

Rôle de paramètres opérationnels et des substances organiques dans la structure physique des dépôts de surface des filtres plantés de roseaux à écoulement vertical

Manon Kania^{1,2}, Mathieu Gautier¹, Ségolène Loupiac¹, Philippe Michel², Rémy Gourdon¹

(1) Univ Lyon, INSA Lyon, DEEP (Déchets Eaux Environnement Pollutions), EA 7429, 69621 Villeurbanne Cedex, France
(2) Société de Conception Ingénierie & Réalisation Pour l'Épuration (SCIRPE), 5 Allée Alban Vistel, 69110 Sainte Foy Lès Lyon, France

RÉSUMÉ

Dans le système dit « classique français » de filtres plantés de roseaux (FPR) à écoulement vertical, la percolation à travers le milieu filtrant des eaux usées brutes non décantées entraîne la rétention physique de dépôts de surface provenant des matières en suspension apportées par les eaux usées. L'accumulation de ces dépôts au cours du fonctionnement de la station provoque la formation d'une couche de boue principalement à la surface du premier étage de filtre. Les propriétés macroscopiques de cette couche de boue de surface, notamment vis-à-vis de l'écoulement des eaux usées et des transferts d'oxygène, sont déterminées entre autres facteurs par la structure, la composition et l'organisation de la matière particulaire des dépôts. Dans le but de mieux décrire ces phénomènes, des échantillons représentatifs de dépôts de surface ont été prélevés sur 12 stations de filtres plantés de roseaux à écoulement vertical en fonctionnement. Cet article présente les résultats de leur caractérisation physique (granulométrie et agrégation) et discute du rôle des constituants organiques dans ces caractéristiques. Les résultats obtenus ont montré une remarquable similarité de la distribution granulométrique des dépôts des 12 stations et une agrégation relativement modérée mais significative. Les différences de conditions opératoires entre les 12 stations sélectionnées n'ont donc pas d'effet observable sur la distribution granulométrique des dépôts de surface. L'analyse des fractions organiques a montré en outre que la granulométrie et l'agrégation ne peuvent pas être directement liées à la teneur en substances polymériques exocellulaires microbiennes (EPS). Pourtant comparées aux boues activées, dans lesquelles ces substances sont connues pour leur rôle dans la floculation, les dépôts de surface des filtres plantés verticaux ont des taux en EPS totaux du même ordre de grandeur. Les substances dites humiques en revanche ont été analysées dans les dépôts à des teneurs largement plus élevées que les EPS, et leur contribution à l'agrégation des particules dans les dépôts a pu être observée. Ce résultat peut s'expliquer par les conditions d'environnement des dépôts de surface sur les filtres plantés de roseaux, proches de celles que peuvent connaître certains type de sols, qui induisent donc des processus de vieillissement plutôt similaires à ceux observés dans les néosols (rôle des substances humiques).

MOTS-CLÉS : substances polymériques exocellulaires, substances humiques, agrégation, granulométrie

ABSTRACT

In the so-called "classical French system" of constructed wetlands, the percolation through the filter medium of untreated raw wastewater results in the accumulation of sludge deposits which gradually forms a sludge layer mainly on the surface of the first filter stage. The structure, composition and organization of the particulate matter of the deposits are determining factors of the macroscopic properties of the sludge layer, such as permeability, oxygen transfer, etc. In this study, representative samples of surface deposits were collected from 12 French vertical flow constructed wetlands (VFCW) in operation. The results of analyzes showed a remarkable similarity of their particle size distribution, and a relatively moderate but significant aggregation. The differences in operational conditions between the 12 selected treatment plants (age, implementation of additional treatments), did not have any observable effect on the particle size distribution in the sludge deposits. It was also observed that particle size and aggregation were not related to the content of microbial exocellular polymeric substances (EPS). These substances were analyzed in surface deposits at much lower levels than in activated sludges for example, in which their role in the formation of microbial flocs is well documented in the scientific literature. On the other hand, humic substances were analyzed at much higher levels in sludge deposits, suggesting that the contribution of humic substances to the aggregation processes was greater than that of the analyzed EPSs. The environmental conditions of surface deposits on filters planted with reeds thus induce aging processes similar to those observed in neosols.

KEYWORDS: Exocellular Polymeric Substances (EPS), humic substances, particle size, aggregation

Rôle de paramètres opérationnels et des substances organiques dans la structure physique des dépôts de surface des filtres plantés de roseaux à écoulement vertical

Manon Kania, Mathieu Gautier, Ségolène Loupiac, Philippe Michel, Rémy Gourdon

Introduction

En France, les filtres plantés de roseaux (FPR) sont les procédés de traitement des eaux usées domestiques les plus utilisés pour les petites collectivités. En 2016, plus de 4200 stations étaient installées sur le territoire français (Forquet, 2018). Grâce à leur simplicité de fonctionnement, leurs coûts modérés d'installation, d'exploitation et de maintenance, leurs excellentes intégration paysagère et performances épuratoires, les filtres plantés de roseaux ont connu en France et en Europe un essor rapide ces 10 à 20 dernières années. La configuration la plus retrouvée en France, dite « système français classique », est composée de deux étages de filtres verticaux successifs, où le premier étage est alimenté par des eaux usées non décantées. Des variantes se sont cependant développées en intégrant des étapes de traitements complémentaires, notamment pour répondre aux exigences du traitement de l'azote et du phosphore. C'est ainsi que la société SCIRPE a développé, sous la désignation AZOE[®], un ensemble de solutions techniques visant à optimiser le traitement de la charge organique, mais aussi de l'azote et du phosphore (brevets : FR2900921A1 ; EPI857419A1 ; WO201215026A2). La filière AZOE[®] a la particularité d'intégrer un traitement biologique additionnel des eaux usées sur un lit bactérien aérobie, préalable au traitement sur deux étages successifs de filtres plantés. À partir de cette configuration originale, d'autres évolutions techniques ont également vu le jour. Notamment, une étape de précipitation du phosphore par injection de chlorure ferrique en sortie du lit bactérien est proposée dans le procédé AZOE-P[®] et/ou encore, l'immersion partielle des filtres verticaux des deux étages dans les procédés AZOE-N[®] ou AZOE-NP[®]. Ces deux dernières configurations sont destinées à optimiser l'élimination de l'azote par nitrification en zone supérieure aérée des filtres puis dénitrification en zone inférieure immergée en conditions anoxiques.

Quelle que soit la configuration du système, classique ou combinée à d'autres procédés de traitement, la percolation des eaux usées brutes à travers les filtres du premier étage entraîne la formation d'un dépôt de boue en surface, due à la rétention des matières en suspension. Au cours du fonctionnement de la station, l'apport de matières particulaires fait croître l'épaisseur de la couche de boues d'environ 2-3 cm par an (Kim, 2014 ; Molle, 2014). La couche de boues de surface est le premier compartiment du système à être traversé par les eaux usées en fonctionnement normal d'une station. Les caractéristiques

de la matière des dépôts jouent donc un rôle primordial dans le fonctionnement du système (Knowles *et al.*, 2011 ; Nivala *et al.*, 2012). La distribution de la taille des particules et la structure (agrégation et porosité de la matière particulaire) contrôlent à la fois les phénomènes d'écoulement de l'eau mobile, de rétention d'eau immobile, de transferts de gaz (notamment l'oxygène) et de pénétration du système racinaire des végétaux. Ces caractéristiques physiques, associées à la nature et composition de la matière organique notamment, gouvernent également le devenir des nutriments et des micropolluants (Chazarenc & Merlin, 2005 ; Kim *et al.*, 2013 ; Kim *et al.*, 2014 ; Molle, 2014), ainsi que le développement des flores microbiennes et leurs activités métaboliques.

Les caractéristiques de structure et de composition des dépôts de surface restent encore mal connues. Pourtant, de nombreuses stations ont aujourd'hui une durée d'exploitation de plus de 10 ans, et les couches de boue atteignent des épaisseurs conséquentes susceptibles de rendre leur extraction nécessaire pour prévenir un éventuel colmatage des filtres. Approfondir les connaissances dans le domaine s'avère indispensable à la fois pour mieux décrire les processus épuratoires dans une démarche visant à les optimiser, mais aussi pour encadrer au mieux les conditions de valorisation des boues par épandage sur des terres agricoles par exemple.

Cette étude s'inscrit dans un programme de recherche répondant à cet objectif, conduit en partenariat avec l'entreprise SCIRPE spécialisée dans le domaine. Dans ce programme, les dépôts de surface collectés dans de nombreuses stations en fonctionnement ont été analysés à l'étude de techniques analytiques complémentaires poussées, pour certaines jamais utilisées dans le domaine (Kania *et al.*, 2018a ; Kania *et al.*, 2018b ; Kim & Forquet, 2016 ; Kim *et al.*, 2013). Le présent article aborde l'étude de la distribution granulométrique des particules de dépôts de surface et de leur agrégation en lien avec leur teneur en matière organique et plus particulièrement la teneur en composés assimilés à des substances polymériques exocellulaires et en substances humiques dont les rôles sont connus respectivement dans la formation des floccs microbiens et la formation des complexes argilo-humiques dans les sols.

L'étude de la formation et de la croissance des floccs microbiens dans les stations d'épuration de type boues activées a montré le rôle de l'excrétion dans le milieu par les

cellules microbiennes de certains polymères désignés sous le terme de « substances polymériques exocellulaires » (EPS). Ceux-ci forment une matrice tridimensionnelle hydratée souvent qualifiée de mucus dans laquelle les microorganismes peuvent s'envelopper si la production d'EPS est suffisante, en contribuant à l'agrégation d'autres particules organiques ou minérales (Laspidou et Rittmann, 2002). Les substances qualifiées d'EPS peuvent représenter de 25 à 70 % de la masse organique des floccs microbiens dans les systèmes à boues activées (Urbain et al, 1993). Les polysaccharides et les protéines sont les principaux composants des EPS. Les substances humiques peuvent également être associées au mucus microbien dont elles peuvent représenter environ 20 % des polymères présents (Frolund et al., 1996). Plus généralement, une grande diversité de polymères peut se rencontrer dans ce mucus (Wingender et al, 1999), tels que des lipides, des acides nucléiques, des acides uroniques (Frolund et al. 1996 ; Dignac et al. 1998 ; D'Abzac et al. 2010). Mais certains polymères sont plutôt « emprisonnés » de manière fortuite dans le mucus microbien alors que les polymères exocellulaires synthétisés par la flore microbienne dans le but de créer le mucus sont principalement des polysaccharides et, dans une moindre mesure, des protéines ou des polymères mixtes tels que des peptidoglycanes.

Il est possible de distinguer plusieurs types d'EPS suivant l'intensité des liaisons qui les associent aux cellules microbiennes (Nielsen et Jahn, 1999 ; Laspidou et Rittmann, 2002), notamment les EPS dit liés, qui sont fortement associés aux structures externes des cellules, et les EPS dits labiles ou solubles, qui sont faiblement liés aux cellules, voire même non liés. Les EPS labiles sont généralement minoritaires par rapport aux EPS liés dans les agrégats microbiens (Li et Yang, 2007 ; Sheng et al, 2006). Certaines études ont montré que les EPS dits solubles ont un effet important sur l'activité microbienne ainsi que sur les caractéristiques des boues activées (Sheng et Yu, 2007).

I. Matériels et méthodes

I.1. Sélection de stations d'étude et échantillonnage des dépôts de surface

L'étude a porté sur douze stations de filtres plantés de roseaux localisée dans l'Est de la France et sélectionnées pour représenter les principales configurations rencontrées sur le terrain en France. Les critères considérés (tableau 1) ont été l'âge de la station (de quelques mois à onze années de fonctionnement à la date d'échantillonnage), la capacité nominale de traitement (de 290 à 2000 équivalents habitants), la nature des traitements additionnels éventuellement mis en œuvre (aucun dans le système « classique », lit bactérien dans tous les procédés AZOE® de la société SCIRPE, lit bactérien et ajout de FeCl₃ dans les procédés AZOE-P® et -NP®). Les caractéristiques des stations ont été détaillées par ailleurs (Kania, 2018).

Plusieurs kilogrammes de dépôts ont été prélevés à la pelle sur l'ensemble de l'épaisseur de la couche de boues et en 5 à 10 points sur la surface du premier étage de filtre. Les échantillons ainsi collectés sur une même station ont été débarrassés manuellement des rhizomes et des graviers présents, puis mélangés par pelletage sur le terrain. Ils ont ensuite été transportés au laboratoire dans les 3 h après échantillonnage où ils ont été séchés à 35°C puis broyés à 1 mm et conservés à 4°C. L'ensemble des essais et analyses réalisés sur les échantillons a été effectué en triplicats.

I.2. Détermination de la distribution granulométrique et de l'état d'agrégation

La distribution de la taille des particules a été déterminée par un analyseur de particules laser I 190 CILAS, sur une plage de 0,03 et 2500 µm. L'appareil permet d'obtenir un diagramme de distribution des tailles de particules en suspension dans l'effluent de sortie de la station de traitement filtré à 0,45 µm. Dans un second temps, des ultrasons (US) ont été appliqués pendant 1 min à une puissance de 50 W dans l'objectif de disperser les agrégats (Badin et al., 2009 ; Snidaro et al., 1997) avant une nouvelle analyse de granulométrie. Le taux d'agrégation a été calculé indirectement par la quantification de l'effet des US comme expliqué à la figure 1.

I.3. Analyse des constituants organiques

I.3.1. Analyse globale

Le taux de matière organique (MO) a été déterminé par calcination à 550°C de la matière sèche et pesée du résidu minéral.

I.3.2. Analyse des EPS (substances polymériques exocellulaires)

Les EPS ont été extraites des échantillons secs en suivant un protocole opératoire à 3 étapes successives adapté de Li & Yang (2007) et réalisé en triplicats pour chaque échantillon. La première étape consiste à extraire les EPS solubles. Une prise d'essais de 400 mg sec d'échantillon est transférée dans 25 ml d'une solution aqueuse de NaCl à 0,5 g/l puis la suspension est agitée 1 minute au Vortex à température ambiante avant d'être centrifugée à 4000 g pendant 15 minutes à 4°C. Le surnageant est récupéré et filtré avec un filtre en acétate de cellulose à 0,45 µm pour l'analyse du carbone organique total réalisée par oxydation catalytique des composés organiques dissous puis dosage infrarouge du CO₂ formé.

La deuxième étape permet d'extraire les EPS facilement extractibles. Le culot de l'étape précédente est suspendu dans 50 ml d'une solution de NaCl à 0,5 g/l préalablement chauffée à 65°C. Ensuite il y a une étape d'agitation d'1 min au Vortex

Tableau I. Configuration des douze stations sélectionnées (en bleu : système classique sans traitements additionnels ; en vert : filtre bactérien ; en rouge : filtre bactérien + FeCl₃)

Référence des stations	Capacité nominale en EH	Nombre d'années de fonctionnement	Lit bactérien	Ajout FeCl ₃
BAG1	1100	11	Non	Non
BAG2	500	8		
SABAG	800	7		
VIL	350	7		
BAG3	290	4		
BAY	1200	7	Oui	Oui
MIN	1000	6		
NEU	1600	4		
VER	1100	11		
ORB	2000	5		
COR	1000	0,5		
MAT	1600	5		

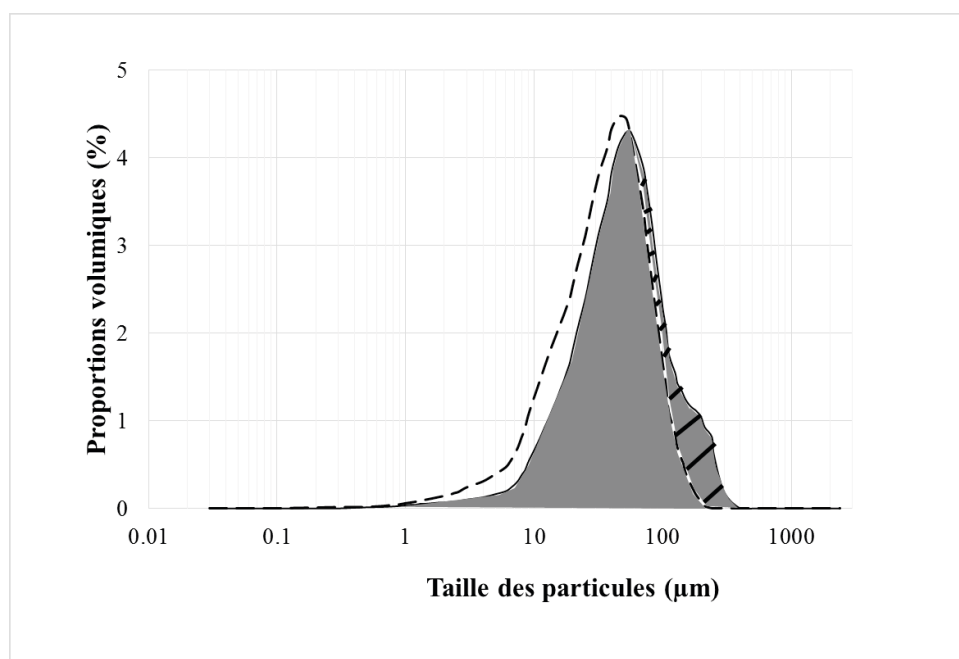


Figure 1. Calcul du taux d'agrégation à partir des courbes de distribution granulométrique avec et sans ultrasons, par le rapport entre la surface hachurée et la surface grisée (adaptée de Badin et al., 2009).

à température ambiante avant une centrifugation à 4000 g pendant 15 min à 4°C. Le surnageant est récupéré et au moins 20 ml de ce surnageant sont filtrés avec un filtre en acétate de cellulose à 0,45 µm pour l'analyse du carbone organique total. Le reste du culot est placé dans une barquette en aluminium au four à 105°C pendant une nuit pour la mesure de la matière sèche.

La dernière étape permet d'extraire les EPS liés. Le culot issu de l'étape 2 est cette fois suspendu dans 50 ml d'une solution aqueuse de NaCl à 0,5 g/l préalablement chauffée à 60°C. Une agitation à la main pendant 30 min à 60°C est ensuite effectuée avant une centrifugation à 4000 g pendant 15 min à 4°C. Au minimum 20 ml de surnageant est filtré à 0,45 µm avec un filtre en acétate de cellulose.

Le reste est introduit dans une barquette en aluminium et placé au four à 105°C pendant une nuit. Le culot est récupéré, le tube est rincé le tube avec quelques ml d'eau permutée et le tout est placé au four pendant une nuit à 105°C pour évaporation.

1.3.3. Analyse des substances dites humiques

Le protocole suivi ici est adapté de celui utilisé par Serra-Wittling *et al.* (1996). Les acides humiques (AH) et acides fulviques (AF) sont extraits à partir d'un gramme d'échantillon de dépôt de boue mélangé avec 50 ml de NaOH à 0.1 M et agité durant 2 h. Cette fraction soluble en milieu alcalin (AH+AF) est récupérée par centrifugation à 10 000 g durant 15 min puis filtrée à 0,45 µm par des filtres d'acétate de cellulose Sartorius. Le pH du surnageant est acidifié jusqu'à pH 1,5 par ajout d'H₂SO₄ à 1 M. Après une nuit à +4°C, la fraction fulvique soluble en milieu acide (AF) est séparée de la fraction humique insoluble (AH) par centrifugation à 6000 g durant 15 min et est recueillie après filtration (filtres d'acétate de cellulose Sartorius à 0,45 µm).

Le carbone des deux extraits obtenus (AH+AF et AF) est dosé par un analyseur de carbone en milieu liquide. L'appareil utilisé est le SHIMADZU TOC-L avec injecteur automatique.

2. Résultats et discussions

Les courbes de distribution granulométrique obtenues sur l'un des échantillons avec et sans application d'ultrasons sont données à la figure 2. Les résultats obtenus avec les 11 autres échantillons se sont avérés remarquablement similaires (Kania *et al.*, 2018). Les différences de conditions

opératoires entre les 12 stations sélectionnées (présence ou non de traitements additionnels, nombre d'années de fonctionnement, cf. tableau 1) n'ont donc pas d'effet observable sur la distribution granulométrique des dépôts de surface.

La figure 2 montre que le traitement aux ultrasons conduit à décaler les courbes légèrement vers la gauche, révélant la libération de particules plus fines par la rupture de certains agrégats. Le phénomène reste cependant d'ampleur relativement faible. Le taux d'agrégation, calculé à partir des surfaces sous les courbes obtenues pour chaque échantillon avec et sans ultrasons, varie ainsi entre 12 et 24 %.

Pour les 12 stations étudiées ici, la figure 3 illustre la distribution des valeurs du taux d'agrégation des dépôts de surface selon l'âge de la station d'origine d'une part (en abscisses) et la nature des éventuels traitements additionnels identifiés par la couleur des points représentatifs de chaque échantillon.

Dans la plage étudiée ici entre 0,5 et 11 ans, le nombre d'années de fonctionnement des stations n'a pas d'effet significatif sur le taux d'agrégation. Les dépôts issus de stations avec ajout de chlorure ferrique (points rouges sur la figure 4) semblent présenter cependant un taux d'agrégation légèrement plus élevé que les autres à âge égal. Le pouvoir coagulant du FeCl₃ semble donc induire une meilleure agrégation des dépôts sur les premières années de fonctionnement des stations. Il semblerait que les évolutions des dépôts sur les stations tendent à réduire les différences observées.

Les résultats quantitatifs d'extraction des EPS sont présentés dans la figure 4 pour les 12 échantillons de dépôts de surface analysés ici.

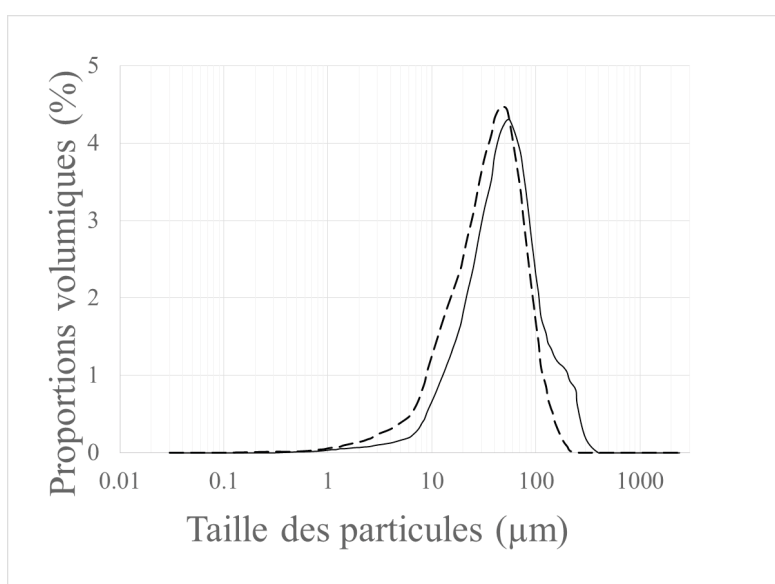


Figure 2. Courbes typiques de distribution granulométrique obtenues par granulométrie laser pour un échantillon de dépôt de surface dispersé dans l'effluent de sortie filtré à 0,45 µm (ligne continue : suspension sans ultrasons (US) ; ligne hachurée : suspension soumise aux US pendant 1 min à 50 W).

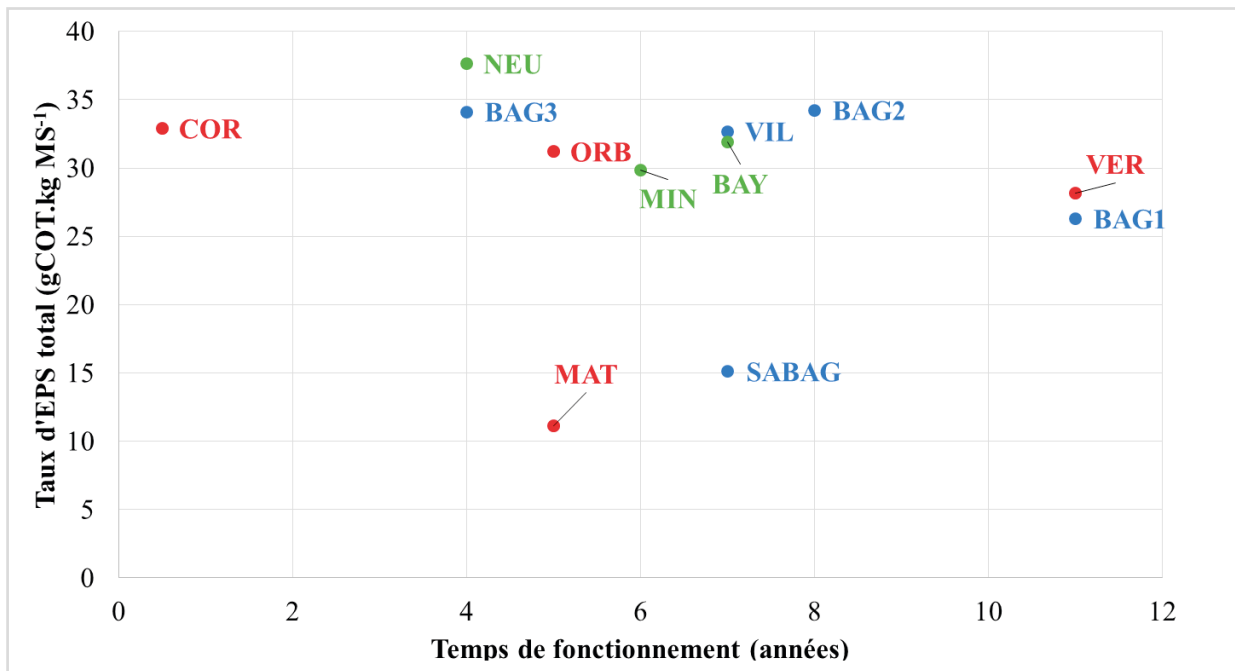


Figure 3. Taux d'agrégation des dépôts de surface selon l'âge de la station d'origine en abscisses et la nature des éventuels traitements additionnels (points bleus : système classique sans traitements additionnels ; points verts : filtre bactérien ; point rouge : filtre bactérien + FeCl₃)

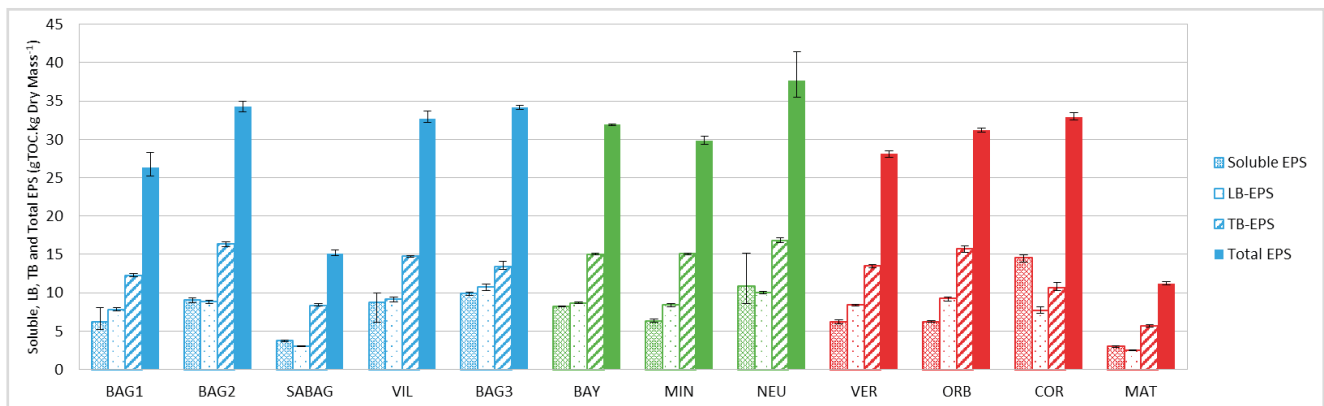


Figure 4. Taux d'EPS solubles, faiblement liés, fortement liés et totaux dans les 12 échantillons de dépôts de surface

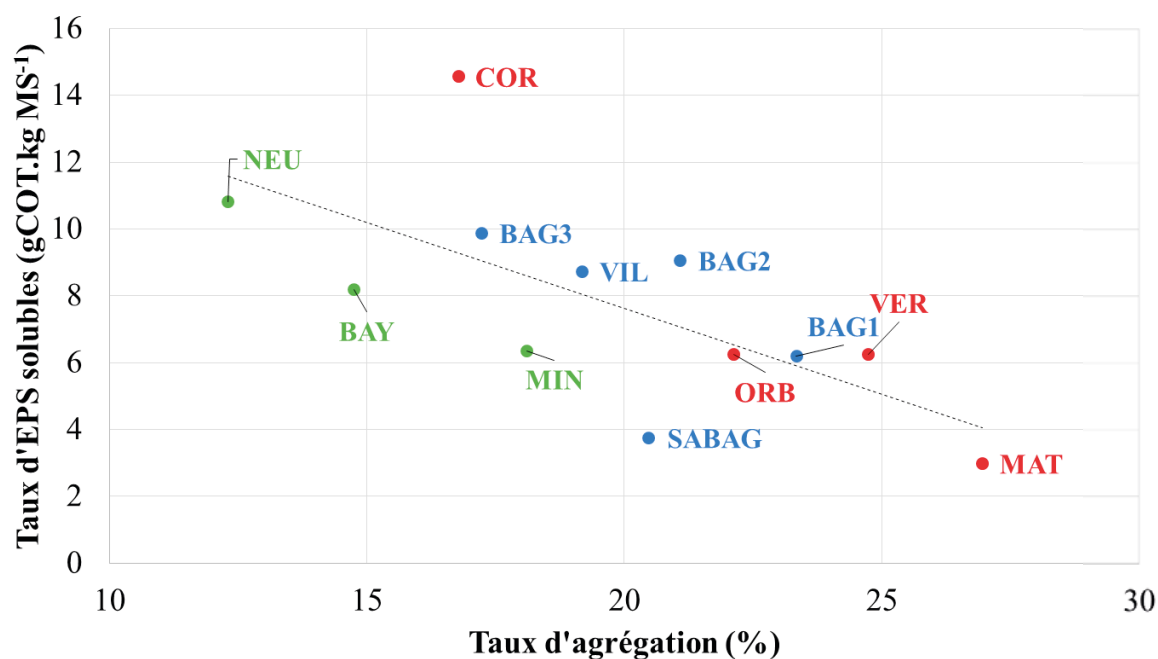
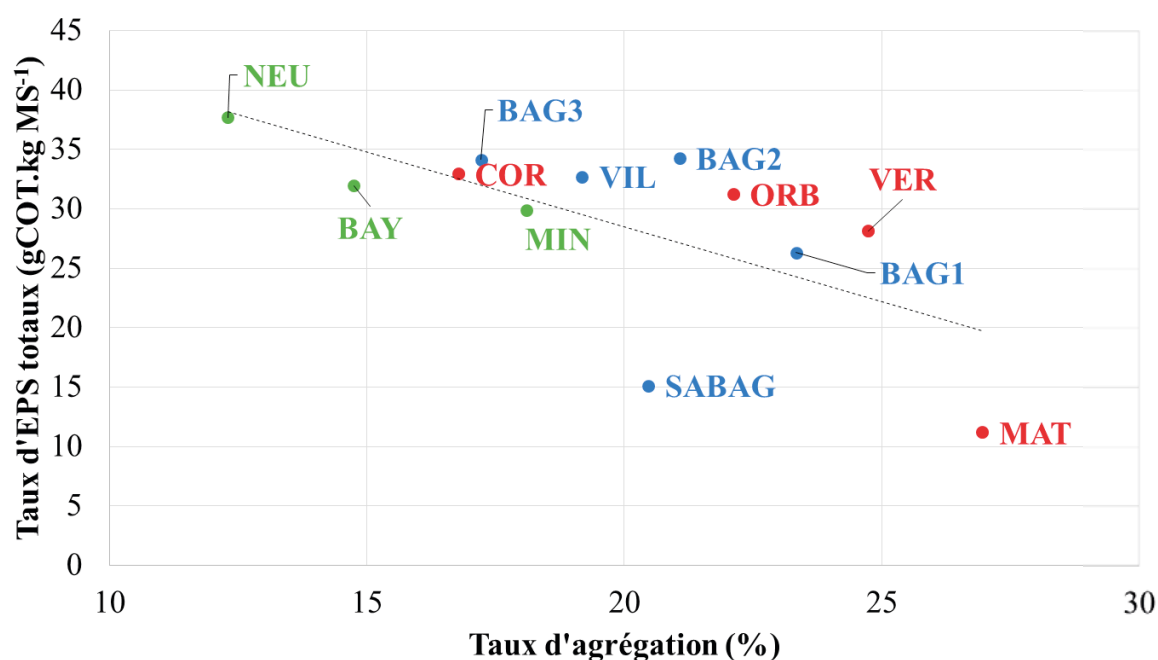
Pour chacun des échantillons, la fraction des EPS « faiblement liés » a été quantifiée à des teneurs voisines de celles des EPS « solubles », alors que la fraction des EPS « fortement liés » a été analysée à des teneurs plus élevées. De manière similaire, Li & Yang (2007) ont rapporté sur des boues activées une prédominance des EPS fortement liés, analysés à une teneur de l'ordre de 20 g/kg de MS, pour une teneur globale en EPS de 25 g/kg de MS. Dominguez *et al.* (2010) ont obtenu des teneurs en EPS totaux de l'ordre de 36 g/kg de MS dans les boues activées, avec également une forte proportion d'EPS « fortement liés », de l'ordre de 33 g/kg de MS. Les dépôts de surface des filtres plantés verticaux ont ainsi des taux en EPS totaux du même ordre de grandeur que les boues activées, mais s'avèrent cependant plus riches que les boues activées en EPS « solubles » et « faiblement liés ».

La figure 5a révèle que les dépôts de surface dont la teneur en EPS totaux est la plus élevée ont tendance à présenter un taux d'agrégation plus faible que les autres. On peut penser que ce phénomène est plus particulièrement lié à l'augmentation de la teneur en EPS faiblement liés ou solubles (figures 5b et c) qui est proportionnellement plus forte que celle des EPS totaux. Ce sont en effet ces types d'EPS qui sont connus pour leurs effets perturbateurs de la floculation des boues activées (Li & Yang, 2007).

La figure 6 illustre la distribution du taux global d'EPS analysé dans les différents dépôts de surface en fonction de l'âge des stations en abscisses et des traitements additionnels éventuels (couleur des points). Aucun de ces facteurs ne semble avoir d'influence sur la variable mesurée. La production d'EPS ne semble donc pas être gouvernée par l'âge de la station et la présence ou non de traitements additionnels.

Ces résultats peuvent s'expliquer par les conditions environnementales que connaissent les dépôts de surface des FPR verticaux. En surface des filtres, ceux-ci sont en effet soumis à un régime dynamique de percolation avec alternance de phases d'écoulement et de drainage (voire séchage) liée au régime d'alimentation séquentielle des filtres (1 semaine d'alimentation, 2 semaines de repos pour le premier étage de filtres). Les dépôts sont en outre soumis à l'ensoleillement, au contact avec l'air et à la croissance de macrophytes. Ces conditions s'apparentent davantage à celles que connaissent les sols plutôt que les boues activées, ce qui peut expliquer la contribution faible voire nulle des EPS dans les phénomènes d'agrégation.

Il est possible en outre que les EPS formées participent à des processus de recombinaison conduisant à la formation de substances plus complexes et stables, tels que les composés dits humiques et fulviques. Les EPS totaux ne représentent ainsi qu'une part minoritaire de la matière organique des dépôts de surface (moins de 20 % comme le montre la figure 7). Dans tous les dépôts de surface analysés ici, les taux de substances humiques sont bien plus élevés que ceux des EPS totaux (figure 7). Il est donc probable que ces composés contribuent aux processus d'agrégation des dépôts de surface se déroulant au sein de la couche de boues au cours des années de fonctionnement des stations.



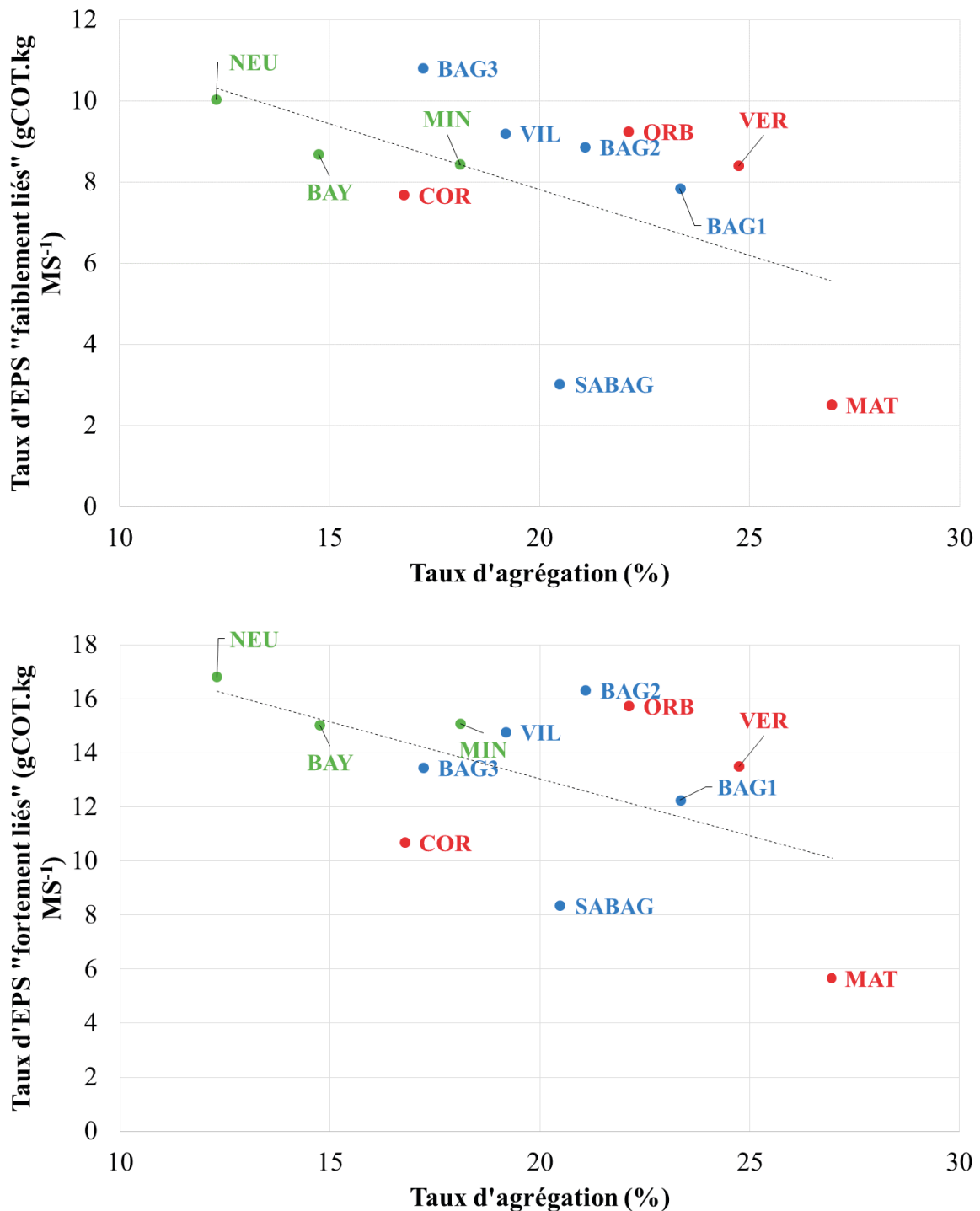


Figure 5. Représentation du taux d'agrégation mesuré dans les 12 dépôts de surface en fonction de leur teneur globale en EPS totaux (a), EPS solubles (b), EPS faiblement liés (c) et EPS fortement liés (d) (points bleus : système classique sans traitements additionnels ; points verts : filtre bactérien ; points rouges : filtre bactérien + FeCl₃)

Conclusion

Les résultats de cette étude montrent en premier lieu une remarquable similarité des caractéristiques physiques (granulométrie et agrégation) des dépôts de surface prélevés dans les 12 stations FPR sélectionnées. Ni l'âge de la station ni la

mise en œuvre de traitements complémentaires (lit bactérien et/ou injection de FeCl₃) n'ont d'influence observable sur la distribution granulométrique. L'injection de chlorure ferrique semble cependant favoriser l'agrégation des particules dans les dépôts. L'analyse des fractions organiques n'a montré aucune relation entre la teneur en substances polymériques exocellulaires microbiennes (EPS) et les caractéristiques

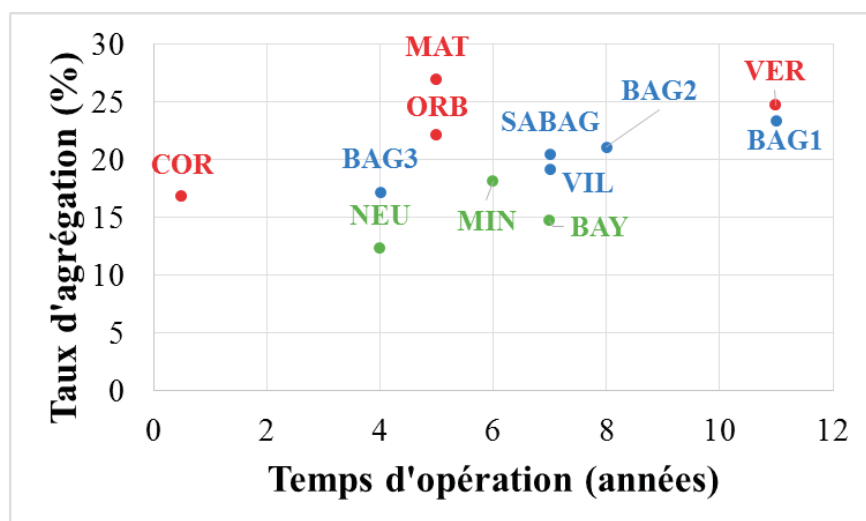


Figure 6. Teneur globale en EPS analysée dans les dépôts de surface selon l'âge de la station d'origine en abscisses et la nature des éventuels traitements additionnels (points bleus : système classique sans traitements additionnels ; points verts : filtre bactérien ; points rouges : filtre bactérien + FeCl3)

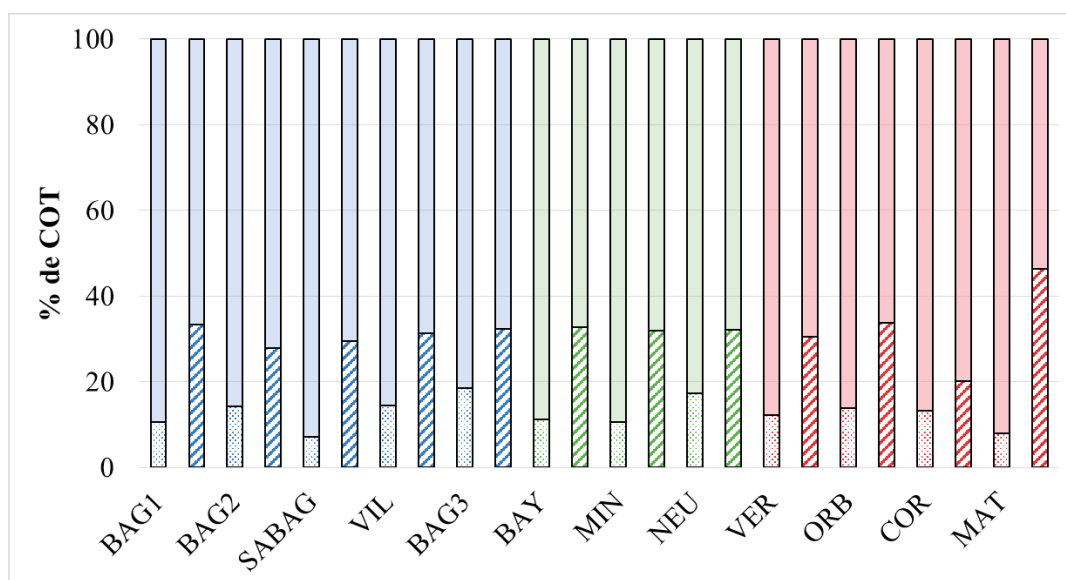


Figure 7. Proportion des EPS totaux (représentée par des points) et des substances humiques (en hachurés) dans la matière organique particulaire des dépôts de surface analysés

physiques (granulométrie et agrégation) des dépôts. Pourtant, comparées aux boues activées où le rôle de ces substances dans la floculation est connu, les dépôts de surface des filtres plantés verticaux ont des taux en EPS totaux du même ordre de grandeur. D'autre part, les résultats de l'étude montrent que les substances dites humiques sont présentes dans les dépôts à des teneurs largement plus élevées que les EPS. Leur contribution à l'agrégation des particules dans les dépôts a été observée dans une précédente étude (Kania *et al.*, 2018a). Ce résultat suggère une certaine homologie entre les boues de surface de FPR et les sols au regard du rôle des substances dites humiques prépondérant par rapport à celui des EPS. Ceci peut s'expliquer par les conditions d'environnement des dépôts de surface sur les filtres plantés de roseaux, proches de celles que peuvent connaître certains types de sols.

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un doctorat avec financement CIFRE en partenariat avec la société SCIRPE qui a permis entre autres l'accès aux stations FPR. Les auteurs remercient l'ANRT et SCIRPE pour leur soutien.

Références bibliographiques

Badin Anne-Laure, Méderel Guillaume, Béchet Béatrice, Borschneck Daniel, Delolme Cécile (2009). Study of the aggregation of the surface layer of Technosols from stormwater infiltration basins using grain size analyses with laser diffractometry. *Geoderma*, 153(1-2), 163-171. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2009.07.022>

- Chazarenc F., Merlin G. (2005). Influence of surface layer on hydrology and biology of gravel bed vertical flow constructed wetlands. *Water Science & Technology*, 15(9), 91-97. <https://doi.org/10.2166/wst.2005.0295>
- D'Abzac Paul, Bordas François, Joussein Emmanuel, van Hullebuch Eris, Lens Piet N.L., Guibaud Gilles, (2010) Characterization of the mineral fraction associated to extracellular polymeric substances (EPS) in anaerobic granular sludge. *Environmental Science Technology*, 44(1), 412-418. <https://doi.org/10.1021/es901912g>
- 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 Science & Technology*, 38(8-9), 45-53. [https://doi.org/10.1016/S0273-1223\(98\)00676-3](https://doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00676-3)
- Dominguez L., Rodriguez M., Prats D. (2010). Effect of different extraction methods on bound EPS from MBR sludges. Part I: Influence of extraction methods over three-dimensional EEM fluorescence spectroscopy fingerprint. *Desalination*, 261(1-2), 19-26. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.05.054>
- Frolund Bo, Palmgren Rikke, Keiding Kristian, Nielsen Per Halkjær (1996). Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Research*, 30(8), 1749-1758. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(95\)00323-1](https://doi.org/10.1016/0043-1354(95)00323-1)
- Kania M. (2018a). Caractérisation des dépôts de surface des filtres plantés de roseaux à écoulement vertical. Rôle et évolution de la matière organique particulaire. In : *Chimie de l'Environnement*, Université de Lyon, INSA de Lyon, pp. 266.
- Kania M., Gautier M., Michel P., Gourdon R. (2018b). Study of aggregation in surface sludge deposits from 14 full-scale French constructed wetlands using particle size distribution and dynamic vapor sorption analyses. *Water Science & Technology*, 77(1), 79-90. <https://doi.org/10.2166/wst.2017.523>
- Kania M., Gautier M., Ni Z., Bonjour E., Guegan R., Michel P., Jame P., Liu J., Gourdon R. (2018c). Analytical indicators to characterize Particulate Organic Matter (POM) and its evolution in French Vertical Flow Constructed Wetlands (VFCWs). *The Science of the Total Environment*, 622-623, 801-813. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.11.357>
- Kim Boram (2014). Devenir du phosphore dans les filtres plantés de roseaux : étude de sa rétention/libération et des facteurs d'influence. In : *Sciences de l'Environnement Industriel et Urbain*, Université de Lyon, INSA Lyon, pp. 203.
- Kim Boram, Forquet Nicolas (2016). Pore-scale observation of deposit within the gravel matrix of a vertical flow constructed wetland. *Environmental Technology*, 37(24), 3146-3150. <https://doi.org/10.1080/09593330.2016.1178334>
- Kim B., Gautier M., Michel P., Gourdon R. (2013). Physical-chemical characterization of sludge and granular materials from a vertical flow constructed wetland for municipal wastewater treatment. *Water Science & Technology*, 68(10), 2257-2263. <https://doi.org/10.2166/wst.2013.485>
- Kim B., Gautier M., Prost-Boucle S., Molle P., Michel P., Gourdon R. (2014). Performance evaluation of partially saturated vertical-flow constructed wetland with trickling filter and chemical precipitation for domestic and winery wastewaters treatment. *Ecological Engineering*, 71, 41-47. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2014.07.045>
- Knowles Paul, Dotro Gabriela, Nivala Jaime, García Joan (2011). Clogging in subsurface-flow treatment wetlands: Occurrence and contributing factors. *Ecological Engineering*, 37(2), 99-112. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2010.08.005>
- Laspidou Chrysi S., Rittmann Bruce E. (2002) A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass. *Water Research*, 36 (11), 2711-2720. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00413-4](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00413-4)
- Li X.Y., Yang S. (2007) Influence of loosely bound extracellular polymeric substances (EPS) on the flocculation, sedimentation and dewaterability of activated sludge. *Water Research*, 41(5), 1022-1030. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.06.037>
- Molle Pascal (2014). French vertical flow constructed wetlands: a need of a better understanding of the role of the deposit layer. *Water Science & Technology*, 69(1), 106-112. <https://doi.org/10.2166/wst.2013.561>
- Nielsen Per H., Jahn Andreas (1999) Extraction of EPS. In: Wingender J., Neu T., Flemming H.C. (Eds.), *Microbial Extracellular Polymeric Substances*. Springer Berlin Heidelberg, New York, pp. 49-72. https://doi.org/10.1007/978-3-642-60147-7_3
- Nivala Jaime, Knowles Paul, Dotro Gabriela, Garcia Joan, Wallace Scott (2012). Clogging in subsurface-flow treatment wetlands: measurement, modeling and management. *Water research*, 46(6), 1625-1640. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.12.051>
- Serra-Wittling Claire, Barriuso Enrique, Houot Sabine (1996). Impact of composting type on composts organic matter characteristics. In : de Bertoldi M., Sequi P., Lemmes B., Papi T. (eds), *The Science of Composting*. Springer, Dordrecht, pp. 262-273. https://doi.org/10.1007/978-94-009-1569-5_26
- Sheng Guo-Ping, Yu Han-Qing (2007) Formation of extracellular polymeric substances from acidogenic sludge in H₂-producing process. *Applied Microbiology Biotechnology*, 74, 208-214. <https://doi.org/10.1007/s00253-006-0634-9>
- Sheng Guo-Ping, Yu Han-Qing, Li Xiao-Yan (2006) Stability of sludge flocs under shear conditions: roles of extracellular polymeric substances (EPS). *Biotechnology Bioengineering*, 93(6), 1095-1102. <https://doi.org/10.1002/bit.20819>
- Snidaro D., Zartarian F., Jorand F., Bottero J.-Y., Block J.-C., Manem J. (1997). Characterization of activated sludge flocs structure. *Water Science & Technology*, 36(4), 313-320. <https://doi.org/10.2166/wst.1997.0146>
- Urbain V., Block J.C., Manem J. (1993) Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach. *Water Research*, 27(5), 829-838. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(93\)90147-a](https://doi.org/10.1016/0043-1354(93)90147-a)
- Wingender Jost, Neu Thomas R., Flemming Hans-Curt (1999) *Microbial Extracellular Polymeric Substances*. J. Wingender, T.R. Neu, H.C. Flemming (eds.), Springer, Berlin, Heidelberg, 258 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-60147-7>