor values for fine pore aeration systems. Water Sci. Technol. 57, 1265–1269. https://doi.org/10.2166/wst.2008.222.

Gu, J., Yang, Q., Liu, Y., 2018. Mainstream anammox in a novel A-2B process for energy-efficient municipal wastewater treatment with minimized sludge production. Water Res. 138, 1–6. https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.02.051.

Gu, J., Zhang, M., Liu, Y., 2020. Bioresour. Technol. A review on mainstream deammonification of municipal wastewater: novel dual step process 299, 1–8. doi:10.1016/j.biortech.2019.122674.

Guven, H., Dereli, R.K., Ozgun, H., Ersahin, M.E., Ozturk, I., 2019. Towards sustainable and energy efficient municipal wastewater treatment by up-concentration of organics. Prog. Energy Combust. Sci. 70, 145–168. https://doi.org/10.1016/j.pecs.2018.10.002.

Guven, H., Ersahin, M.E., Dereli, R.K., Ozgun, H., Sancar, D., Ozturk, I., 2017. Effect of hydraulic retention time on the performance of high-rate activated sludge system: a pilot-scale study. Water. Air. Soil Pollut. 228 https://doi.org/10.1007/s11270-017-3598-8.

Guven, H., Fakioglu, M., Sinop, I., Ozturk, I., 2020. Retrofitting of five preliminary wastewater treatment plants in Istanbul (Turkey) to high-rate activated sludge system and/or post oxidation. Ozone Sci. Eng. 42, 255–266. https://doi.org/10.1080/01919512.2019.1654362.

Haider, S., Svardal, K., Vanrolleghem, P.A., Kroiss, H., 2003. The effect of low sludge age on wastewater fractionation (SS, SI). Water Sci. Technol. 47, 203–209.

Hauduc, H., Wadhawan, T., Takacs, I., Al-Omari, A., De Clippeleir, H., Wett, B., Jimenez, J., Rahman, A., 2019. Colloids, flocculation and carbon capture - a

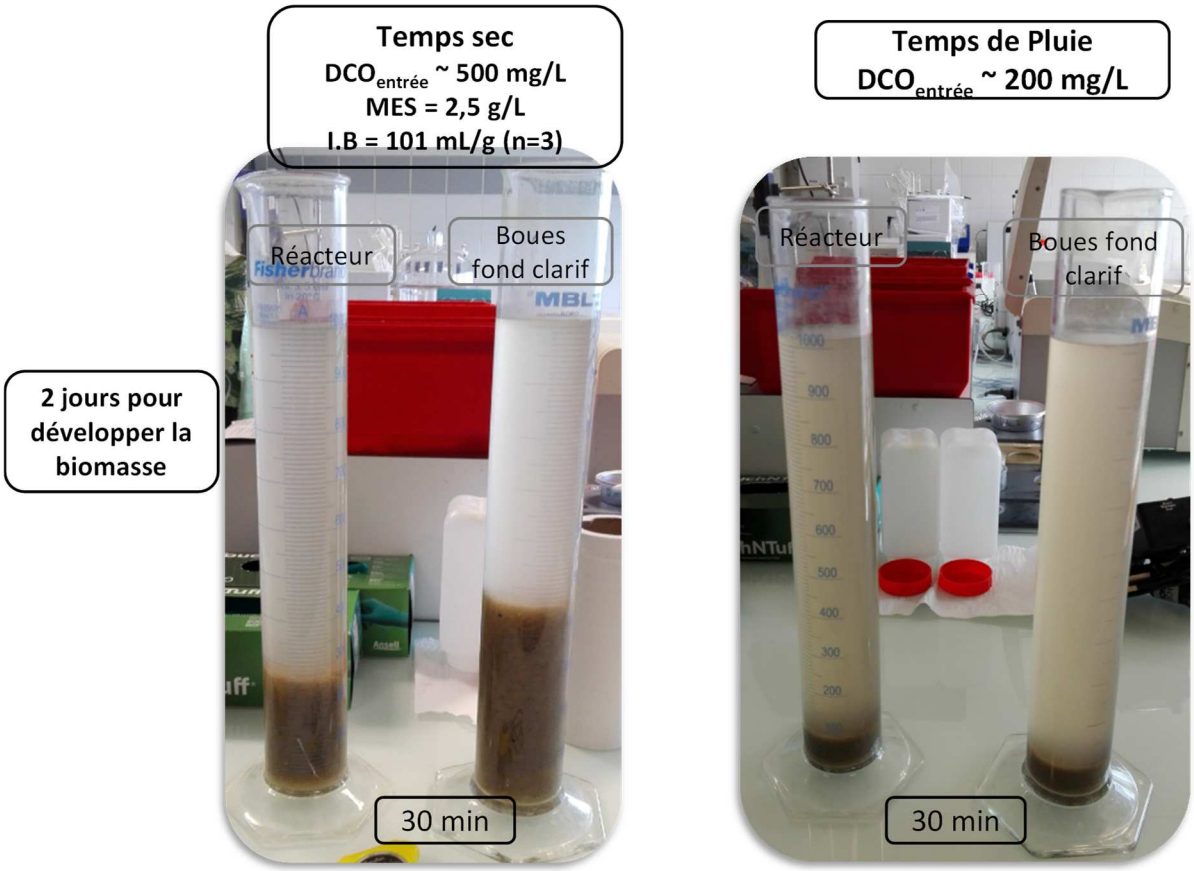
comprehensive plant-wide model. Water Sci. Technol. 79, 15–25. https://doi.org/10.2166/wst.2018.454.
Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière, P., Carballa, M., De Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J.C., De Laclos, H.F., Ghasimi, D.S.M., Hack, G., Hartel, M., Heerenklage, J., Horvath, I.S., Jenicek, P., Koch, K., Krautwald, J., Lizasoain, J., Liu, J., Mosberger, L., Nistor, M., Oechsner, H., Oliveira, J.V., Paterson, M., Pauss, A., Pommier, S., Porqueddu, I., Raposo, F., Ribeiro, T., Pfund, F.R., Strömberg, S., Torrijos, M., Van Eekert, M., Van Lier, J., Wedwitschka, H., Wierinck, I., 2016. Towards a standardization of biomethane potential tests. Water Sci. Technol. 74, 2515–2522. https://doi.org/10.2166/wst.2016.336.
IWA, 2016. The IWA Principles for Water Wise Cities, 2nd edition. International Water Association, London, United Kingdom. https://iwa-network.org/wp-content/uploads/2016/10/IWA_Brochure_Water_Wise_Communities_SCREEN-1.pdf. (accessed 04/07/2022).
Jia, M., Solon, K., Vandeplassche, D., Venugopal, H., Volcke, E.I.P., 2020. Model-based evaluation of an integrated high-rate activated sludge and mainstream anammox system. Chem. Eng. J. 382, 122878 https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122878.
Jimenez, J., Miller, M., Bott, C., Murthy, S., De Clippeleir, H., Wett, B., 2015. High-rate activated sludge system for carbon management - evaluation of crucial process mechanisms and design parameters. Water Res. 87, 476–482. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.07.032.
Kinyua, M.N., Elliott, M., Wett, B., Murthy, S., Chandran, K., Bott, C.B., 2017a. The role of extracellular polymeric substances on carbon capture in a high rate activated sludge A-stage system. Chem. Eng. J. 322, 428–434. https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.04.043.
Kinyua, M.N., Miller, M.W., Wett, B., Murthy, S., Chandran, K., Bott, C.B., 2017b. Polyhydroxyalkanoates, triacylglycerides and glycogen in a high rate activated sludge A-stage system. Chem. Eng. J. 316, 350–360. https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.01.122.
Koumaki, E., Noutsopoulos, C., Mamais, D., Fragkiskatos, G., Andreadakis, A., 2021. Fate of emerging contaminants in high-rate activated sludge systems. Int. J. Environ. Res. Public Health 18. https://doi.org/10.3390/ijerph18020400.
Kroiss, H., Klager, F., 2018. How to make a large nutrient removal plant energy self-sufficient. Latest upgrade of the Vienna Main wastewater treatment plant (VMWWTP). Water Sci. Technol. 77, 2369–2376. https://doi.org/10.2166/wst.2018.159.
Li, X.Y., Yang, S.F., 2007. Influence of loosely bound extracellular polymeric substances (EPS) on the flocculation, sedimentation and dewaterability of activated sludge. Water Res. 41, 1022–1030. https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.06.037.
Mamais, D., Jenkins, D., Prrr, P., 1993. A rapid physical-chemical method for the determination of readily biodegradable soluble COD in municipal wastewater. Water Res. 27, 195–197. https://doi.org/10.1016/0043-1354(93)90211-Y.
Mancell-Egala, W.A.S.K., Kinnear, D.J., Jones, K.L., 2016. Limit of stokesian settling concentration characterizes sludge settling. velocity 90, 100–110. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.12.007.
Mancell-Egala, W.A.S.K., Su, C., Takacs, I., Novak, J.T., Kinnear, D.J., Murthy, S.N., De Clippeleir, H., 2017. Settling regimen transitions quantify solid separation limitations through correlation with floc size and shape. Water Res. 109, 54–68. https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.10.080.
Mata, P., Ros, E., De Campos, P.C.M., Dapcich, V., Salvador, G., Ribas, L., Pérez, C., Aranceta, J., Serra, L., Carbajal, Á., Pinto, J., Farma, A., Roach, B., Braguinsky, J., col, Quesada, R.M.O.F.P.J.L.B.S.E.M., Heckman, J.J., Pinto, R., Savelyev, P.A., Mohamed, A., Hernández, J., 2021. IPPC citation. Angew. Chem. Int. Ed. 6 (11), 951–952, 1, 1–64.
McCarty, P.L., Bae, J., Kim, J., 2011. Domestic wastewater treatment as a net energy producer-can this be achieved? Environ. Sci. Technol. 45, 7100–7106. https://doi.org/10.1021/es2014264.
Miller, M.W., Elliott, M., DeArmond, J., Kinyua, M., Wett, B., Murthy, S., Bott, C.B., 2017. Controlling the COD removal of an A-Stage pilot study with instrumentation and automatic process control. Water Sci. Technol. 75, 2669–2679. https://doi.org/10.2166/wst.2017.153.
Miller, M.W., Regmi, P., Murthy, S., Wett, B., Bott, C.B., 2016. Combining high-rate activated sludge and shortcut nitrogen removal for efficient carbon and energy utilization. Proc. Water Environ. Fed. 2015, 1–11. https://doi.org/10.2175/193864715819559045.
Modin, O., Persson, F., Wilén, B.M., Hermansson, M., 2016. Nonoxidative removal of organics in the activated sludge process. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol. 46, 635–672. https://doi.org/10.1080/10643389.2016.1149903.
Ngo, K.N., Massoudieh, A., 2021. Extracellular polymeric substance composition forms the glue between process and clarifier models.
Ngo, K.N., Van Winckel, T., Massoudieh, A., Wett, B., Al-Omari, A., Murthy, S., Takács, I., De Clippeleir, H., 2021. Towards more predictive clarification models via experimental determination of flocculent settling coefficient value. Water Res. 190, 116294 https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116294.
Ni, B.-.J., Yu, H.-.Q., 2012. Microbial products of activated sludge in biological wastewater treatment systems: a critical review. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol. 42, 187–223. https://doi.org/10.1080/10643389.2010.507696.
Nogaj, T., Randall, A., Jimenez, J., Takacs, I., Bott, C., Miller, M., Murthy, S., Wett, B., 2015. Modeling of organic substrate transformation in the high-rate activated sludge process. Water Sci. Technol. 71, 971–979. https://doi.org/10.2166/wst.2015.051.
Rahman, A., De Clippeleir, H., Thomas, W., Jimenez, J.A., Wett, B., Al-Omari, A., Murthy, S., Riffat, R., Bott, C., 2019. A-Stage and high-rate contact-stabilization performance comparison for carbon and nutrient redirection from high-strength municipal wastewater. Chem. Eng. J. 357, 737–749. https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.09.206.
Rahman, A., Hasan, M., Meerburg, F.A., Jimenez, J.A., Miller, M.W., Bott, C.B., Al-Omari, A., Murthy, S., Shaw, A., De Clippeleir, H., Riffat, R., 2020. Moving forward with A-Stage and high-rate contact-stabilization for energy efficient water resource recovery facility: mechanisms, factors, practical approach, and guidelines. J. Water Process Eng. 36, 101329 https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101329.
Rahman, A., Meerburg, F.A., Ravadagundhi, S., Wett, B., Jimenez, J., Bott, C., Al-Omari, A., Riffat, R., Murthy, S., De Clippeleir, H., 2016. Bioflocculation management through high-rate contact-stabilization: a promising technology to recover organic carbon from low-strength wastewater. Water Res. 104, 485–496. https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.08.047.
Regmi, P., Sturm, B., Hiripitiyage, D., Keller, N., Murthy, S., Jimenez, J., 2022. Combining continuous flow aerobic granulation using an external selector and carbon-efficient nutrient removal with AvN control in a full-scale simultaneous nitrification-denitrification process. Water Res. 210, 117991 https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117991.
Rey-Martínez, N., Barreiro-López, A., Guisasola, A., Baeza, J.A., 2021. Comparing continuous and batch operation for high-rate treatment of urban wastewater. Biomass Bioenergy 149. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2021.106077.
Sancho, I., Lopez-Palau, S., Arespacochaga, N., Cortina, J.L., 2019. New concepts on carbon redirection in wastewater treatment plants: a review. Sci. Total Environ. 647, 1373–1384. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.08.070.
Schwarz, M., Behnisch, J., Trippel, J., Engelhart, M., Wagner, M., 2021. Oxygen transfer in two-stage activated sludge wastewater treatment plants. Water (Switzerland) 13. https://doi.org/10.3390/w13141964.
Smitshuijzen, J., Pérez, J., Duin, O., Loosdrecht, M.C.M., 2016. A simple model to describe the performance of highly-loaded aerobic COD removal reactors. Biochem. Eng. J. 112, 94–102. https://doi.org/10.1016/j.bej.2016.04.004.
Solon, K., Volcke, E.I.P., Spérandio, M., Van Loosdrecht, M.C.M., 2019. Resource recovery and wastewater treatment modelling. Environ. Sci. Water Res. Technol. 5, 631–642. https://doi.org/10.1039/c8ew00765a.
Taboada-Santos, A., Rivadulla, E., Paredes, L., Carballa, M., Romalde, J., Lema, J.M., 2020. Comprehensive comparison of chemically enhanced primary treatment and high-rate activated sludge in novel wastewater treatment plant configurations. Water Res. 169, 115258 https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.115258.
Trzcinski, A.P., Ganda, L., Kunacheva, C., Zhang, D.Q., Lin, L.L., Tao, G., Lee, Y., Ng, W. J., 2016. Characterization and biodegradability of sludge from a high rate A-Stage contact tank and B-stage membrane bioreactor of a pilot-scale AB system treating municipal wastewaters. Water Sci. Technol. 74, 1716–1725. https://doi.org/10.2166/wst.2016.346.
Van Winckel, T., Liu, X., Vlaeminck, S.E., Takács, I., Al-Omari, A., Sturm, B., Kjellerup, B. V., Murthy, S.N., De Clippeleir, H., 2019. Overcoming floc formation limitations in high-rate activated sludge systems. Chemosphere 215, 342–352. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.09.169.
Versprille, A.I., Zuurveen, B., Stein, T., 1984. The A-B process : a novel two. Water Sci. Technol. 17, 235–246.
Von Sperling, M., 2015. Activated sludge and aerobic biofilm reactors, Water Intell. Online. doi:10.2166/9781780402123.
Wan, J., Gu, J., Zhao, Q., Liu, Y., 2016. COD capture: a feasible option towards energy self-sufficient domestic wastewater treatment. Sci. Rep. 6, 1–9. https://doi.org/10.1038/srep25054.
Wang, J., Li, L., Liu, Y., Li, W., 2021. A review of partial nitrification in biological nitrogen removal processes: from development to application. Biodegradation 32, 229–249. https://doi.org/10.1007/s10532-021-09938-x.
Wett, B., Aichinger, P., Hell, M., Andersen, M., Wellym, L., Fukuzaki, Y., Cao, Y.S., Tao, G., Jimenez, J., Takacs, I., Bott, C., Murthy, S., 2020. Operational and structural A-Stage improvements for high-rate carbon removal. Water Environ. Res. 92, 1983–1989. https://doi.org/10.1002/wer.1354.

Annexe 3. Mesure de biodégradabilité des échantillons du projet CAPTURE

Type de boues	MS (g/L)	VS (g/L)	DCO (mg/L)	DBO5 (mg/L)	DBOultime (mg/L)	BMP (L_{CH4}/gVS)	fBCOD, aer	fBCOD, anaer
Procédé A				1845	2573			
Procédé A				2443	2967			
Procédé A				2176	2906			
Procédé A	6.9	6.2	10087			356		0.62
Procédé A	7.2	6.9	7380	3355	6276	336	1.00	0.90
Boues primaires	8.8	7.3	12053			376		0.65
Boues primaires				8146	10919			
Boues primaires + floculant biosourcé	2.8	2.4	4488	1656	2692	457	0.71	0.70
Boues primaires + floculant biosourcé			12970	5060	9145		0.83	
Boues primaires + floculant biosourcé	1.3	1.1	2176	665	858	354	0.46	0.51
Boues primaires + floculant biosourcé			12680	4730	8576		0.80	
Boues primaires + floculant biosourcé	1.5	1.1	1788	453	566	258	0.37	0.45
Boues primaires	2.1	1.8	4038	1074	1995	441	0.58	0.57
Boues primaires			14210	5575	10995		0.91	
Boues primaires	0.4	0.3	816	217	327	390	0.47	0.35
Boues primaires + FeCl3	3.5	2.8	5946	1791	3156	435	0.62	0.58
Boues primaires + FeCl4			10870	4365	8495		0.92	
Boues primaires + FeCl5	1.5	1.1	2266	625	798	379	0.41	0.51
Boues primaires + FeCl6		1.2	2334	823	1190	395	0.60	0.57
Boues primaires + polymère	4.2	3.4	6528	2043	3372	454	0.61	0.68
Boues primaires + polymère			12000	4838	8129		0.80	
Boues primaires + polymère	0.9	0.7	1780	358	510	438	0.34	0.50
Boues primaires + polymère	3.4	2.8	5790	1863	3211	435	0.65	0.61
Boues primaires + polymère			12530	4681	8324		0.78	
Boues primaires + polymère	1.1	0.9	2064	524	913	300	0.52	0.37
Procédé A	15.3	14.4	20000	10530	12459	229	0.73	0.47
Procédé A	15.0	12.0	15900	10386	12417	315	0.92	0.68
Boues primaires	13.8	11.2	20080	7783	11857	380	0.69	0.61
Boues primaires	16.3	13.2	26000	15011	17084	410	0.77	0.60

Annexe 4. Photos du dispositif de dégrillage situé sur l'installation pilote et photos de l'impact de l'apport de solides non maîtrisés sur le décanteur (probablement apport industriel qui aurait pu être partiellement retenu dans un système de prétraitement)

pb. fréquents : crépine colmatée; boues bloquées dans le carif

pb rares : effluents industriels ?

Annexe 5. Différence de la qualité de la liqueur mixte par temps sec et temps de pluie