# Procédé de traitement d'effluents chargés en azote et réacteur pour la mise en oeuvre du procédé

Carlos Peregrina, Laure Renvoise, Nicolas Bernet, Eric Trably

▶ **To cite this version:**

Carlos Peregrina, Laure Renvoise, Nicolas Bernet, Eric Trably. Procédé de traitement d'effluents chargés en azote et réacteur pour la mise en oeuvre du procédé. France, N° de brevet: FR 13 63410. 2013, 19 p. hal-01601303

**HAL Id: hal-01601303**
**https://hal.science/hal-01601303**

Submitted on 6 Jun 2020

**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.

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :** **3 015 464**

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **13 63410**

(51) Int Cl[8] : ***C 02 F 1/46*** *(2013.01), C 02 F 3/00*

# (12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 23.12.13.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 26.06.15 Bulletin 15/26.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire :** *Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

( ) **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *DEGREMONT Société anonyme* — FR et *INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (INRA)* — FR.

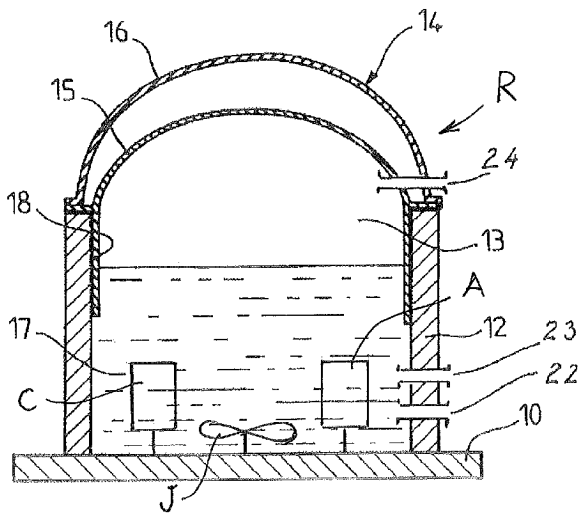
(72) **Inventeur(s) :** PEREGRINA CARLOS, RENVOISE LAURE, BERNET NICOLAS et TRABLY ERIC.

(73) **Titulaire(s) :** DEGREMONT Société anonyme, INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (INRA).

(74) **Mandataire(s) :** CABINET ARMENGAUD AINE.

## (54) PROCEDE DE TRAITEMENT D'EFFLUENTS CHARGES EN AZOTE, ET REACTEUR POUR LA MISE EN OEUVRE DU PROCEDE.

(57) Procédé de traitement d'effluents chargés en azote ammoniacal dans un réacteur, pour en éliminer l'azote, selon lequel: on prévoit dans le réacteur une anode (A) sur laquelle un biofilm est formé, et une cathode (C), puis on établit des conditions d'anaérobiose dans le réacteur; on introduit dans le réacteur un volume d'effluent à traiter; on applique et on maintient une différence de potentiel entre l'anode et la cathode pendant la durée du traitement d'élimination de l'azote.




FR 3 015 464 - A1

# PROCEDE DE TRAITEMENT D'EFFLUENTS CHARGES EN AZOTE, ET REACTEUR POUR LA MISE EN ŒUVRE DU PROCEDE.

L'invention est relative à un procédé de traitement d'effluents chargés en azote pour en éliminer l'azote, le procédé étant principalement anaérobie.

L'élimination des composés azotés présents dans les eaux usées est une des clés pour un contrôle de l'eutrophisation et des cycles biochimiques, nécessaire pour le maintien d'un écosystème.

Un traitement usuel consiste, dans une première phase aérobie de nitrification, à favoriser l'action de bactéries transformant l'ammonium en nitrites et nitrates, et dans une seconde phase anoxique de dénitrification, à favoriser l'action de bactéries réduisant nitrites ou nitrates pour évacuer l'azote sous forme gazeuse ($N_2$). Les traitements de ce type produisent, du fait de la multiplication des bactéries, une biomasse formant des boues qu'il faut ensuite éliminer. Il est donc souhaitable de limiter cette production de boues.

De plus, la phase de nitrification nécessite un apport en oxygène important associé à une consommation énergétique élevée. Enfin, la phase de dénitrification est généralement réalisée par des bactéries hétérotrophes et donc associée à la consommation de matière organique. Lorsque le contenu de l'effluent ne permet pas de subvenir aux besoins en matière organique (rapport C/N faible), il est nécessaire d'apporter un substrat organique ce qui engendre des coûts de réactifs.

L'invention a donc pour but, surtout, de proposer un procédé de traitement d'effluents chargés en azote ammoniacal, avec une production limitée de biomasse et une consommation minime voire nulle d'énergie d'aération, en favorisant l'action de bactéries autotrophes.

L'invention s'appuie sur la technologie de l'électrolyse microbienne dans laquelle un biofilm microbien développé sur une anode réalise une réaction d'oxydation d'un substrat, le plus souvent organique, et transfère ses électrons à l'anode.

Selon l'invention, le procédé de traitement d'effluents chargés en azote dans un réacteur, pour en éliminer l'azote, est caractérisé en ce que :

- on prévoit dans le réacteur une anode sur laquelle un biofilm est formé, et une cathode,
- puis on établit des conditions d'anaérobiose dans le réacteur,

- on introduit dans le réacteur un volume d'effluent à traiter,
- et on applique et on maintient une différence de potentiel entre l'anode et la cathode pendant la durée du traitement d'élimination de l'azote.

De préférence :

- on équipe le réacteur d'une anode et d'une cathode,
- on introduit dans le réacteur une culture de boues activées enrichie en bactéries autotrophes, le volume de culture introduit étant une fraction, notamment environ 10%, du volume de travail du réacteur, ce volume étant suffisant pour que anode et cathode baignent dans la culture,
- on effectue une phase aérobie de démarrage unique pour assurer la formation du biofilm sur l'anode,
- et ensuite on établit les conditions d'anaérobiose dans le réacteur, on introduit le volume d'effluent à traiter, et on applique et maintient une différence de potentiel entre l'anode et la cathode pendant la durée du traitement d'élimination de l'azote.

Selon une autre possibilité, la formation du biofilm sur l'anode est effectuée dans un dispositif annexe au réacteur, puis l'anode est transférée dans le réacteur du procédé, après cette phase de conditionnement, pour une utilisation en l'absence d'aération.

On peut appliquer progressivement la différence de potentiel, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel étant de plusieurs secondes, selon une croissance sensiblement linéaire.

En variante, on peut appliquer brusquement la différence de potentiel, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel, étant inférieure à quelques secondes selon une croissance sensiblement linéaire.

Le fonctionnement du procédé est dépendant du développement préalable d'un biofilm, contenant notamment des bactéries autotrophes sur l'anode, qui catalyse la réaction recherchée.

Avantageusement, les bactéries autotrophes de la culture sont acclimatées à une concentration en azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$ supérieure à 300mg/L N-NH4, en particulier d'environ 1000mg/L. L'acclimatation est réalisée de préférence à la concentration en azote ammoniacal de l'effluent à traiter.

De préférence, la culture est effectuée avec des boues activées provenant d'une usine de traitement d'eaux usées ; pour enrichir cette culture en bactéries autotrophes, on soumet d'abord les boues prélevées à une

aération continue, pendant plusieurs jours, notamment quatre jours, pour éliminer la matière organique ; puis un milieu synthétique pour la nitrification, à une concentration relativement basse d'azote ammoniacal, notamment à 100mg/L $N\text{-}NH_4$, est ajouté ; une aération continue pendant plusieurs jours, notamment quatre jours, est effectuée avec oxydation de l'ammonium par nitrification sous forme de nitrates ;

- et pour acclimater les bactéries autotrophes de la culture à un effluent dont la concentration en azote ammoniacal est plus élevée, les opérations sont répétées sur la culture en lui ajoutant des milieux à concentrations d'azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$ de plus en plus fortes, notamment 200mg/L puis 300mg/L.

Les bactéries autotrophes de la culture peuvent être acclimatées à une concentration en azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$ supérieure à 300mg/L N-NH4, en particulier d'environ 1000mg/L.

Une fois cette phase de conditionnement de la bio-anode terminée, le procédé peut être démarré en condition anaérobie. Le matériau de l'anode se substitue à l'oxygène comme accepteur d'électron de la respiration des bactéries autotrophes.

Lors de la phase anaérobie un potentiel compris entre 200 et 1100 mV est appliqué à l'anode, relativement à un potentiel de référence, notamment le potentiel d'une électrode au calomel saturé.

La différence de potentiel est de préférence comprise entre 500 et 1100 mV, et est avantageusement égale à 800 mV.

Sous l'application de la différence de potentiel, une voie métabolique originale des bactéries est mise en œuvre, dans laquelle l'anode colonisée par un biofilm remplace l'oxygène comme accepteur d'électrons. Cette voie métabolique permet le traitement de l'azote ammoniacal en azote gazeux en phase anaérobie. Sans application d'un potentiel, l'élimination de l'azote ne se produit pas.

L'invention est également relative à un réacteur pour le traitement d'effluents selon le procédé évoqué ci-dessus, le réacteur étant caractérisé en ce qu'il comprend une enceinte étanche, un orifice d'arrivée des effluents, un orifice de sortie des effluents, un orifice d'extraction de gaz et deux électrodes permettant l'application d'une différence de potentiel aux effluents contenus dans le réacteur.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront dans la description qui suit d'un mode de réalisation préféré avec référence

aux dessins annexés mais qui n'a aucun caractère limitatif. Sur ces dessins :

Fig. 1 est vue en élévation d'un réacteur expérimental de petite taille, selon l'invention.

Fig. 2 est une vue en coupe verticale d'un réacteur industriel selon l'invention.

Fig. 3 est une vue en coupe d'un réacteur séquentiel industriel selon l'invention.

Fig. 4 à Fig. 7 sont des vues simplifiées, sans les équipements intérieurs, et à plus petite échelle du réacteur de Fig.3, illustrant différentes étapes du procédé selon l'invention.

Fig. 8 est un ensemble de courbes représentant l'oxydation de l'ammoniac en fonction du temps, exprimée en mg $N\text{-}NH_4$ / L pour plusieurs valeurs de la différence de potentiel.

Fig. 9 est un ensemble de courbes représentant la concentration en $N\text{-}NO_3$ en fonction du temps, exprimée en mg / L, pour plusieurs valeurs de la différence de potentiel, et

Fig. 10 est un ensemble de courbes représentant l'évolution du dégagement gazeux d'azote $N\text{-}N_2$, exprimé en mg, en fonction du temps, pour plusieurs valeurs de la différence de potentiel.

Fig.1 illustre un montage expérimental comportant un récipient fermé 1, à paroi transparente, notamment en verre, dans lequel sont installés trois électrodes, à savoir : une anode A en graphite, une cathode C en platine, et une électrode de référence RE. L'électrode de référence, notamment au calomel, est placée de préférence à égale distance entre anode A et cathode C. L'anode A et la cathode C sont reliées respectivement aux bornes d'une source de tension continue permettant d'appliquer une différence de potentiel entre les électrodes, particulièrement entre anode et électrode de référence.

Lors d'expérimentations, il a été constaté que, dans le cadre d'un traitement d'une solution d'ammoniaque par des bactéries, l'activité des bactéries était augmentée de manière tout à fait surprenante par la présence d'un champ électrique dans l'eau contenant le milieu utilisé.

Des boues activées provenant d'une usine de traitement d'eaux usées ont été recueillies pour servir de culture qui a été enrichie en bactéries autotrophes.

Pour enrichir la culture, on soumet d'abord les boues prélevées à une aération continue, pendant plusieurs jours, notamment 4 jours, pour

éliminer la matière organique.

Puis, un milieu synthétique pour la nitrification, à une concentration relativement basse d'azote ammoniacal, notamment à 100mg/L N-$NH_4$, est ajouté. Une aération continue pendant plusieurs jours, notamment quatre jours, est effectuée et l'oxydation de l'ammonium, sous forme de nitrification, est observée. Une phase anaérobie a ensuite été effectuée durant deux jours et a permis la dénitrification et l'élimination de l'azote.

Pour acclimater les bactéries autotrophes de la culture à un effluent dont la concentration en azote ammoniacal est plus élevée, les opérations ont été répétées sur la culture en lui ajoutant des milieux à concentrations d'azote ammoniacal N-$NH_4$ de plus en plus fortes, notamment 200mg/L puis 300mg/L.

La culture qui avait été prélevée dans les boues activées est ainsi enrichie en bactéries autotrophes, et acclimatée à une concentration ammoniacale élevée, d'au moins 300mg/L jusqu'à 1000mg/L (1g/L) et plus.

Cette culture enrichie est inoculée dans le récipient 1, à raison d'une fraction du volume de travail, notamment environ 10% du volume de travail. Le volume de culture introduit doit être suffisant pour que les électrodes baignent dans la culture. Le volume de travail est une fraction, en particulier sensiblement la moitié, du volume intérieur du récipient, ou du réacteur. Lorsque le volume de travail est rempli d'effluent à traiter, un ciel gazeux 13 (Fig. 2) subsiste au-dessus de l'effluent, notamment dans le cas d'un réacteur industriel de plus grandes dimensions, selon Fig. 2-7.

Le récipient est alimenté en air en continu pendant plusieurs jours, notamment cinq jours, pour aider au développement d'un biofilm, de quelques micromètres, sur l'anode A en graphite. Lors de cette première phase de croissance bactérienne, l'air ajouté dans le récipient 1 permet le développement des bactéries autotrophes. On laisse se former le biofilm, essentiellement de bactéries autotrophes, sur l'anode A en présence d'oxygène en condition aérobie. La colonisation de l'anode est visible et permet une appréciation de l'épaisseur du biofilm.

Dans une deuxième phase, le reste du volume de travail est complété par l'effluent à traiter, notamment un milieu ammoniacal synthétique à 300 mg/L N-$NH_4$ et des conditions d'anaérobie strict pourront être établies en évacuant l'air ou l'oxygène du récipient 1 qui est balayé et rempli d'un gaz neutre en particulier argon ou azote.

Une différence de potentiel de quelques centaines de millivolts est ensuite appliquée sur les électrodes qui baignent dans l'effluent à traiter. Un évent, non représenté, est prévu sur le récipient 1 pour l'évacuation des gaz dégagés, notamment de l'azote. Un agitateur J schématiquement représenté permet d'homogénéiser la liqueur.

La différence de potentiel peut être appliquée progressivement ou brusquement. Pour une application progressive, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel est de plusieurs secondes selon une croissance sensiblement linéaire. Pour une application brusque, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel, selon une croissance sensiblement linéaire, est inférieure à 30 secondes.

Avantageusement, on applique tout d'abord un potentiel relativement élevé à l'anode, par rapport à l'électrode référence, supérieur à 200mV, pour déclencher le processus, puis la différence de potentiel est réduite.

Cependant, la différence de potentiel ne doit pas être trop élevée. A partir d'environ 1000 millivolts, l'électrolyse de l'eau se produit avec formation d'oxygène et le processus n'est donc plus anaérobie et la production de nitrates augmente. Par ailleurs on peut voir sur Fig. 9 qu'une différence de potentiel faible de 200 et 400 mV, correspondant aux deux courbes inférieures, est peu efficace pour l'élimination de l'azote $N\text{-}N_2$.

La production de biomasse est faible. En sortie, le gaz est essentiellement de l'azote dont l'évolution de la quantité dégagée et éliminée est visible sur Fig. 10.

Le procédé, une fois qu'il est démarré, est complètement anaérobie. Ce n'est que dans la phase de démarrage qu'il est nécessaire de développer un biofilm sur l'anode en phase aérobie, comme résumé ci-après.

Le fonctionnement du procédé est dépendant du développement d'un biofilm de bactéries autotrophes sur l'anode qui catalyse la réaction recherchée. Ce développement peut être réalisé à partir d'une boue activée nitrifiante, c'est-à-dire assurant la conversion de l'azote ammoniacal en nitrite et/ou en nitrate, issue d'une station d'épuration d'eaux usées. Cette boue activée peut être préalablement enrichie en bactéries autotrophes par des apports successifs en azote ammoniacal dans un milieu aéré pendant plusieurs jours.

Le biofilm peut ensuite être formé sur l'anode en présence d'un tel enrichissement, ou d'une boue activée non enrichie, ou d'une autre source

de bactéries. Un apport d'azote ammoniacal et d'air ou d'oxygène permet une croissance des microorganismes autotrophes sur l'anode.

Ce conditionnement de l'anode en présence d'air ou d'oxygène peut être réalisé dans le dispositif pour mettre en œuvre le procédé, ou dans un dispositif annexe, l'anode devant alors être transférée dans le dispositif du procédé après cette phase de conditionnement pour une utilisation en l'absence d'aération.

Pour la mise en œuvre industrielle du procédé, on utilise un réacteur R (Fig. 2) constitué d'un réservoir étanche comportant un radier en béton 10, une virole ou mur latéral 12 en acier ou en béton , le ciel gazeux 13 au-dessus de l'effluent à traiter, et une coupole supérieure étanche 14 et résistante à la corrosion constituée d'une double membrane 15, 16.

L'alimentation et l'extraction des effluents à traiter sont réalisées au moyen d'ouvertures 22, 23 réalisées dans le mur latéral 12. L'extraction des gaz est réalisée à travers un passage 24 réalisé dans la coupole 14. Au moins un agitateur J, en particulier à hélice, est également prévu pour une homogénéisation de l'effluent.

Deux électrodes, une cathode C et une anode A, sont disposées dans le réacteur pour baigner dans l'effluent à traiter et permettre l'application d'une différence de potentiel.

Le réacteur R1, selon Fig. 3, est avantageusement équipé de dispositifs permettant le fonctionnement en mode SBR, c'est-à-dire en mode réacteur séquentiel discontinu ("sequencing batch reactor").

Le système SBR utilise une cuve unique de réacteur dans laquelle les deux étapes aérobie et anaérobie sont réalisées successivement (Fig. 7).

Le réacteur R1 comprend un système de reprise d'eau traitée à flotteur 2, d'un type connu et décrit notamment dans le « Memento Technique de l'Eau » Tome 2, pages 920-922, Degremont 10$^{ème}$ édition.

Le réacteur R1 comprend également un système de régulation G pour le niveau d'effluent, la programmation temporelle, la gestion de la température et une hélice 3 agissant comme agitateur J pour maintenir des conditions d'agitation homogènes.

Les électrodes utilisées sont à base de graphite pour l'anode A et de graphite ou d'acier inoxydable pour la cathode C.

Une pompe d'alimentation 4 reliée à l'orifice 23 permet l'introduction de l'effluent, une vanne 5 montée sur l'orifice 22 permet le contrôle du remplissage et de la vidange du liquide et une autre vanne 6

montée sur l'orifice 24 permet de réaliser la purge de l'excès de gaz produit.

Le fonctionnement comprend principalement quatre étapes.

Lors d'une première étape de remplissage illustrée par Fig. 4, une culture de boues activées enrichies en bactéries autotrophes est introduite par l'orifice 23, dans le réacteur selon un volume correspondant à 10 % environ du volume de travail du réacteur, les électrodes baignant dans la culture introduite. La culture a été préparée comme exposé précédemment à propos du réacteur expérimental.

Une phase aérobie est alors assurée, avec injection d'air, pour le développement des bactéries autotrophes et la formation du biofilm sur l'anode A (uniquement en phase de démarrage).

L'enceinte est ensuite purgée d'air et/ou d'oxygène et remplie de gaz, préférentiellement azote ou hydrogène, ou argon, à pression P1, pour assurer une condition d'anaérobie totale.

L'ouverture 24 de la coupole est fermée par la vanne 6, et le volume de travail est rempli (Fig.5) avec l'effluent à traiter, riche en azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$, qui est pompé et introduit par l'ouverture 23.

La pression de l'enceinte augmente de P1 à P2. La pompe 4 est arrêtée par le système de contrôle G lorsque le niveau d'effluent dans le réacteur est atteint.

Lors de la seconde étape de bio-électrolyse (Fig. 5), en anaérobie, une différence de potentiel, avantageusement de 800 millivolts, est appliquée, à l'aide d'une source de tension continue U, dont les bornes sont reliées aux électrodes. La tension est appliquée pendant plusieurs jours, à l'effluent maintenu à une température de 30°C à la pression P2, avec agitation. La pression P2 peut être légèrement supérieure à la pression atmosphérique.

L'excès de gaz produit, c'est-à-dire essentiellement quelques millibars d'azote $N_2$, est purgé par l'ouverture 24 de la coupole, la vanne 6 étant ouverte.

Lors d'une troisième étape (Fig. 6) de décantation, l'agitation du liquide est arrêtée, ce qui provoque la décantation de l'excès des boues générées et la clarification de l'eau traitée se trouvant au-dessus des boues.

Lors d'une quatrième étape (Fig. 7) de vidange, une fois les boues épaissies, l'eau traitée est évacuée par le système à flotteur 2. L'excès de boues est extrait par ouverture de la vanne 5. Le ciel gazeux est maintenu étanche, la vanne 6 sur la sortie 24 étant fermée, ce qui entraîne une

diminution de la pression de P2 à P1.

De manière surprenante, la présence de nitrites au cours du traitement n'a pas été détectée. Ceci pourrait s'expliquer par une réduction instantanée des nitrites. Le procédé selon l'invention permet d'éliminer l'azote $N_2$ avec une production limitée de biomasse, et en évitant la production de nitrites et de nitrates.

# REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement d'effluents chargés en azote dans un réacteur, pour en éliminer l'azote, caractérisé en ce que :
- on prévoit dans le réacteur une anode sur laquelle un biofilm est formé, et une cathode,
- puis on établit des conditions d'anaérobiose dans le réacteur,
- on introduit dans le réacteur un volume d'effluent à traiter,
- on applique et on maintient une différence de potentiel entre l'anode et la cathode pendant la durée du traitement d'élimination de l'azote.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que :
- on équipe le réacteur d'une anode et d'une cathode,
- on introduit dans le réacteur une culture de boues activées enrichie en bactéries autotrophes, le volume de culture introduit étant une fraction, notamment environ 10%, du volume de travail du réacteur, ce volume étant suffisant pour que anode et cathode baignent dans la culture,
- on effectue une phase aérobie de démarrage unique pour assurer la formation du biofilm sur l'anode,
- et ensuite on établit les conditions d'anaérobiose dans le réacteur, on introduit le volume d'effluent à traiter, et on applique et maintient une différence de potentiel entre l'anode et la cathode pendant la durée du traitement d'élimination de l'azote.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la formation du biofilm sur l'anode est effectuée dans un dispositif annexe au réacteur, puis l'anode est transférée dans le réacteur du procédé, après cette phase de conditionnement, pour une utilisation en l'absence d'aération.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on applique progressivement la différence de potentiel, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel étant de plusieurs secondes, selon une croissance sensiblement linéaire.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on applique brusquement la différence de potentiel, la durée pour atteindre la valeur finale de la différence de potentiel étant inférieure à 30 secondes, selon une

croissance sensiblement linéaire.

6. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que la culture est effectuée avec des boues activées provenant d'une usine de traitement d'eaux usées, et pour enrichir cette culture en bactéries autotrophes, on soumet d'abord les boues prélevées à une aération continue, pendant plusieurs jours, notamment quatre jours, pour éliminer la matière organique ; puis un milieu synthétique pour la nitrification, à une concentration relativement basse d'azote ammoniacal, notamment à 100mg/L $N\text{-}NH_4$, est ajouté ; une aération continue pendant plusieurs jours, notamment quatre jours, est effectuée avec oxydation de l'ammonium par nitrification sous forme de nitrates;
- et pour acclimater les bactéries autotrophes de la culture à un effluent dont la concentration en azote ammoniacal est plus élevée, les opérations sont répétées sur la culture en lui ajoutant des milieux à concentrations d'azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$ de plus en plus fortes, notamment 200mg/L puis 300mg/L.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les bactéries autotrophes de la culture ont été acclimatées à une concentration en azote ammoniacal $N\text{-}NH_4$ supérieure à 300mg/L N-NH4, en particulier d'environ 1000mg/L.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que lors de la phase anaérobie un potentiel compris entre 200 et 1100 mV est appliqué à l'anode relativement à un potentiel de référence, notamment le potentiel d'une électrode au calomel saturé.

9. Procédé de traitement d'effluents selon la revendication 8, caractérisé en ce que le potentiel est compris entre 500 et 1100 mV.

10. Procédé de traitement d'effluents selon la revendication 9, caractérisé en ce que le potentiel est de 800 mV.

11. Réacteur pour le traitement d'effluents selon l'une quelconque des revendications précédentes, le réacteur comprenant une enceinte étanche (14), un orifice d'arrivée (23) des effluents, un orifice de sortie (22) des

effluents, un orifice d'extraction de gaz (24) et deux électrodes permettant l'application d'une différence de potentiel aux effluents contenus dans le réacteur.

FIG. 1

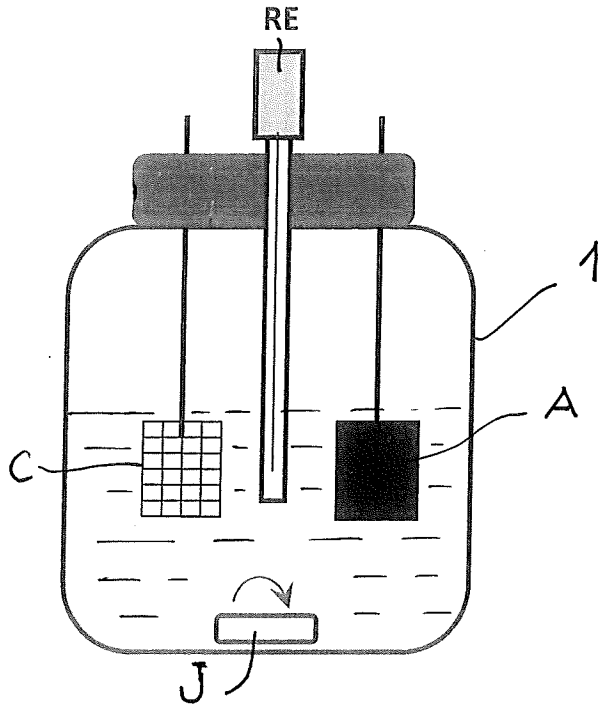



FIG. 2

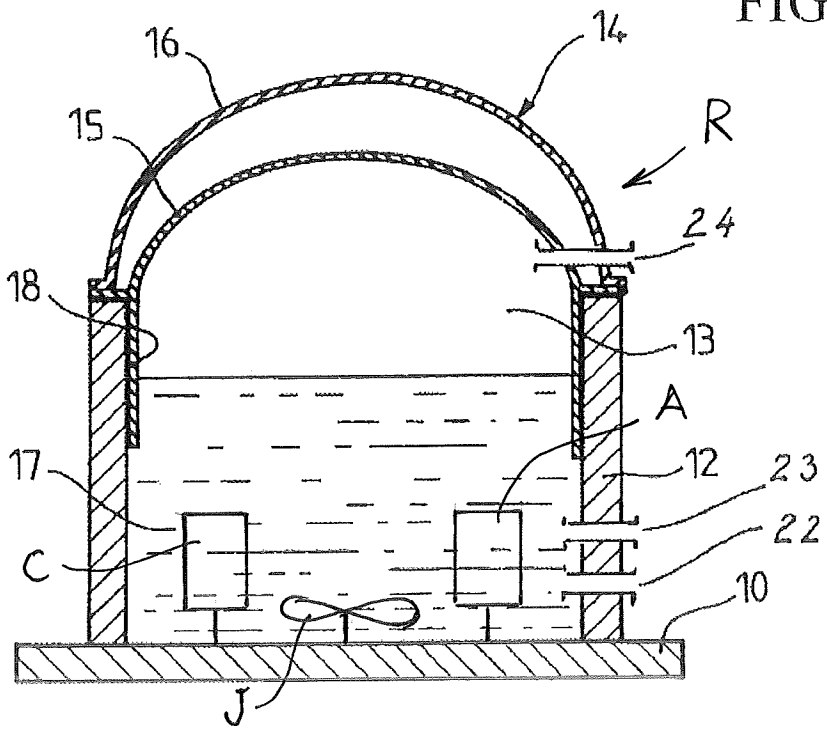


FIG. 3

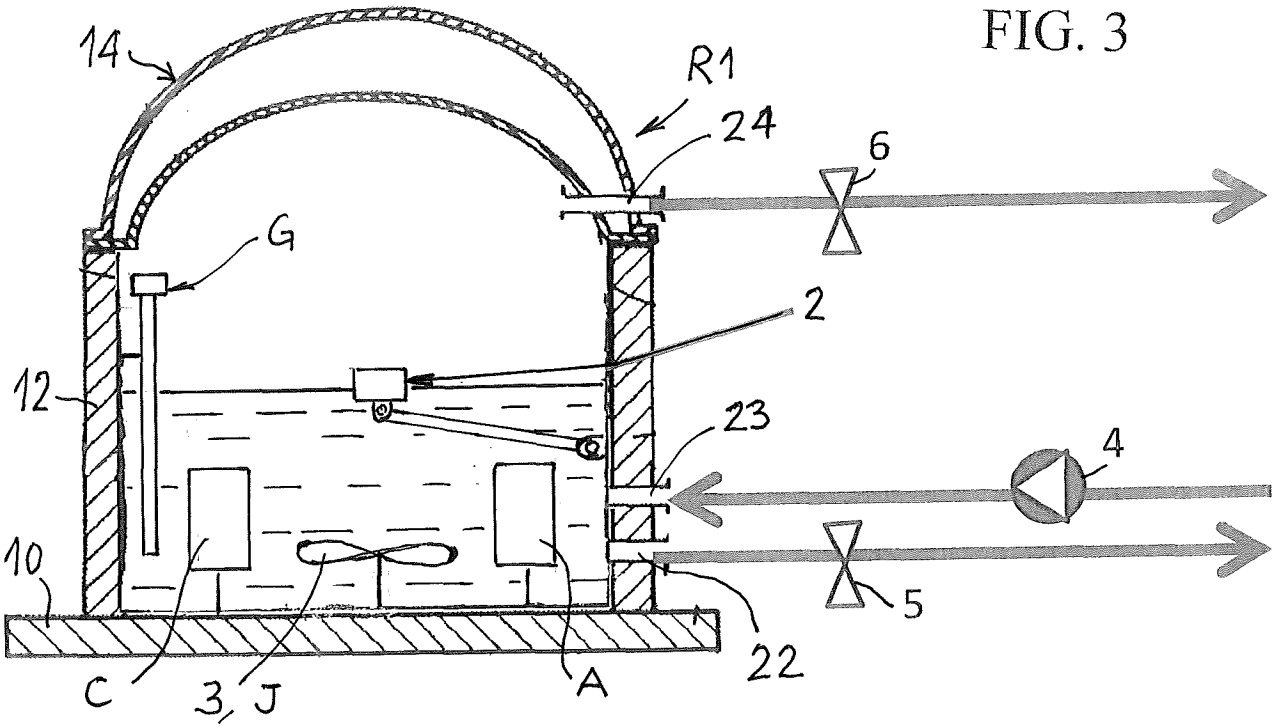



FIG. 4

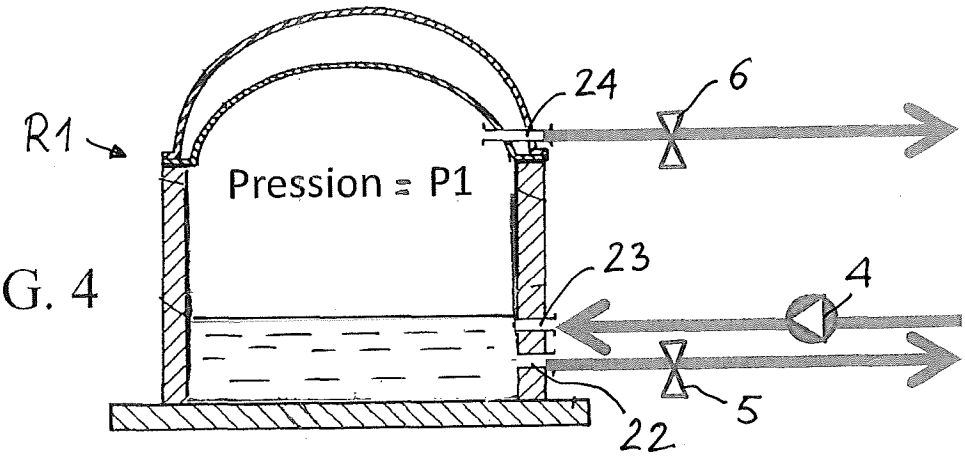
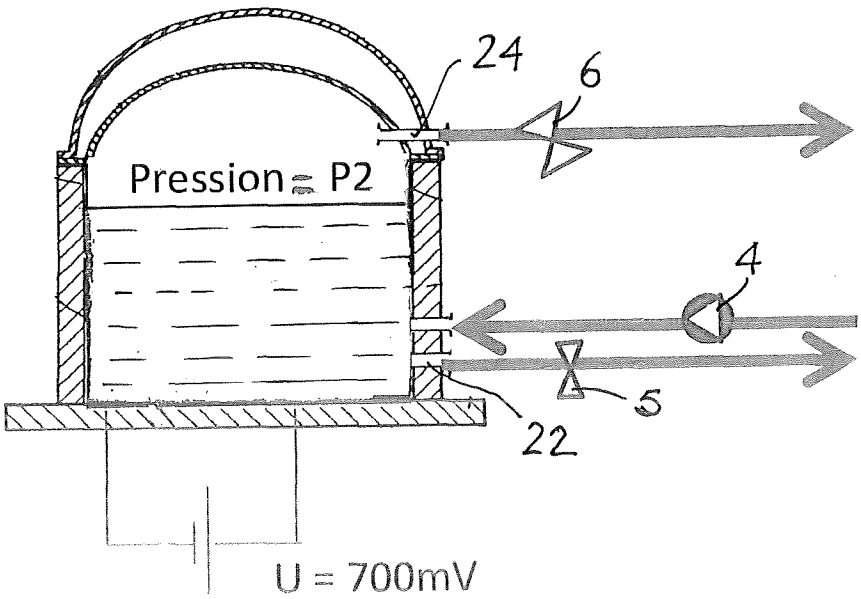



FIG. 5



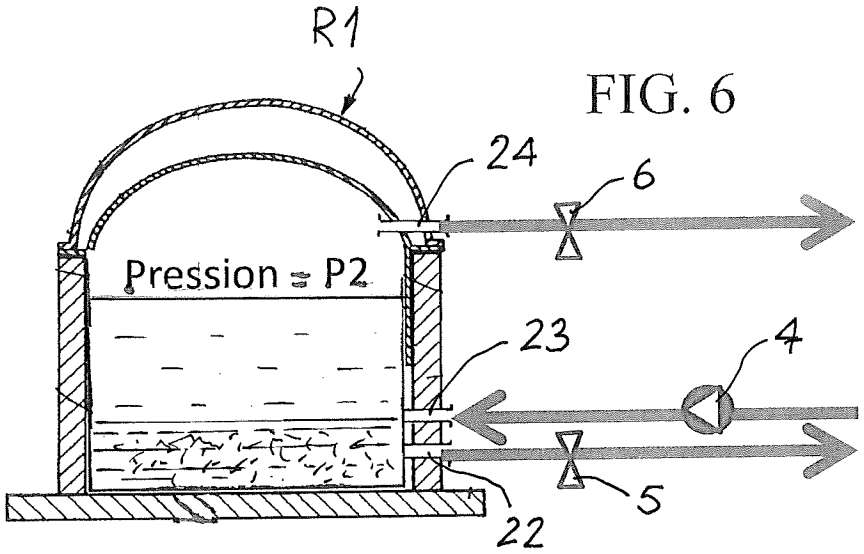



FIG. 6

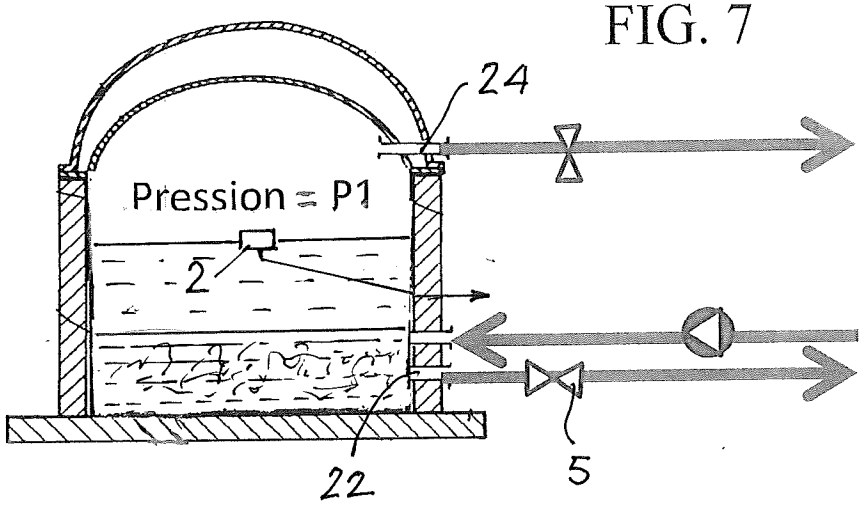



FIG. 7

FIG. 8

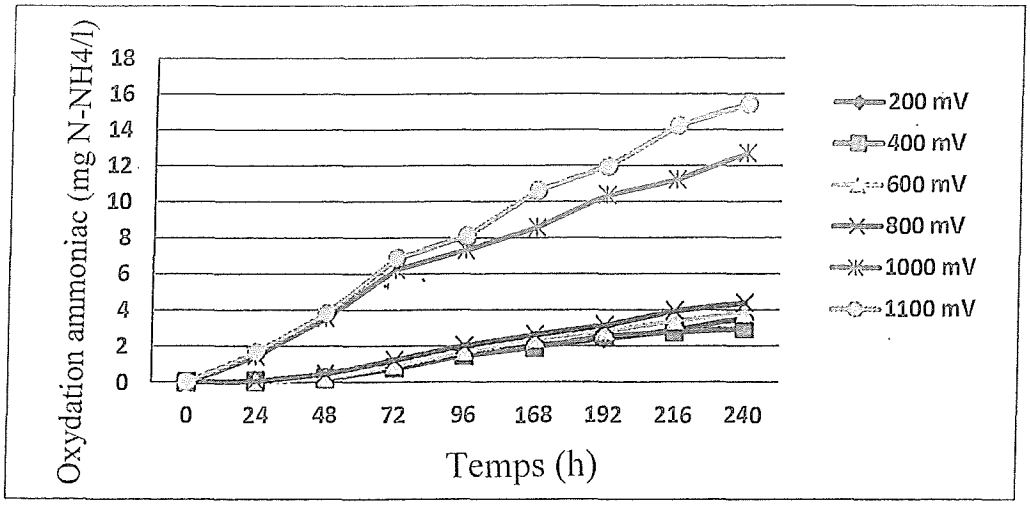



FIG. 9

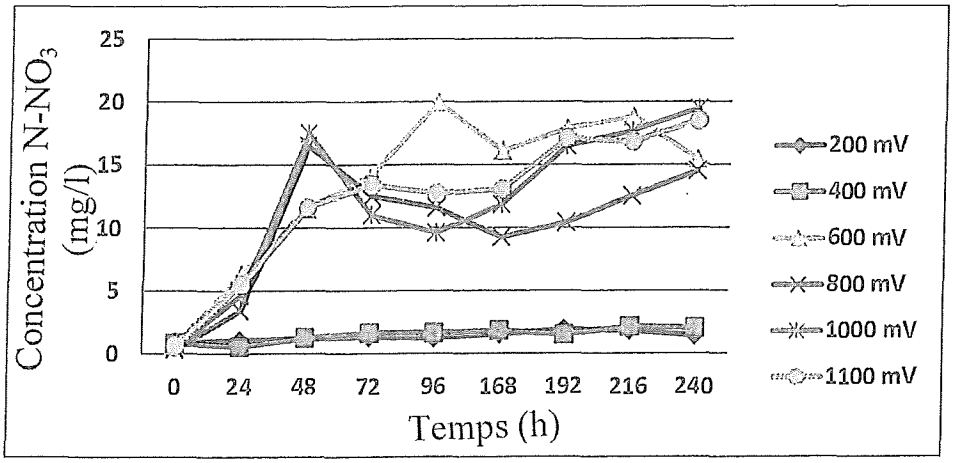
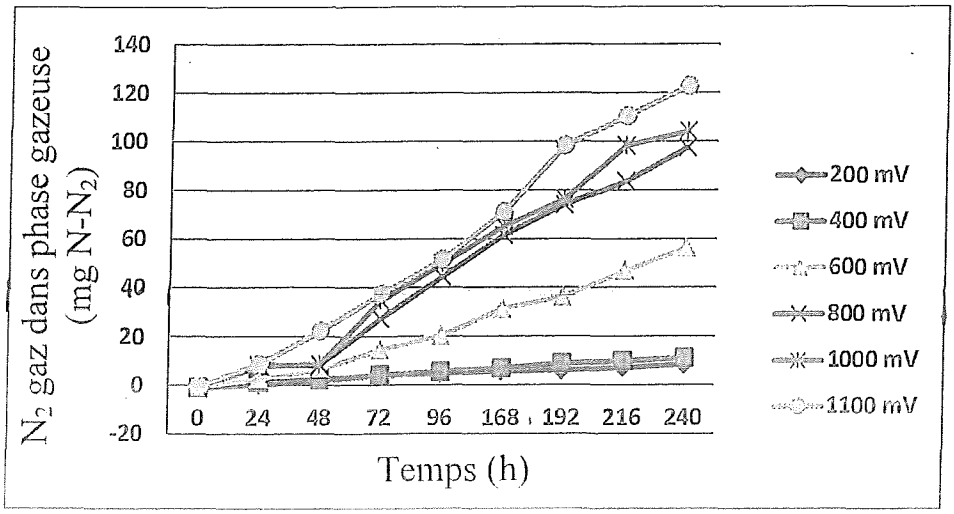



FIG. 10



RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

# RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FA 791586
FR 1363410

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS | | Revendication(s) concernée(s) | Classement attribué à l'invention par l'INPI |
|---|---|---|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | | |
| X | GUOQIANG ZHAN ET AL: "Autotrophic nitrogen removal from ammonium at low applied voltage in a single-compartment microbial electrolysis cell", BIORESOURCE TECHNOLOGY, ELSEVIER BV, GB, vol. 116, 12 février 2012 (2012-02-12), pages 271-277, XP028510919, ISSN: 0960-8524, DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2012.02.131 [extrait le 2012-03-05] * figure 5 * * page 272 - page 273 * * page 275 - page 276 * ----- | 1-11 | C02F1/46 C02F3/00 |
| X | US 2013/112601 A1 (SILVER MATTHEW [US] ET AL) 9 mai 2013 (2013-05-09) * figure 2 * * alinéas [0002], [0046], [0047], [0062], [0092] * ----- | 1,11 | |
| X | CN 102 336 472 B (UNIV DALIAN TECH) 31 juillet 2013 (2013-07-31) * le document en entier * ----- | 1-11 | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C02F |

| Date d'achèvement de la recherche | Examinateur |
|---|---|
| 29 juillet 2014 | Châtellier, Xavier |

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant



EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

## ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1363410 FA 791586

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 29-07-2014
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|---|---|---|
| US 2013112601 A1 | 09-05-2013 | AUCUN | |
| CN 102336472 B | 31-07-2013 | AUCUN | |

EPO FORM P0465