



**HAL**  
open science

## Influence du pH sur la libération du phosphore accumulé dans les boues de surface d'un filtre planté de roseaux recevant des eaux usées traitées avec du FeCl<sub>3</sub>

Boram Kim, Mathieu Gautier, Alexandre Buet, Philippe Michel, Rémy Gourdon

### ► To cite this version:

Boram Kim, Mathieu Gautier, Alexandre Buet, Philippe Michel, Rémy Gourdon. Influence du pH sur la libération du phosphore accumulé dans les boues de surface d'un filtre planté de roseaux recevant des eaux usées traitées avec du FeCl<sub>3</sub>. *Déchets Sciences et Techniques*, 2013, 65, pp.4-11. 10.4267/dechets-sciences-techniques.532 . hal-00955995v1

**HAL Id: hal-00955995**

**<https://hal.science/hal-00955995v1>**

Submitted on 10 Mar 2014 (v1), last revised 8 Apr 2021 (v2)

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

# Influence du pH sur la libération du phosphore accumulé dans les boues de surface d'un filtre planté de roseaux recevant des eaux usées traitées avec du $\text{FeCl}_3$

KIM Boram<sup>a,b</sup>, GAUTIER Mathieu<sup>a,\*</sup>, BUET Alexandre<sup>a</sup>, MICHEL Philippe<sup>b</sup> et GOURDON Rémy<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Université de Lyon, INSA Lyon, Laboratoire de Génie Civil et d'Ingénierie Environnementale  
20 avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne cedex, France

<sup>b</sup>Société de Conception Ingénierie & Réalisation Pour l'Épuration (SCIRPE)  
5 Allée Alban Vistel, 69110 Sainte Foy Lès Lyon, France

## RÉSUMÉ

Les Filtres Plantés de Roseaux (FPR) permettent une bonne élimination des matières organiques et de l'azote (Hammer, 1989 ; Kadlec *et al.*, 2000 ; Molle *et al.*, 2005), mais leurs performances pour l'élimination du phosphore font l'objet de débat (Vymazal *et al.*, 1998 ; Brix *et al.*, 2001). Or, le phosphore est un facteur d'eutrophisation des eaux superficielles, et il est donc nécessaire d'en limiter les rejets dans le milieu naturel. Afin d'améliorer la dénitrification et la déphosphatation des FPRs à écoulement vertical, la société française SCIRPE a développé un procédé de FPR appelé Azoé<sup>®</sup> breveté en 2007 (Michel, 2007). Le procédé comprend un prétraitement biologique sur lit bactérien qui élimine une partie de la pollution carbonée, puis deux étages de FPR à écoulement vertical partiellement saturés complétant l'épuration de la charge organique et assurant l'élimination de l'azote par nitrification-dénitrification. L'abattement du phosphore est réalisé par addition en sortie de lit bactérien de  $\text{FeCl}_3$  qui agit comme coagulant, puis par filtration via les FPR. Le phosphore ainsi précipité s'accumule principalement en surface du 1<sup>er</sup> filtre sous forme d'une couche de boues. Après plusieurs années de fonctionnement, cette couche de surface représente un stock de phosphore potentiellement mobilisable en fonction des conditions biophysicochimiques du milieu (Kim *et al.*, 2013). Dans ce contexte, l'objectif de l'étude était d'estimer les risques de libération du phosphore en fonction de différents facteurs d'influence. Plus spécifiquement, il s'agissait d'estimer l'influence du pH sur la solubilisation du phosphore. Les résultats ont montré que le pouvoir tampon des boues est suffisant pour maintenir un pH relativement stable au contact d'eaux acides (pH 4) ou alcalines (pH 10). En présence de conditions acides ou alcalines plus extrêmes, le pH du milieu est modifié, mais le phosphore est très faiblement solubilisé. Ainsi même après plusieurs lixiviations successives en conditions extrêmes (pH 2 et 12), seuls 9% et 12% respectivement du phosphore initialement présent dans les boues a été solubilisé.

\* Auteur correspondant [Mathieu.Gautier@insa-lyon.fr](mailto:Mathieu.Gautier@insa-lyon.fr)

**MOTS-CLES :** Filtre planté de roseaux, phosphore, épuration, eau usée, boue, lixiviation.

## **ABSTRACT**

Constructed wetlands (CW) provide good removal of organic matter and nitrogen (Hammer, 1989; Kadlec et al, 2000.. Molle et al, 2005), but their performance for phosphorus removal are the subject of debate (Vymazal et al, 1998. Brix et al, 2001.). However, phosphorus is a factor in eutrophication of surface waters, and it is therefore necessary to limit discharges into the natural environment.

In order to improve denitrification and phosphorus removal as compared to classical vertical flow constructed wetlands (VFCWs), the French company SCIRPE has developed a process called Azoé<sup>®</sup> patented in 2007 (Michel, 2007). The process includes a pre-treatment on a biological trickling filter to partly degrade the organic load, followed by two vertical stages of partially saturated constructed wetlands for the removal of nitrogen by nitrification and denitrification. The reduction of phosphorus in the Azoé<sup>®</sup> system is achieved through the addition of FeCl<sub>3</sub> as a coagulant, followed by filtration through the VFCWs. Phosphorus thus precipitated is thereby accumulated in the form of a sludge layer mostly at the surface of the 1<sup>st</sup> filter. Over time, the sludge layer progressively grows and may eventually release part of the accumulated phosphorus depending on the biophysicochemical conditions (Kim et al., 2013).

The objective of this study was to determine the influence of pH on the solubilization of phosphorus from sludge material sampled from a plant in operation. Results showed that the buffering capacity of the sludge allowed to stabilize pH when in contact with moderately acidic (pH 4) or alkaline (pH 10) solutions. Under more drastic conditions, changes of pH were observed, but the release of phosphorus remained fairly low. Even after several successive leaching stages with very acidic (pH 2) or alkaline (pH 12) solutions, only 9% and 12% respectively of phosphorus initially present in the sludge was leached.

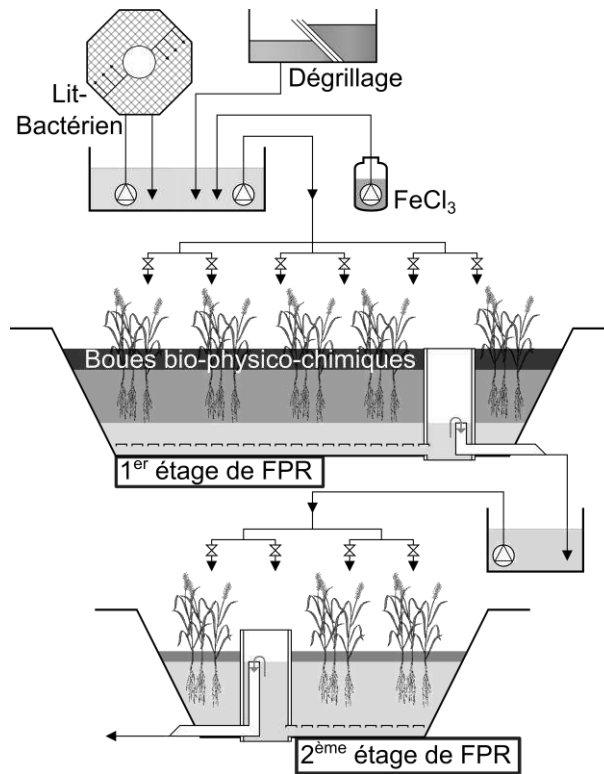
**KEYWORDS :** Constructed wetland, phosphorus, sewage, wastewater, sludge, leaching.

## 1. INTRODUCTION

Parmi les procédés de traitement des eaux usées des petites collectivités, les Filtres Plantés de Roseaux (FPR) ont pris un essor considérable depuis la fin des années 1990 notamment en France (Iwema *et al.*, 2005). En 2012, plus de 2500 stations étaient installées sur le territoire français (Molle, 2012). Ce procédé présente de nombreux avantages, tant au niveau des critères techniques d'exploitation (faible consommation d'énergie, technicité abordable, bonne tolérance aux variations de charges, faible production de boues) que dans ses faibles nuisances notamment olfactives, et sa bonne perception par les populations grâce à son intégration naturelle dans le paysage rural.

Il existe deux types de FPR selon le mode d'écoulement des eaux à traiter : les filtres à écoulement horizontal (filtres horizontaux) ou vertical (filtres verticaux). En général, les filtres verticaux favorisent l'installation de conditions aérobies car les eaux percolent à travers des couches insaturées de graviers de bonne perméabilité ce qui permet un transport d'oxygène dissous. La bonne oxygénation du filtre réduit les éventuelles mauvaises odeurs générées par les processus anaérobies et permet une bonne nitrification. En revanche, les filtres horizontaux sont plutôt anaérobies en raison de leur saturation en eau pratiquement permanente. En présence de nitrates, ils favorisent le processus de dénitrification.

La société SCIRPE propose un procédé appelé Azoé<sup>®</sup> breveté en 2007 (Michel, 2007) qui comprend un prétraitement biologique des eaux usées sur lit bactérien, suivi par deux étages de filtres verticaux partiellement immergés (Figure 1). La pollution carbonée est en partie éliminée par le lit bactérien. L'épuration des eaux usées se fait ensuite dans les filtres verticaux constitués d'une zone inférieure inondée et d'une zone supérieure non inondée. Ces deux zones assurent une bonne élimination de l'azote par nitrification en zone supérieure aérée puis une dénitrification en zone inférieure inondée.



**Figure 1 : Schéma du procédé AZOE®**

Si les FPR permettent une bonne élimination des matières organiques et de l'azote, leurs performances pour l'élimination du phosphore sont mises en question dans certains travaux (Vymazal *et al.*, 1998 ; Brix *et al.*, 2001). Or, le phosphore est le principal facteur d'eutrophisation des eaux superficielles. La rétention du phosphore dans le système Azoé® est réalisée en utilisant le chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) comme coagulant puis par filtration des floes formés via les FPR. Les travaux de Kim *et al.* (2013) ont montré que le phosphore se retrouve principalement dans les boues issues de la coagulation qui s'accablent en surface des FPR pendant plusieurs années en fonction de la périodicité de curage des filtres (en général 10 à 15 ans). Si l'efficacité de coagulation du phosphore par ajout du FeCl<sub>3</sub> est bien démontrée (Szabó *et al.*, 2008; Caravelli *et al.*, 2010 ; De Gregorio *et al.*, 2011), l'évolution dans le temps des boues produites et retenues par les filtres plantés reste très peu étudiée. La chimie du phosphore dans de tels milieux n'est pas clairement connue et les travaux rapportés dans la littérature sont parfois contradictoires (Golterman, 2001 ; Hupfer et Lewandowski, 2008 ; Smith *et al.*, 2008 ; Szabo *et al.*, 2008 ; Caravelli *et al.*, 2010). De plus, les études publiées se concentrent principalement soit sur le traitement des eaux usées dans les grandes stations d'épuration qui contiennent une étape de filtration éliminant les boues physico-chimiques (Smith *et al.*, 2008 ; Szabo *et al.*, 2008 ; De Gregorio *et al.*, 2011), soit sur la capacité de

rétenion du phosphore sur des matériaux spéciaux (Vohla *et al.*, 2011), mais pas sur les deux principes.

La Figure 2 présente de manière synthétique les différents mécanismes pouvant influencer la solubilité du phosphore en fonction de ces paramètres. La présente étude a pour objectif d'évaluer l'influence du pH sur la solubilisation du phosphore contenu dans ces boues.

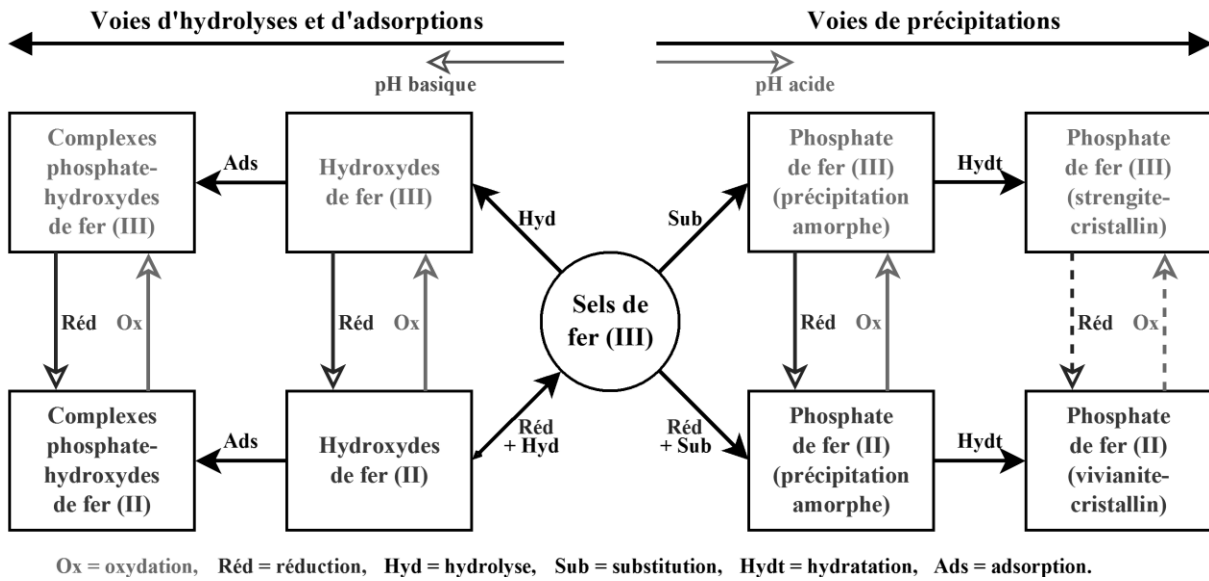


Figure 2 : Schéma des voies de réactions du phosphore et du fer en fonction du pH et du redox.

## 2. MATERIELS ET METHODES

### 2.1 Origine et composition des boues

Les boues utilisées dans cette étude ont été prélevées en avril 2012 sur une installation de FPR Azoé<sup>®</sup> située à Vercia dans le Jura (France). L'installation traite les eaux domestiques usées de la collectivité (1100 Equivalents-habitants maximum) ainsi que des effluents vinicoles à l'automne. Les boues ont été prélevées par pelletage sur une profondeur maximale de 20 cm (Figure 3) en différents endroits du premier filtre de la station, et débarrassées des rhizomes de roseaux et autres fractions grossières. Puis les échantillons ont été mélangés par quartage sur le site avant d'être ramenés au laboratoire.

Le taux de matière sèche dans les boues humides prélevées a été déterminé dès réception au laboratoire par séchage à 105°C jusqu'à poids constant. Le taux de matière organique a ensuite été

mesuré par calcination à 550°C durant 4h. Les résultats obtenus indiquent respectivement un taux de matière sèche de 20,0 % (humidité de 80,0 %) de la masse brute et un taux de matière organique de 59 % de la masse sèche.



**Figure 3 : Prélèvement des boues sur la station d'épuration de Vercia (Jura) en période hivernale. Vue générale (à gauche) et vue en coupe (à droite) d'une tranchée de prélèvement montrant la couche de boues en surface (couleur noire).**

Les boues ont fait l'objet d'une caractérisation physico-chimique présentée en détails dans les travaux de Kim *et al.* (2013). Le tableau 1 présente les résultats des analyses élémentaires effectuées.

**Tableau 1 : Composition des boues (en % massique de matière sèche)**

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	PF*	C <sub>tot</sub>	S <sub>tot</sub>
13,70	4,67	4,62	0,03	0,55	5,24	0,14	0,56	0,35	5,11	64,97	22,11	0,59

\* PF : Perte au feu effectuée à 1000°C

Pour faciliter leur utilisation dans les essais expérimentaux décrits ci-dessous, les boues ont été préalablement portées à l'étuve à 35°C jusqu'à poids constant, puis émiettées manuellement et tamisées à une granulométrie < 1 mm, avant d'être conservées dans un réfrigérateur (4°C) jusqu'à la réalisation des essais.

## 2.2 Caractérisation de la capacité de neutralisation acido-basique des boues

La capacité de neutralisation acido-basique également nommée « ANC » (de l'anglais Acid Neutralisation Capacity) caractérise la stabilité physico-chimique d'un matériau et sa résistance aux

agressions acido-basiques (Kosson *et al.*, 2002). Ce test permet d'évaluer la capacité de la boue à neutraliser une certaine quantité d'acide ou de base, et donc sa capacité à tamponner le milieu. Cette caractérisation permet également de déterminer l'influence du pH sur la solubilisation des espèces chimiques étudiées présentes dans la matrice.

Le protocole employé est celui de la norme CEN/TS 14429 dite ANC (Acid Neutralization Capacity). Le protocole consiste à mettre en contact des quantités précises de boues avec des solutions acides ou basiques de concentrations différentes dans le but d'obtenir un panel de mesures sur l'ensemble de la gamme de pH désiré. Pour chaque essai, une quantité de boues correspondant à 15 g de matière sèche (g MS) a été introduite dans des flacons en PPCO (PolyPropylène Copolymère) de 250 mL. Pour respecter un ratio Liquide/Solide (L/S) de 10 mL/g de matière sèche, 150 mL de solution ont ensuite introduits. Les quantités d'acide ou de base ajoutées sont exprimées en milliéquivalents  $H^+$  / g de matière sèche (meq  $H^+$ /g MS). Le pH a ensuite été mesuré à l'équilibre (obtenu au bout de 48 h).

### **2.3 Protocole expérimental des lixiviations successives**

Pour déterminer l'influence du pH sur la solubilisation du phosphore contenu dans les boues, un protocole de lixiviations successives a été mis en place, en utilisant des solutions aqueuses de lixiviation de pH donné. Chaque essai a été réalisé en introduisant dans un tube à centrifuger de 250 mL une quantité de boues correspondant à 10 g de MS, puis 100 mL de solution aqueuse de lixiviation (ratio L / S de 10 mL / g MS ou 10 L / kg MS). Différentes solutions de lixiviation ont été utilisées :

- Eau déminéralisée (noté ED),
- Solutions aqueuses d'acide chlorhydrique à pH 4 dans une première phase (appelée sollicitation « modérée »), puis à pH 2 dans une seconde phase (appelée sollicitation « forte »).
- Solution aqueuse de soude à pH 10 dans une première phase (appelée sollicitation « modérée »), puis à pH 12 dans une seconde phase (appelée sollicitation « forte »).

Chaque essai a été réalisé en triplicats. Les tubes sont fermés de manière étanche puis placés sur un éluteur rotatif à 9 rpm à température ambiante ( $20 \pm 5^\circ C$ ). Au bout de 24 h d'agitation, l'agitation est arrêtée et les tubes sont laissés au repos pendant 5 à 10 minutes avant la mesure de pH et de



température. Les suspensions sont ensuite centrifugées à 9000 rpm pendant 20 minutes et le surnageant prélevé à l'aide de seringues à usage unique puis filtré à 0,45 µm avant analyses. Chaque tube est à nouveau rempli avec un volume de la même solution de lixiviation égal au volume prélevé. Puis les tubes sont remis en agitation sur l'éluteur rotatif à 9 rpm. Un total de 19 lixiviations successives a été réalisé : 11 sous conditions modérées et 8 sous conditions extrêmes. Chaque lixiviation a une durée minimale de 24 h permettant d'assurer l'équilibre entre la boue et la solution de lixiviation.

## 2.4 Analyses des solutions

Les surnageants récoltés ont été analysés séparément pour doser le phosphore par spectrophotométrie UV conformément à la norme NF EN ISO 6878 (complexation par le molybdate d'ammonium, puis réduction par l'acide ascorbique pour développer une coloration bleue). L'appareillage utilisé pour la mesure d'absorbance est un spectrophotomètre UV-2450 (SHIMADZU).

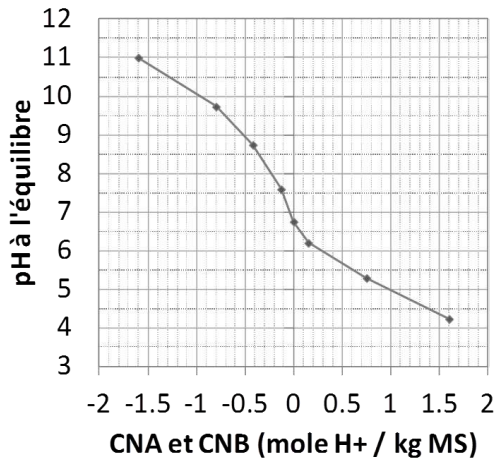
# 3. Résultats et discussions

## 3.1 Pouvoir tampon des boues

Le test de capacité de neutralisation acido-basique (ANC) a été réalisé sur les boues séchées. La Figure 4 représente le pH à l'équilibre en fonction des quantités d'acide ( $\text{HNO}_3$ ) ou de base ( $\text{NaOH}$ ) ajoutées, représentant donc le comportement de la boue suite à des sollicitations acide et basique. Les milliéquivalents positifs correspondent à l'ajout d'acide et les milliéquivalents négatifs correspondent à l'ajout de base.

La Figure 4 montre en premier lieu que le pH naturel de la boue est de l'ordre de 6,8. L'apport de 1 mole de  $\text{H}^+$ /kg MS provoque une variation de pH de 1,8 unités environ (pH 5,0). Pour l'ajout de 1,5 moles de  $\text{H}^+$ /kg MS, le pH observé est d'environ 4,4. En condition basique le pouvoir tampon de la boue apparaît plus faible. Ainsi une augmentation de pH de 2 unités est obtenue avec moins de 0,5 mole de  $\text{OH}^-$ /kg MS. Pour 1,5 moles de  $\text{OH}^-$ /kg de MS, le pH atteint environ 10,8 soit une variation de 4,0 unités.

Les capacités tampon d'un matériau se déterminent par la présence d'un ou plusieurs plateaux sur la courbe de neutralisation acido-basique (ANC). C'est essentiellement la présence de phases minérales qui en est responsable (carbonates, etc.). Ici, l'absence de plateau significatif (Fig. 4) semble révéler un pouvoir tampon limité dans la gamme de pH étudiée. Ce comportement s'explique principalement par la nature très organique des boues qui masque certains phénomènes liés aux phases minérales.



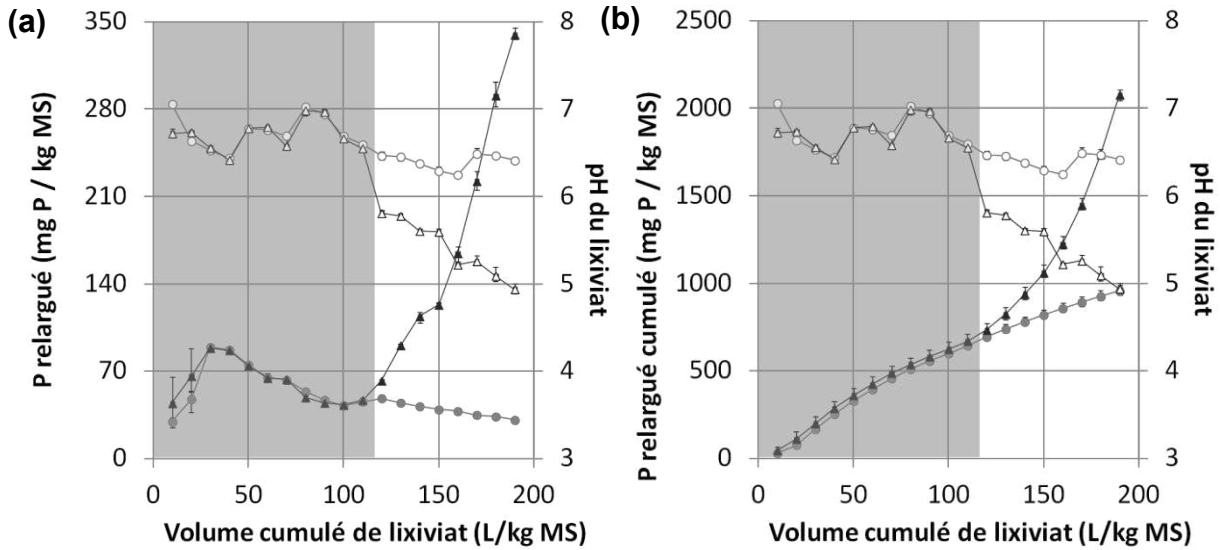
**Figure 4 : Courbe de neutralisation acide / base des boues.**  
*Les quantités molaires sont exprimées par kg de boues sèches. Les valeurs négatives de moles H<sup>+</sup> indiquent un ajout de base (OH<sup>-</sup>).*

Cependant, au regard des conditions de pH courantes des filtres plantés de roseaux en fonctionnement, le pouvoir tampon de la boue s'avère non négligeable. En effet, le pH des eaux usées étant proche de la neutralité, les apports de H<sup>+</sup> ou OH<sup>-</sup> par les eaux usées sur un filtre en fonctionnement sont très largement inférieurs à ceux mis en œuvre dans les essais de laboratoire décrits ici.

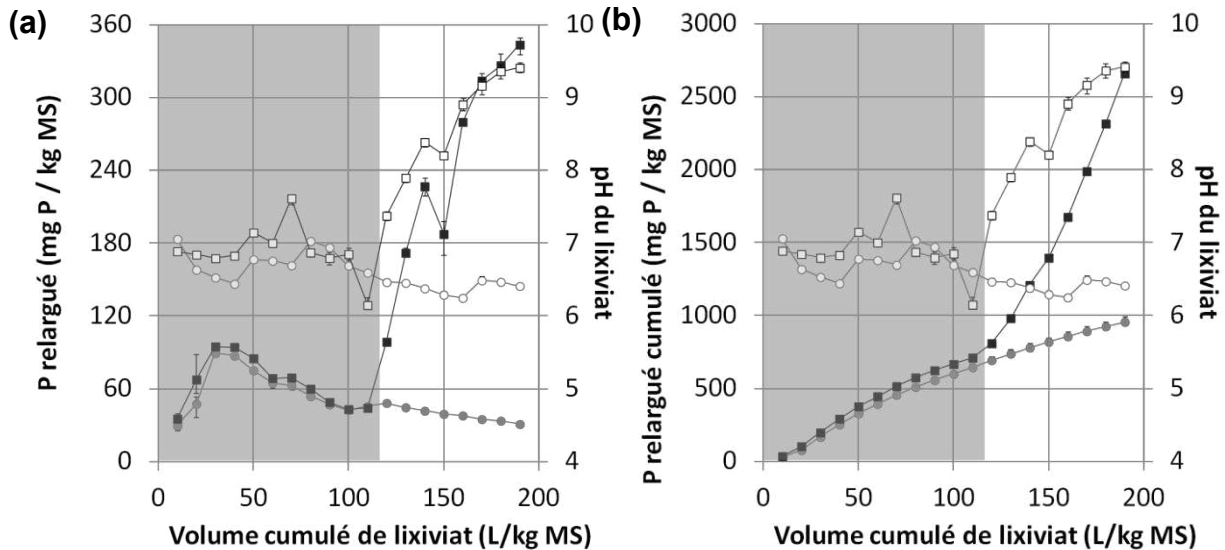
### 3.2 Influence du pH sur la solubilisation du phosphore

Les Figures 5 et 6 présentent le pH du lixiviat et les quantités de phosphore solubilisé dans les essais et les témoins en fonction du volume cumulé de lixiviat. Pour harmoniser la présentation des résultats, ces paramètres sont exprimés en masse de phosphore (ordonnées) et volume de lixiviat (abscisses) par kg de matière sèche de boues. Les masses de phosphore solubilisées à chaque lixiviation sont représentées sur les Figures 5-a et 6-a, alors que les Figures 5-b et 6-b représentent

les masses cumulées de phosphore. Enfin, les graphiques présentent les valeurs moyennes, minimales et maximales des différentes mesures réalisées.



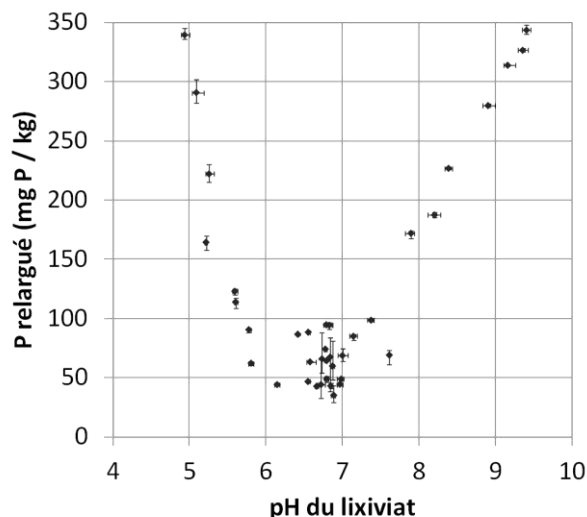
**Figure 5 : Quantité de phosphore (P) solubilisé et pH du lixiviat en fonction du volume cumulé de lixiviat, pour des lixiviations acides [ $\Delta$  pH,  $\blacktriangle$  mg P / kg MS] et témoins [ $\circ$  pH,  $\bullet$  mg P / kg MS] ; (a) P solubilisé à chaque sollicitation (b) P solubilisé cumulé.**



**Figure 6 : Quantité de phosphore (P) solubilisé et pH du lixiviat en fonction du volume cumulé de lixiviat, pour des lixiviations basiques [ $\square$  pH,  $\blacksquare$  mg P / kg MS] et témoins [ $\circ$  pH,  $\bullet$  mg P / kg MS] ; (a) P solubilisé à chaque sollicitation (b) P solubilisé cumulé**

Les Figures 5 et 6 permettent d'observer en premier lieu que la concordance entre les différents triplicats est très bonne, ce qui souligne la bonne reproductibilité des résultats. Sous conditions relativement modérées (solutions de lixiviation à pH 4 et 10), la quantité de phosphore libérée est légèrement plus importante que dans les témoins avec l'eau distillée. Les valeurs restent cependant du même ordre de grandeur (écart essai-témoin inférieur à 10%). De la même manière, dans ces conditions modérées, les pH des lixiviats sont relativement similaires à ceux observés dans les témoins en contact avec l'eau distillée (entre 6,4 et 7,6). Après 1100 mL cumulés de lixiviats récupérés (soit 110 L par kg de matière sèche de boues), le pH du lixiviat est très proche de celui de départ dans les conditions acides et basiques. Le pouvoir tampon des boues mis en évidence précédemment est ainsi confirmé. La quantité cumulée de phosphore solubilisé atteint alors 645 mg de P/kg MS pour les boues en contact avec l'eau déminéralisée, 670 mg de P / kg MS pour celles en contact avec la solution acide, et 711 mg de P / kg MS pour celles en contact avec la solution alcaline. Ces valeurs représentent respectivement 2,9 %, 3,0 %, et 3,2 % du contenu total en phosphore dans les boues, soit une fraction mineure.

Après 110 L de volume cumulé de lixiviat par kg de matière sèche de boues, des conditions de lixiviation plus extrêmes ont été testées. Le protocole est resté identique mais des solutions de lixiviation à pH 2 et 12 ont été utilisées. Des effets plus importants ont alors été mis en évidence comme le montrent les Figures 5 et 6. Alors que le pH des lixiviats des essais témoins (eau déminéralisée) reste relativement constant (entre 6,2 et 7,1), le pH des lixiviats croît progressivement avec les sollicitations basiques pour atteindre 9,5 en fin d'expérience, et décroît progressivement en conditions acides pour atteindre 5,0 en fin d'expérience. La quantité de phosphore lixivié dans les témoins avec l'eau déminéralisée reste relativement constante à chaque sollicitation (entre 40 et 50 mg P / kg MS en moyenne), suggérant que le processus de solubilisation du phosphore est dans ce cas limité par la concentration en phosphore dissous à l'équilibre. En revanche, la quantité de phosphore lixivié à chaque lixiviation augmente progressivement en conditions acides et basiques plus poussées. Cette observation suggère que la disponibilité du phosphore est progressivement augmentée par l'attaque acide ou alcaline des boues, et/ou que la solubilité des espèces en présence augmente en conditions acides ou alcalines. La Figure 7 montre que la solubilisation du phosphore est directement liée à l'évolution du pH, et augmente avec la diminution ou l'augmentation du pH des solutions.



*Figure 7 : Solubilisation du phosphore en fonction du pH du lixiviat*

Les Figures 5 et 6 montrent également que dès les premières lixiviations en conditions « extrêmes » (solutions lixiviantes à pH 2 ou 10), les quantités de phosphore lixivié sont sensiblement plus importantes en milieu alcalin qu'en milieu acide. Ainsi sur l'ensemble de l'expérience, les quantités cumulées de phosphore solubilisé sont légèrement plus importantes pour les sollicitations basiques (2658 mg P / kg MS, soit 12 % du contenu total) que pour les sollicitations acides (2076 mg P / kg MS, soit 9,3 % du contenu total). Ce résultat est cohérent avec les résultats de l'ANC montrant que le pouvoir tampon de la boue est légèrement plus faible en conditions basiques qu'en conditions acides.

En tout état de cause cependant, la solubilisation du phosphore des boues s'avère faible. Elle ne dépasse pas 12 % du contenu total pour un volume cumulé de 190 L de solution de lixiviation alcaline (pH 10 puis 12) par kg de MS de boues, et 9 % pour le même volume en conditions acides (pH 4 puis 2).

## 4. CONCLUSION

La présente étude montre que le phosphore retenu par les boues de surface dans les filtres plantés de type Azoé<sup>®</sup> n'est pas susceptible d'être significativement solubilisé sous l'effet de variations même importantes du pH, entre 2 et 12. Les boues de surface des FPR du système Azoé<sup>®</sup> présentent un pouvoir tampon suffisant pour rendre peu probable des variations significatives de pH dans les filtres en fonctionnement, et ce même en cas de dysfonctionnement provisoire.

Les principaux scénarios susceptibles d'entraîner une variation de pH des boues dans un filtre planté en fonctionnement sont :

- l'exposition à des pluies acides,
- l'apport temporaire ou saisonnier d'un effluent plus acide ou plus basique que l'effluent traité en routine par l'installation,
- un dysfonctionnement de l'installation conduisant à une biodégradation acidogène des boues par inondation de longue durée des filtres.

Le scénario le plus probable dans le contexte d'un FPR est le second. Ainsi par exemple, la station de Vercia dont sont issues les boues étudiées ici reçoit certains effluents viticoles pendant l'automne. Cependant les mesures de terrain (résultats non présentés ici) montrent que les variations de pH observées sont négligeables, entre 7,4 et 7,8 (Kim *et al.*, 2012). Dans ces conditions, et au regard des résultats présentés dans cet article, il peut être conclu qu'une libération du phosphore liée à des variations de pH serait improbable.

Les autres scénarios sont peu envisageables. L'apport de  $H^+$  au système par des pluies acides serait en outre négligeable dans les conditions de pluviométrie rencontrées en France. Ainsi, on peut calculer qu'une pluviométrie de 1200 mm / an (cas du Jura) correspondrait à un apport annuel sur un filtre de 600 m<sup>2</sup> (cas de Vercia) de l'ordre de 6 m<sup>3</sup> de pluie (à pH 4-5 en cas de pluie acide) par tonne de boues humides (en supposant une épaisseur de 20 cm de boues de masse volumique proche de 1 tonne par m<sup>3</sup>). Cette valeur est largement inférieure aux conditions testées ici, qui sont de 190 L de solution lixivante encore plus acide (pH < 4) par kg de matière sèche de boues, c'est-à-dire environ 38 m<sup>3</sup> par tonne de boues humides, soit l'équivalent de plus de 6 années de pluies très acides.

Quant à l'inondation des filtres, elle est également peu probable sur une très longue durée, et l'installation de conditions réductrices aurait un effet potentiel au moins aussi important que l'acidification qui pourrait résulter de la biodégradation anaérobie de la matière organique des boues. Cet aspect fait l'objet d'études en cours au laboratoire.

## **REMERCIEMENTS**

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un doctorat avec financement CIFRE (SCIRPE / ANRT).

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Brix, H., Arias, C. A. and del Bubba, M., 2001. Media selection for sustainable phosphorus removal in subsurface flow constructed wetlands. *Water Science and Technology*. 44(11-12): 47-54.
- Caravelli, A. H., Contreras, E. M. and Zaritzky, N. E., 2010. Phosphorous removal in batch systems using ferric chloride in the presence of activated sludges. *Journal of Hazardous Materials*. 177(1-3): 199-208.
- De Gregorio, C., Caravelli, A. H. and Zaritzky, N. E., 2011. Application of biological indices and a mathematical model for the detection of metal coagulant overload in a laboratory scale activated sludge reactor with phosphate simultaneous precipitation. *Chemical Engineering Journal*. 172(1): 52-60.
- Golterman, H. L., 2001. Phosphate release from anoxic sediments or 'What did Mortimer really write?'. *Hydrobiologia*. 450(1): 99-106.
- Hammer, D. A., 1989. *Constructed wetland for wastewater treatment : municipal, industrial, and agricultural*, Lewis Publishers.
- Hupfer, M. and Lewandowski, J., 2008. Oxygen Controls the Phosphorus Release from Lake Sediments – a Long-Lasting Paradigm in Limnology. *International Review of Hydrobiology*. 93(4-5): 415-432.
- Iwema, A., Raby, D., Lesavre, J., Boutin, C., Dodane, P., Liénard, A., Molle, P., Beck, C., Sadowski, G. A., Merlin, G., Dap, S., Ohresser, C., Poulet, J., Reeb, G., Werckmann, M. and Esser, D., 2005, *Epuration des eaux usées par filtres plantés de macrophytes : recommandations techniques pour la conception et la réalisation*, Agence de l'eau RM&C.
- Kadlec, R., Knight, R., Vymazal, J., Brix, H., Cooper, P. and Haberl, R., 2000. *Constructed Wetlands for Pollution Control*, IWA Publishing.
- Kim, B., Gautier, M., Michel, P. and Gourdon, R., 2013. Physical-chemical characterization of sludge and granular materials from a vertical flow constructed wetland for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology*. 10.2166/wst.2013.485, IN PRESS
- Kim, B., Gautier, M., Molle, P., Michel, P., Prost-Boucle, S., Colombet, D. and Gourdon, R., 2012. Field study of wastewater treatment with partially flooded vertical-flow constructed wetlands using AZOE® process. *13th International Conference on Wetland Systems for Water Pollution Control*, Perth, Australia, 377-384.

- Kosson, D. S., van der Sloot, H. A., Sanchez, F. and Garrabrants, A. C., 2002. An Integrated Framework for Evaluating Leaching in Waste Management and Utilization of Secondary Materials. *Environmental Engineering Science*. 19(3): 159-204.
- Michel, P., 2007, Procédé et installation de traitement d'effluents. France. EP 1 857 419 A1.
- Molle, P., 2012. Les filtres plantés de roseaux : évolution de la recherche et tendances actuelles. *Sciences Eaux & Territoires*. 09: 24-31.
- Molle, P., Liénard, A., Boutin, C., Merlin, G. and Iwema, A., 2005. How to treat raw sewage with constructed wetlands: an overview of the French systems. *Water Science and Technology*. 51(9): 11-21.
- Smith, S., Takacs, I., Murthy, S., Daigger, G. T. and Szabo, A., 2008. Phosphate Complexation Model and Its Implications for Chemical Phosphorus Removal. *Water Environment Research*. 80(5): 428-438.
- Szabo, A., Takacs, I., Murthy, S., Daigger, G. T., Licsko, I. and Smith, S., 2008. Significance of Design and Operational Variables in Chemical Phosphorus Removal. *Water Environment Research*. 80(5): 407-416.
- Vohla, C., Kõiv, M., Bavor, H. J., Chazarenc, F. and Mander, Ü., 2011. Filter materials for phosphorus removal from wastewater in treatment wetlands—A review. *Ecological Engineering*. 37(1): 70-89.
- Vymazal, J., Brix, H., Cooper, P. F. and Green, M. B., 1998. *Constructed Wetlands for Wastewater Treatment in Europe*, Backhuys Publishers.