
Test d'affaissement pour l'estimation du seuil d'écoulement

Le test d'affaissement (slump test en anglais) a été initialement développé par Murata [89] dans le but de quantifier la qualité évolutive dans le temps du béton avant prise. Ce test permet de classer les bétons suivant une échelle de fluidité croissante : ferme, plastique, fluide.

Ce test est une version simplifiée de la technique uniaxiale de compression. Baudez et al. [59,90] ont emprunté le test d'affaissement dans le but de déterminer la contrainte seuil d'écoulement des boues ayant des siccités entre 5 et 15 % directement sur le site de la station d'épuration. La contrainte seuil déterminée par le test d'affaissement, τ_1 , peut être déduite de la hauteur d'affaissement h avec l'équation suivante :

$$h = H + \frac{m_0}{\rho\pi R} - \frac{2\tau_1}{\rho g} \left(1 + \ln \left(\frac{\rho g \left(H + \frac{m_0}{\rho\pi R} \right)}{2\tau_1} \right) \right) \quad \text{Équation}$$

16

Avec H est la hauteur initiale du cylindre, ρ représente la masse volumique, g la gravité et R le rayon du cylindre (Figure 18). Pour les boues difficiles à mettre en écoulement, une charge de masse m_0 a été ajoutée au-dessus de l'échantillon cylindrique afin de forcer les boues à s'écouler. Il s'agit donc d'une version simplifiée du test de compression uniaxial.

La confrontation avec les résultats obtenus par la rhéométrie conventionnelle s'est avérée très satisfaisante [59,90].

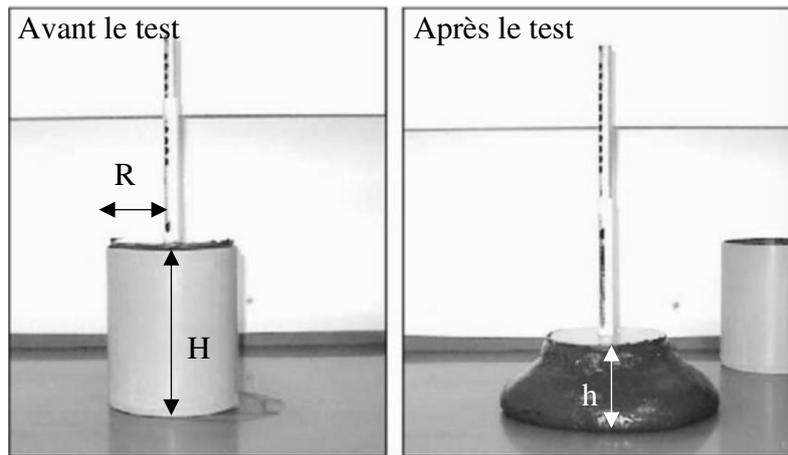


Figure 18 : Le test d'affaissement modifié avec la charge supplémentaire. La boue résiduaire a une siccité de 5 à 15 % [59].

Ce test peut être très pratique pour évaluer la contrainte seuil des boues in situ. Néanmoins, il n'est pas valable sur des boues pâteuses. En effet, avec une masse m_0 suffisante, une fracturation latérale apparaît dans la boue comme dans les tests de compression uniaxiale.

2.5. Bilan sur les techniques utilisées

L'ensemble de ces travaux montre que les techniques de caractérisation rhéologique utilisées sont limitées par l'état physique du matériau. Les rhéométries rotationnelle et capillaire ne peuvent être mises en œuvre qu'avec des matériaux qui peuvent s'écouler. En effet, dans le rhéomètre capillaire, les boues pâteuses ne s'écoulent pas à travers le tube, mais glissent et dans le rhéomètre rotatif, les boues se fracturent même à petite déformation de cisaillement.

Pour parvenir à réaliser des mesures rhéologiques en écoulement, les boues étaient prétraitées par tamisage et/ou prémalaxage. Cependant, le tamisage change la composition du matériau à étudier et le prémalaxage est susceptible de modifier la microstructure des floes des boues [29]. Les résultats obtenus ne sont alors plus représentatifs du matériau initial. De plus, pour éviter l'étape de prétraitement des boues, les mesures étaient limitées à très faibles déformations [7,60,87].

En pratique, puisque la boue est mise en mouvement dans les sècheurs agités, ce sont essentiellement les caractéristiques d'écoulement qui retiennent notre attention. Les mesures obtenues à très faibles déformations peuvent caractériser le comportement rhéologique des boues au repos, par exemple, pour expliquer le comportement des boues pendant le stockage, pour étudier l'influence du temps de vieillissement et de la floculation, etc. Néanmoins, l'exploitation de ces informations pour prédire un comportement en séchage ou des propriétés

d'écoulement, semble extrêmement limitée. Il est donc nécessaire de développer de nouvelles techniques ou procédures pour corriger l'impact des fractures sur une large gamme de déformations pour comprendre le comportement des boues pâteuses en écoulement dans le sécheur.

2.6. Influence de la siccité sur les caractéristiques rhéologiques

La littérature montre que les paramètres de type solide d'une boue (la contrainte seuil τ_y , la consistance k et les modules viscoélastiques G' et G'') suivent une loi de puissance [7,31,57,64] avec la siccité, tandis que les paramètres de type liquide (viscosité infinie μ) suivent une relation exponentielle [31,57] :

$$\tau_y = A(Si - Si_0)^n \quad \text{Équation 17}$$

$$\mu = \mu_0 \exp(\beta \cdot Si) \quad \text{Équation 18}$$

Où μ_0 est la viscosité du milieu liquide. A , β et n sont des paramètres des modèles. Si_0 est la concentration critique associée à l'existence d'une structure solide. C'est également la concentration à partir de laquelle la matière solide est en quantité suffisante pour permettre l'élaboration d'un réseau de particules en percolation tel que la boue ne sédimente pas. La valeur de Si_0 varie d'une étude à une autre selon la composition de la boue mais elle est généralement comprise entre 1 et 3 % de siccité [54,57,64,91,92].

L'équation 17 est souvent utilisée dans les suspensions colloïdales. L'exposant n est relié à la dimension fractale de floccs [91,93,94]. Plus l'exposant est petit, plus la structure comporte des espaces vides [95]. Cette approche est tout à fait en accord avec les résultats de Baudez [91] qui a montré que l'exposant fractal pour une boue minérale est plus grand que celui d'une boue organique (la boue organique contient plus de matière organique que la boue minérale). En effet, la boue organique contient plus de macromolécules (lipides, fibres, protéines, amidon, ...) que la boue minérale et donc a une plus grande porosité (espaces vides) [91].

Le modèle de loi de puissance a été utilisé pour décrire l'évolution des paramètres rhéologiques de type solide pour des siccité de 2 à 27 % (Figure 19) [7,54,57,64,91,92].

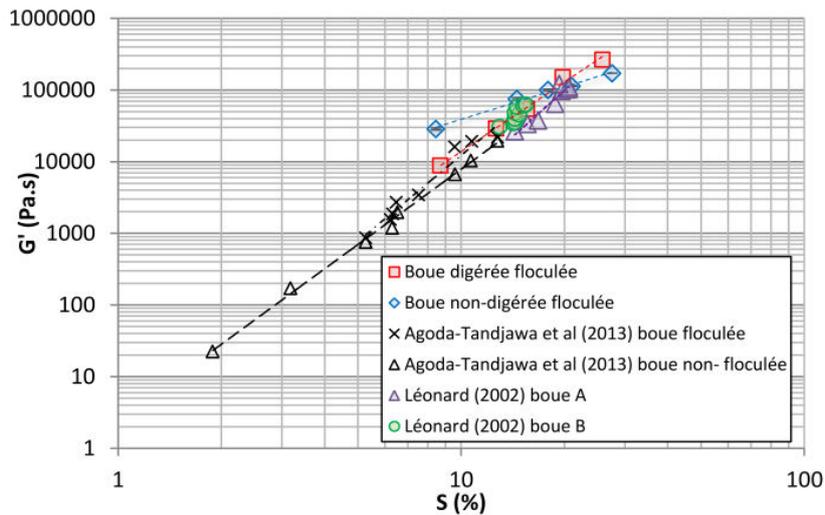


Figure 19 : Évolution du module élastique en fonction de la siccité pour les deux boues utilisées dans la thèse de Charlou [7] et d'autres boues trouvées dans la littérature.

3 Extension aux suspensions et pâtes granulaires

Une suspension granulaire est un mélange d'inclusions solides non browniennes de taille typiquement supérieure à la dizaine de micromètres immergées dans un fluide à seuil ou sans. Ces matériaux sont rencontrés dans la nature (laves torrentielles, sédiment en rivière, boues), dans l'industrie agroalimentaire (semoule), du bâtiment (béton, ciment), pharmaceutique (dentifrices, crèmes exfoliantes ou gommantes), etc. (Figure 20).



Figure 20 : Laves torrentielles (à gauche). Béton (au milieu). Dentifrice (à droite).

La fraction (ou concentration) volumique en particules ϕ est un paramètre incontournable pour caractériser les suspensions granulaires. Cette concentration s'exprime comme le rapport du volume occupé par les particules sur le volume total occupé par l'empilement, défini par la hauteur de sa surface libre.

Deux valeurs limites de ϕ sont définies pour connaître la nature de l'empilement de ces systèmes, notées ϕ_c et ϕ_m , correspondant respectivement à l'empilement le plus lâche possible mécaniquement stable et à l'empilement le plus compact possible (Figure 21).

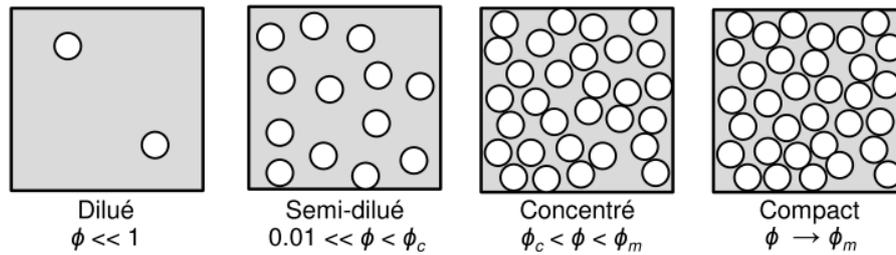


Figure 21 : Définition des régimes de concentration d'après Coussot [96,97].

Dans le cas d'un empilement aléatoire de grains sphériques, l'empilement le plus lâche ϕ_c (Random loose packing en anglais) qu'il est possible de réaliser est obtenu pour 56 % [98,99]. Cependant, dans le cas d'un empilement ordonné, la structure cristalline la plus lâche possible est obtenue pour un réseau cubique pour $\phi_c = \pi/6 = 52\%$ [100]. De même, l'empilement le plus compact possible (Random close packing en anglais) ϕ_m , correspond au maximum de particules solides que l'on peut placer dans un volume de fluide. Pour un empilement aléatoire de particules sphériques, l'empilement le plus compact possible (Random close packing en anglais) possède une concentration volumique $\phi_m = 64\%$ [101]. La valeur la plus élevée pour ϕ_m correspond à un arrangement cristallin compact des grains du type cubique à faces centrées ou hexagonal compact et correspond à 74 % [102].

Par définition, on parle de suspension granulaire quand la fraction volumique en particules est comprise entre ϕ_c et ϕ_m (Figure 21) [96,97]. A l'état de repos, la suspension granulaire aura donc un aspect solide.

Les contacts entre particules jouent un rôle primordial dans le comportement de ses systèmes complexes [97]. Au voisinage du seuil d'écoulement, ces matériaux se déforment par un phénomène collectif. En effet, un déplacement local de l'ordre d'une taille de particule implique généralement des déplacements concertés d'un nombre plus ou moins grand d'autres particules. Sur le plan rhéologique, ceci entraîne un comportement qui s'apparente à celui des milieux granulaires secs avec, notamment, des efforts normaux importants liés à la dilatance [103–106], une contribution additionnelle au seuil d'écoulement [103,104,107] ou encore un phénomène de fracturation dans quelques cas [94,96,104,108,109].

3.1. Fracturation

Un phénomène de fracturation, comme nous l'avons décrit précédemment dans le cas des boues, a été observé au delà d'une certaine concentration sur des pâtes granulaires [110,111] [94,96,104,108–110]. Par exemple, Sosio et Crosta [108] ont expliqué qu'aux alentours de

50 % de concentration volumique (ϕ) d'une suspension de sable/minéraux argileux, la déformation a tendance à se localiser et peut induire une fracturation à une vitesse de rotation élevée (7 à 10 rad/s). La même observation a été rapportée par Fall [109] qui a étudié le comportement rhéologique de suspensions de billes de polystyrène mono-disperses sous écoulement avec une concentration volumique proche de l'empilement maximal (63 %). Mansoutre et al. [104] ont souligné que les fractures apparaissent en régime permanent sur une pâte de silicate de calcium floculée pour une concentration volumique de 41 % (correspondant à une siccité de 68 %) proche de l'empilement maximal $\phi_m=45$ %.

Coussot [96] a expliqué que la fracturation dans les suspensions et les pâtes granulaires est probablement liée à un phénomène de dilatance empêchée ou plus généralement au fait que le fluide interstitiel ne peut pas migrer rapidement à travers le réseau de particules.

Par comparaison, nous constatons que la fracturation dans ces matériaux apparaît à des concentrations volumiques beaucoup plus élevées que dans les boues résiduaire. Par exemple, pour une boue ayant une siccité de fracture entre 15 et 20 % et une masse volumique entre 1,5 et 2 kg/m³, la concentration volumique se trouve dans la gamme $\phi=9-13$ %. Les raisons sont analogues, mais la migration de l'eau à travers le réseau de particules la boue se fait probablement plus difficilement à cause de la composition complexe de la boue (l'eau reste emprisonnée dans les floccs et dans les structures de cellules microbiennes).

3.2. Dilatance

La dilatance est une caractéristique commune des pâtes granulaires et des suspensions concentrées. Le principe de dilatance de Reynolds [112] stipule que, pour se mouvoir, l'empilement des grains doit se dilater (Figure 22). En d'autres termes, les particules dures et compactes sont si proches les unes des autres qu'elles doivent pousser leurs voisines pour déclencher leur mouvement [98,103,113], d'où l'intérêt de mesurer la force normale simultanément avec la contrainte de cisaillement.

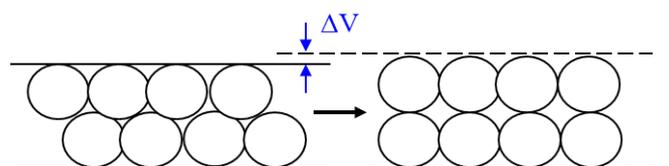


Figure 22 : Démonstration de la dilatance survenant lors du cisaillement d'un milieu granulaire. Les grains sont initialement supposés dans une configuration optimale (à gauche). Lorsqu'un mouvement relatif des deux couches de grains parallèles est imposé, une expansion du volume est induite (à droite).

Le caractère dilatant apparaît au-delà d'une certaine concentration critique, qui correspond à la formation d'un réseau infini de particules solides dans tout le matériau. On parle alors de seuil de percolation des contacts ou d'engorgement (jamming en anglais) ϕ_j [103]. Par exemple, cette concentration critique (en volume) se situe à 42 % pour un mélange de pâte de ciment et de polymères [105] et à 38 % (correspondant à 65 % de siccité) pour une pâte de silicate de calcium floculée [104].

Dans le cas d'un empilement aléatoire, si la valeur de ϕ_j est inférieure aux valeurs de l'empilement le plus lâche ϕ_c ou l'empilement le plus compact possible ϕ_m , cela veut dire que les particules en situation de jamming ne sont pas des particules sphériques dures et compactes mais des floes [103]. En effet, le volume occupé par des floes ouverts ou des particules colloïdales est plus grand que celui de particules sphériques dures et compactes.

3.3. Relation paramètres rhéologiques et concentration volumique

Les pâtes et les suspensions présentent des propriétés rhéologiques qui dépendent très fortement de la concentration en particules solides. Depuis la relation empirique de viscosité établie par Einstein [114] sur les suspensions faiblement concentrées, de nombreux travaux ont tenté d'établir des équations phénoménologiques pour satisfaire la modélisation de la viscosité à basse et forte concentrations (Tableau 9). Il existe bien entendu d'autres relations proposées dans la littérature et s'accordant bien avec les données expérimentales.

Tableau 9 : Modèles décrivant la relation entre la viscosité μ et la concentration volumique des suspensions de sphères dures. Où η la viscosité de la suspension et η_0 la viscosité du fluide suspendant.

Auteurs	Modèles	Equations	Remarques
Einstein [114]	$\eta = \eta_0(1 + 2,5\phi)$	Équation 19	$\phi \leq 2\%$
Batchelor [115]	$\eta = \eta_0(1 + 2,5\phi + B\phi^2)$	Équation 20	$\phi \leq 10\%$ B=6,2 pour écoulement brownien et 7,6 dans le cas contraire
Eilers [116]	$\eta = \eta_0 \left(1 + \frac{0,5[\mu]\phi}{1 - \left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)} \right)^2$	Équation 21	$[\mu]$: 2,5 pour les sphères ϕ_m ajustable
Krieger et Dougherty [117]	$\eta = \eta_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m} \right)^{-q}$	Équation 22	$q = [\mu] \phi_m$ $[\mu]$: 2,5 pour les sphères ϕ_m ajustable

La Figure 23 présente l'allure de la viscosité relative en fonction de la concentration volumique pour les modèles cités précédemment [118]. Ces évolutions illustrent que les modèles d'Einstein ou Batchelor sont limités pour décrire les milieux dilués ou semi-dilués. Pour les autres modèles, la viscosité relative augmente avec la fraction volumique puis diverge dès lors que la fraction volumique se rapproche de la fraction volumique d'empilement maximal ϕ_m . Le paramètre ϕ_m est censé représenter une fraction volumique maximale pour laquelle la viscosité diverge. Néanmoins, dans le cadre de ces modèles empiriques, il est considéré comme un paramètre libre permettant d'ajuster au mieux l'évolution des données expérimentales. Par exemple, ce paramètre d'ajustement est trouvé égal à 45 % pour une pâte de ciment floculée [104] et 46 % pour une suspension de fécule de maïs [109].

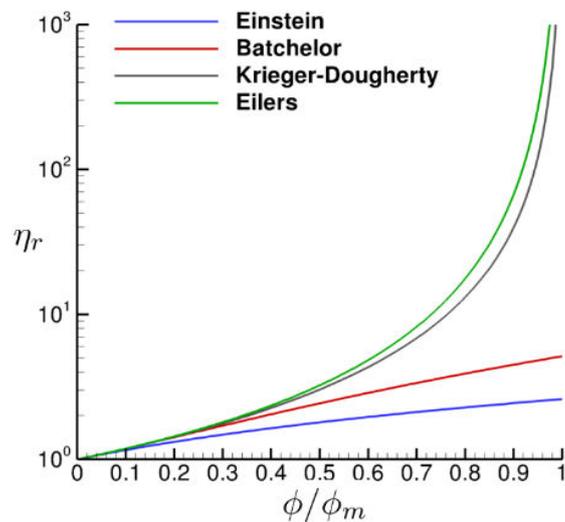


Figure 23 : Exemple de quelques modèles décrivant l'évolution de la viscosité relative $\eta_r = \eta/\eta_0$ en fonction de la concentration volumique pour $\phi_m=64\%$ [118].

Les modèles des milieux concentrés peuvent être utilisés pour prédire l'évolution des paramètres de type solide comme la contrainte seuil en fonction de la concentration volumique solide [96,119,120]. Alain et al. [121] a étudié les mélanges de particules de sable et a établi un lien entre la contrainte seuil d'écoulement, τ_m , du mélange et la contrainte seuil d'écoulement du fluide suspendant, τ_f . La relation est similaire à l'équation de Krieger Dougherty :

$$\tau_m = \tau_f \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-m} \quad \text{Équation 23}$$

Où m est un coefficient. Pour des concentrations volumiques solides inférieures à 60 %, l'auteur a obtenu une valeur $m=1$ dans le cas d'une distribution de taille des particules dispersées. Cette approche considère qu'il n'y a pas d'interactions colloïdales entre les inclusions et que leur taille est bien supérieure aux petites particules constitutives du fluide. Plus récemment, Yammine et al. [120] suggèrent que l'évolution de la contrainte seuil du béton τ_m peut s'écrire en fonction de la concentration volumique et de la contrainte seuil du fluide suspendant τ_f (pâte de ciment) suivant l'Equation 23.

3.4. Contribution additionnelle au seuil d'écoulement

Quelques auteurs ont tenté de modéliser les paramètres rhéologiques en fonction de la concentration, en utilisant deux modèles. C'est le cas des suspensions d'argile [94], des systèmes polymères/nano-composites [122–126]. En effet, l'évolution des paramètres met en évidence deux régions : les paramètres augmentent légèrement suivant une première loi de puissance jusqu'à une concentration critique, puis au-dessus de cette concentration une contribution additionnelle au seuil se produit et les paramètres suivent un deuxième modèle de loi de puissance (Figure 24). La concentration critique où le changement de courbure ou la divergence se produit, a été définie comme le seuil de percolation rhéologique correspondant à la formation d'une structure flocculée.

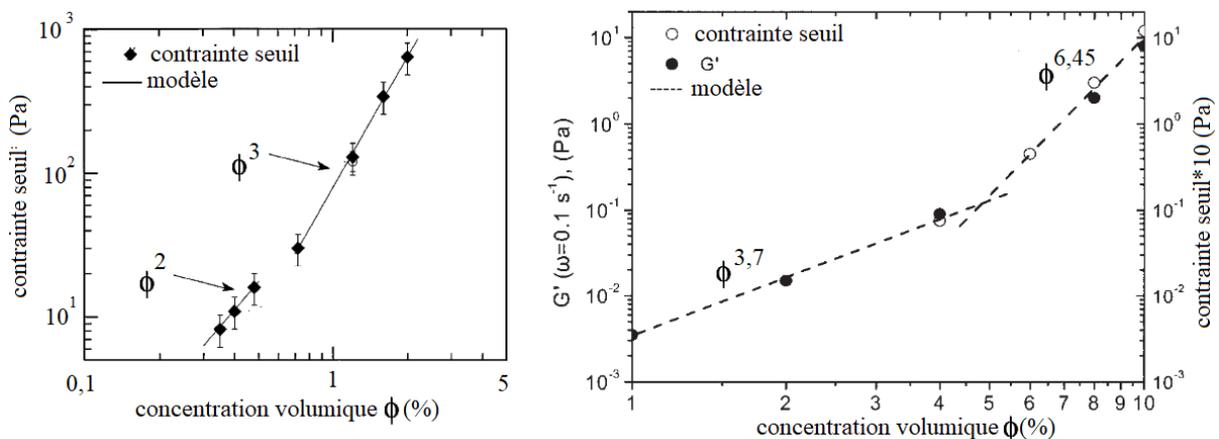


Figure 24 : Evolution de la contrainte seuil en fonction de la concentration volumique d'une suspension d'argile (à gauche) [94]. Evolution du module élastique G' (à $\gamma=0,2\%$ et $\omega=0,1 \text{ s}^{-1}$) et de la contrainte seuil en fonction de la concentration volumique d'un système de nanoparticules de carbone dans la résine époxy (à droite) [124].

Pour expliquer et décrire le changement du comportement rhéologique à proximité du seuil de percolation rhéologique, Pignon et al. [94] ont conduit des mesures de diffusion de la lumière sur une suspension d'argile (Figure 25). Ils ont montré qu'en dessous du seuil de percolation

($\phi=0,55\%$) rhéologique, la structure peut être vue comme un alignement des agrégats, conduisant à la formation d'une structure mécaniquement faible. Au-delà de cette concentration critique un réseau d'agrégats plus dense se forme, mécaniquement plus résistant.

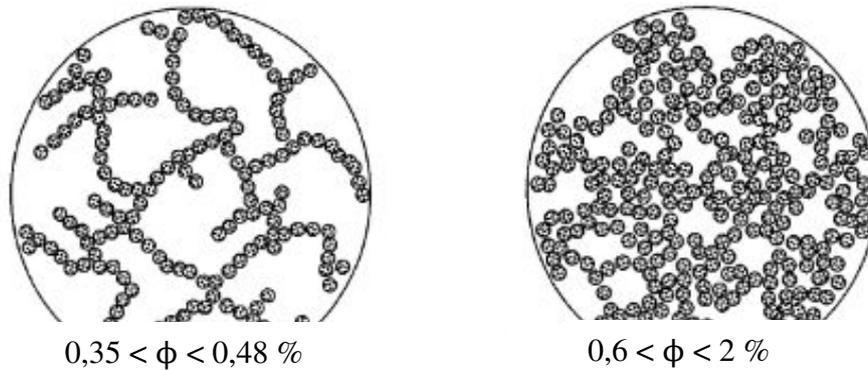


Figure 25 : Structure d'une suspension d'argile de Laponite en fonction de la concentration volumique [94].

Dans un autre exemple, pour expliquer l'origine de ce changement de courbure, Mansoutre et al. [103,104] ont suivi l'évolution de la force normale simultanément avec la contrainte de cisaillement sur des pâtes de silicate de calcium floculée, en mode continu ou oscillatoire (Figure 26). Le début de l'écoulement est concomitant à un saut de force normale, révélant clairement le caractère dilatant et donc granulaire de la pâte. Aucun saut de force normale sensible (dilatance) n'a été détecté en-dessous de la concentration volumique de jamming $\phi_j=38\%$, indiquant un régime de type physico-chimique où les contacts entre grains sont uniquement de type interactions de surface (ponts entre grains et floes). Pour des systèmes plus concentrés, c'est-à-dire au-delà de $\phi_j=38\%$, une contribution additionnelle au seuil de contrainte apparaît. Puisque le changement de courbure apparaît simultanément avec l'apparition de la dilatance, cette contribution a été attribuée aux contacts directs ou frictionnels entre les particules.

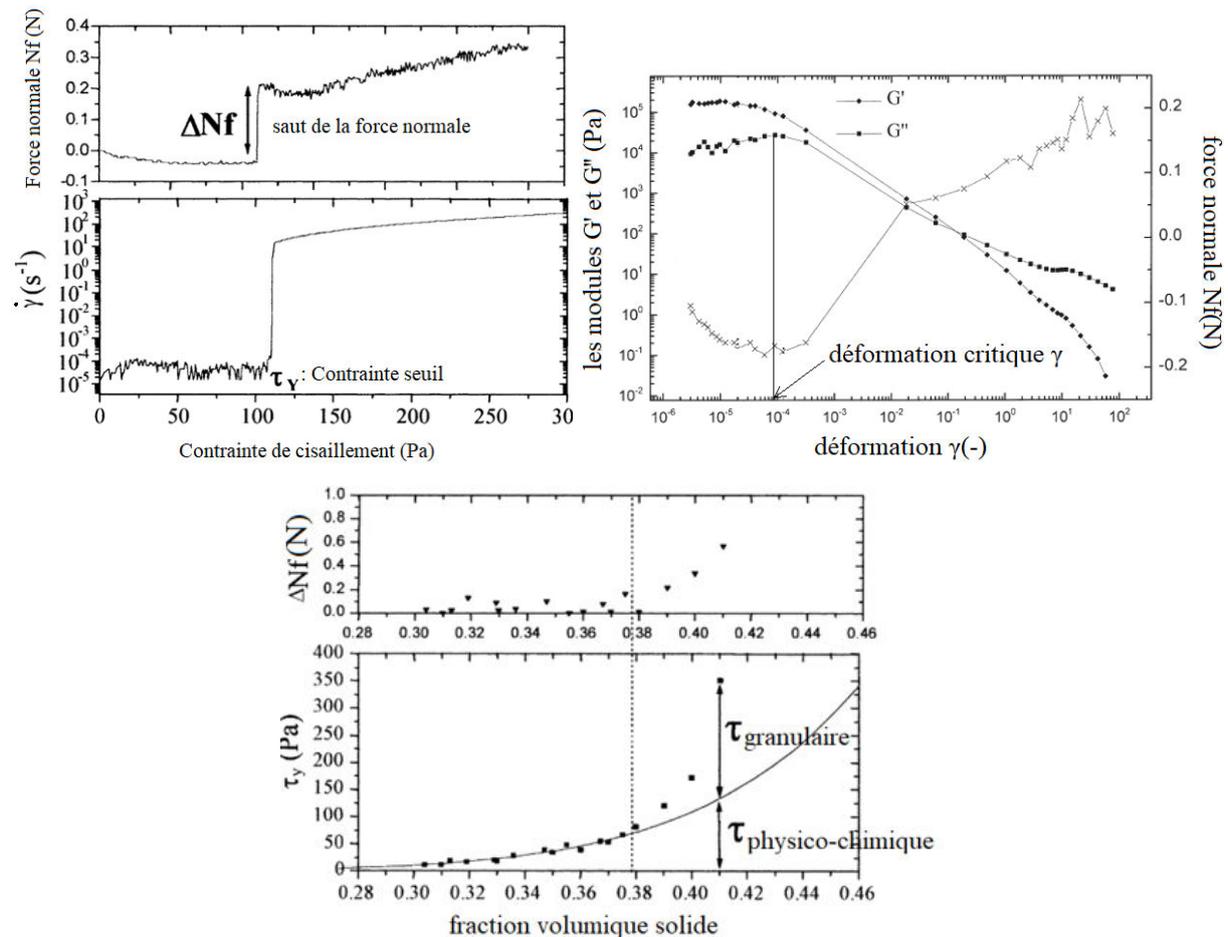


Figure 26 : Evolution des paramètres rhéologiques en mode continu (à gauche) ou en oscillatoire (à droite) pour une pâte de silicate de calcium floculée à $\phi=39\%$ (siccité=66%) cisailée entre deux plans [103,104]. Evolution du saut de force normale et de la contrainte seuil avec la fraction volumique solide des pâtes de silicate de calcium flocuées (en dessous) [103,104].

Ainsi, on constate que d'un côté le changement de régime apparaît suite à la formation d'un réseau d'agrégat plus dense d'une suspension d'argile (seuil de percolation rhéologique) et de l'autre le changement apparaît avec le caractère dilatant d'une pâte granulaire.

Ces travaux montrent qu'à partir d'une caractérisation rhéologique d'un matériau, il est possible non seulement d'estimer les paramètres rhéologiques mais aussi de déterminer les différents régimes dominants en fonction de la concentration. Cependant, la transition d'un régime à un autre (exemple : régime physico-chimique à granulaire) ne peut pas se passer brusquement aux alentours d'une concentration critique. En effet, il devrait y avoir deux régimes (exemple : régime physico-chimique à granulaire), chacun domine dans un intervalle de concentration donnée avec une phase de transition (entre les deux régimes) dans une

gamme de concentration intermédiaire. De même, la modélisation des données expérimentales pourrait être réalisée sur la base d'un seul modèle avec 2 composantes distinctes, chacune étant dominante dans une gamme de concentration donnée, et aucune des deux étant dominante dans une gamme de concentration intermédiaire.

4 Propriétés d'écoulement des boues déshydratées divisées

Aucune étude n'a été consacrée à la rhéologie des boues déshydratées à consistance granulaire (divisée). Pour comprendre le comportement rhéologique de ce type de boues, l'état de l'art est élargi vers les milieux granulaires tels que le sable et les poudres.

4.1. Critère de Coulomb pour les matériaux granulaires

De nombreux outils de cisaillement ont été mis en œuvre pour caractériser les propriétés d'écoulement des matériaux granulaires : la cellule de cisaillement de Jenike, la cellule de cisaillement de Schulze et le FT4 sont bien connus (Figure 27). Ils permettent de contrôler le plan de cisaillement et les forces externes appliquées au matériau granulaire et fournissent une mesure directe des propriétés d'écoulement. Le FT4 est maintenant considéré comme le testeur universel de poudre.

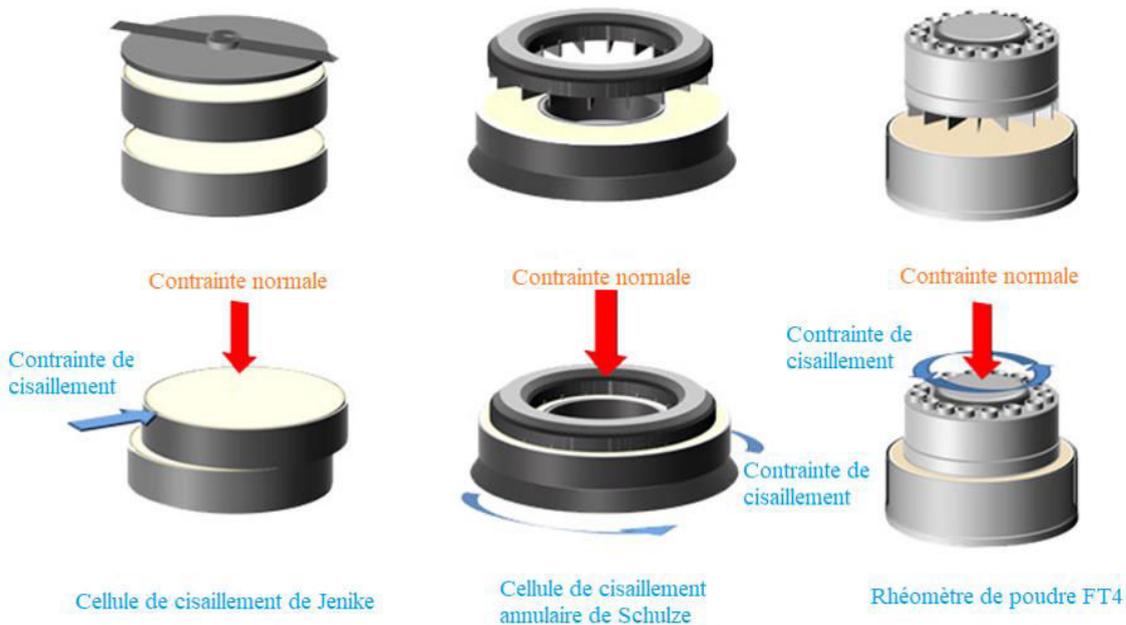


Figure 27 : Testeurs de cisaillement [25].

Le test de cisaillement consiste tout d'abord à appliquer sur l'échantillon une pré-consolidation σ_c . Cette étape est nécessaire pour obtenir des résultats reproductibles. La pré-consolidation est ensuite supprimée et une consolidation σ , inférieure à la pré-consolidation, est appliquée (Figure 28).

L'échantillon consolidé (par σ) est ensuite soumis à une étape de cisaillement (τ). La contrainte de cisaillement augmente en fonction du temps jusqu'à atteindre une contrainte de cisaillement maximale, τ_{s_i} , observée par le pic (Figure 28, à gauche). La contrainte de cisaillement est alors annulée, la consolidation est supprimée et l'échantillon est remplacé pour pouvoir continuer les mesures. Cette procédure est ensuite répétée à différentes consolidations (σ_i) en dessous de la pré-consolidation (σ_c).

Les différents couples (τ_{s_i} , σ_i) constituent la courbe dite 'lieu d'écoulement', pour une pré-consolidation donnée σ_c (Figure 28, à droite)). Cette courbe caractérise les conditions à l'origine de l'écoulement du matériau granulaire [127], ainsi que les interactions de frottement et les force de cohésion selon la loi de Coulomb :

$$\tau_{s_i} = \mu \sigma_i + C \quad \text{Équation 24}$$

Avec μ le coefficient de frottement et C la cohésion définie comme la résistance au cisaillement à la contrainte normale nulle [128–133].

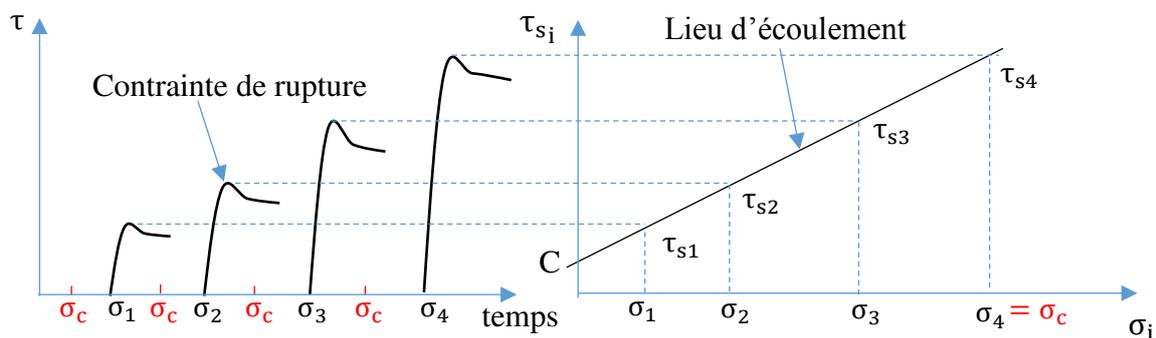


Figure 28 : Diagramme descriptif du test de cisaillement. La contrainte de cisaillement en fonction du temps pour différentes consolidations (à gauche). La courbe de caractérisation des interactions de frottement et les force de cohésion selon la loi de Coulomb (à droite).

L'augmentation de la pré-consolidation, σ_c , entraîne une augmentation de la densité apparente et, par conséquent, la résistance au cisaillement change; pour les mêmes consolidations, des contraintes de cisaillement plus élevées, τ_s , sont nécessaires pour atteindre la rupture du milieu [134].

4.2. Contraintes et cercles de Mohr

Chapitre 2 : Etude bibliographique

La courbe d'écoulement permet de déterminer l'indice de coulabilité f_c (ou ff_c) qui permet de quantifier l'aptitude à l'écoulement d'un milieu granulaire (Figure 29). Il est égal au rapport de la contrainte de consolidation majeure σ'_1 par la contrainte normale de cohésion σ'_c :

$$f_c = \frac{\sigma'_1}{\sigma'_c} \quad \text{Équation 25}$$

La contrainte normale de cohésion (σ'_c) est égale au diamètre du cercle de Mohr passant par l'origine et tangent au lieu d'écoulement. Elle traduit l'aptitude d'un matériau à former un voûte de sable [135]. La contrainte majeure de consolidation (σ'_1) est la contrainte maximale qui a pu s'exercer sur le milieu. σ'_1 est responsable des valeurs de C. Elle s'obtient par le tracé d'un grand cercle de Mohr qui passe par le dernier point de la courbe de lieu d'écoulement et est tangent à celui-ci. Appliquée à un silo, il s'agit de la contrainte de compression supportée par le produit en bas du silos. Cette contrainte est exercée par le poids du produit situé au-dessus [135].

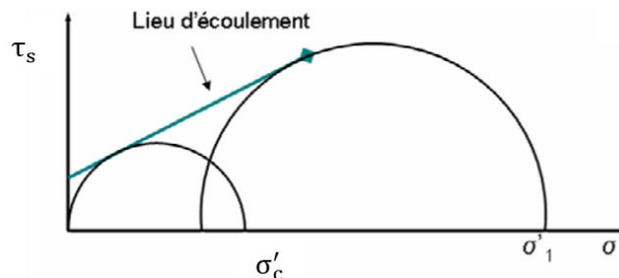


Figure 29 : Définition de l'indice de coulabilité à partir d'un lieu d'écoulement obtenu par un test de cisaillement [136].

La classification du comportement des poudres en écoulement a été proposée par Jenike [24,137], puis étendue par Thomas et Schubert [138]. Le Tableau 10 présente la classification standard du comportement d'écoulement des poudres en fonction de l'indice de coulabilité.

Tableau 10 : La classification standard du comportement d'écoulement des poudres avec quelques exemples.

Indice de coulabilité	Comportement d'écoulement	Exemples de poudres sèches	Références
$f_c < 1$	Pas d'écoulement	-	
$1 < f_c < 2$	Très cohésif	Flocons d'avoine Nanoparticules de noir de carbone	Lopes Neto et al. [139] Leturia et al. [140]

Chapitre 2 : Etude bibliographique

$2 < f_c < 4$	Cohésif	Charbon avec un diamètre $>17\mu\text{m}$	Liu et al. [141]
		Farine de blé	Lopes Neto et al. [139]
		Fécule de maïs	Lopes Neto et al. [139]
$4 < f_c < 10$	Ecoulement facile	Charbon avec un diamètre entre 45 et $75\mu\text{m}$	Liu et al. [141]
		Maïs floconné	Lopes Neto et al. [139]
$f_c > 10$	Ecoulement libre	Charbon avec un diamètre $>95\mu\text{m}$	Liu et al. [141]
		Poudre de particules sphériques de chlorure de polyvinyle	Leturia et al. [140]

4.3. Evolution des paramètres rhéologiques en fonction de la teneur en eau

Le comportement des matériaux granulaires varie fortement avec la teneur en eau. Dans des conditions sèches, les forces de cohésion résultent des forces interparticulaires, principalement des forces de Van-der-Waals. En conditions humides, les forces de cohésion augmentent avec la teneur en eau, due aux forces capillaires en raison du aux ponts de liquide formés entre les particules [130,133,142,143]. Le frottement reste sensiblement constant avec l'augmentation de la teneur en eau dans le cas de particules non cohésives telles que les billes de verre [130]. Cependant, il augmente fortement avec la teneur en eau dans le cas des poudres alimentaires comme la semoule [133,144]. Des particules rugueuses sont formées par agglomération de particules natives de semoule et de noyaux. Cette rugosité est responsable de l'augmentation du nombre d'aspérités et donc des points de contact contribuant à l'augmentation du coefficient de frottement. Mandato [144] et Rondet et al. [133] ont montré qu'au-dessus d'une teneur en eau proche de 40 % (base sèche), le coefficient de frottement diminue fortement avec la teneur en eau due au phénomène de lubrification entre les agglomérats. Ensuite, pour une teneur en eau proche de la limite plastique (environ 52% de la teneur en eau), une certaine proportion des agglomérats subit déjà la transition agglomérat/pâte (Figure 30). La cohésion chute brusquement et le comportement rhéologique du milieu, décrit jusqu'à la limite de plasticité par une relation d'un milieu granulaire (particules, noyaux et agglomérats), devient celui d'une suspension dure continue ou d'une pâte granulaire.

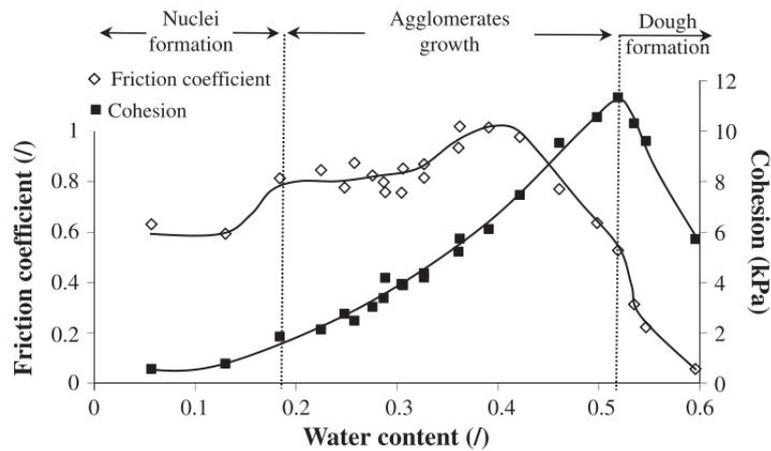


Figure 30 : Variation du coefficient de frottement et de la cohésion en fonction de la teneur en eau [133].

L'indice de coulabilité des poudres (f_c) diminue en fonction de l'augmentation de la teneur en eau. Emery et al. [145] ont ajusté la teneur en eau à 0, 2, 5 et 10 % (base sèche) des poudres d'hydroxypropyl-méthyl-cellulose. L'indice de coulabilité a diminué de 3,3 à 2,7. Dans une autre étude, Tan and Newton [146] ont ajusté l'activité de l'eau de la farine de blé entre 0,20 et 0,66. L'indice de coulabilité est réduit ainsi à 2,40 et 1,94. Ostrowska-Ligeza and Lenart [147] ont évalué l'effet de l'activité de l'eau sur l'écoulement du sucre cristallisé, du sucre en poudre, du cacao, du lait en poudre et de la maltodextrine. Dans tous les cas, la fluidité des poudres a diminué d'au moins 13 % lorsque l'activité de l'eau (base sèche) est passée de sa valeur initiale à 0,65. Plus récemment, Juarez-Enriquez et al. [148] ont évalué la corrélation entre l'indice de coulabilité et la teneur en eau pour une poudre d'amidon et de pectine. Dans le cas de la poudre d'amidon, le comportement d'écoulement n'a pas été modifié et reste cohésif dans la plage 12-15 % de teneur en eau (base sèche). La poudre de pectine, quant à elle, change de comportement lorsque la teneur en eau dépasse 21 %, d'un écoulement facile à un écoulement cohésif. Dans tous les cas, des ponts liquides se forment lorsque la teneur en eau augmente, ce qui diminue la fluidité des poudres.

Pour caractériser le comportement rhéologique des boues déshydratées de consistance granulaire, nous pouvons nous baser sur les mesures de cisaillement citées dans cette partie.

5 Problème d'évaporation à hautes températures

Comme la majorité des polymères, l'augmentation de la température induit une fluidification de la boue, en diminuant les caractéristiques rhéologiques à une siccité constante [54,56,69,149–151]. Cependant, la température affecte également la composition. Paul et al. [152] ont montré une solubilisation de la matière organique lorsque la température augmente

et Farno et al. [153] ont établi une corrélation directe entre cette solubilisation, partiellement réversible, et la diminution des caractéristiques rhéologiques, probablement dus à la dénaturation des protéines qui impacte directement la viscosité [154].

Les principales techniques utilisées pour étudier l'effet de la température sur les caractéristiques rhéologiques des boues sont les rhéomètres capillaires et rotatifs conventionnels. Les gammes de températures étudiées sont de 10 à 35°C pour le rhéomètre capillaire et de 10 à 80°C pour le rhéomètre rotatifs conventionnels.

L'évaporation du liquide interstitiel lors d'expériences de rhéométrie mettant en jeu une surface libre peut être un phénomène perturbateur à partir du moment où la variation induite sur le volume de l'échantillon est significative. Deux effets s'opposent alors, soit le volume total du matériau diminue, ce qui induit une diminution de la viscosité mesurée, ou bien la concentration en particules solides des bords augmente par assèchement induisant une augmentation des contraintes nécessaires pour cisailer le matériau. Ce dernier phénomène peut donner l'impression que le fluide devient plus visqueux au cours du temps. Par conséquent, les données rhéologiques obtenues ne sont pas entièrement représentatives d'un état contrôlé de la boue.

L'évaporation est d'autant plus importante que le rapport des surfaces libres et du volume de matériau est grand et que le temps de la manipulation sera long. Par exemple, Liang [18] a mené des essais de compression sur une boue pâteuse à 20 % de siccité, de forme cylindrique (rayon=17 mm, hauteur=51 mm) et dont les bords sont exposés à l'air ambiant. Elle a remarqué que la siccité totale de la boue augmente d'environ 3 % après 90 minutes de test à cause de l'évaporation. Pour pouvoir négliger l'effet de l'évaporation, la durée des tests a été réduite à des temps inférieurs à 15 minutes.

De plus, l'évaporation est d'autant plus rapide à hautes températures car l'évacuation de la vapeur dans l'air ambiant est plus efficace [96,97]. Pour surmonter ce problème, les solutions les plus fréquemment utilisées sur les rhéomètres rotatifs (géométries plan-plan, cône-plan et cylindres coaxiaux) consistent à isoler les bords en plaçant une fine couche d'huile sur la surface libre à l'air de l'échantillon, étant entendu que ce liquide est très peu visqueux et ne peut pas se mélanger avec le fluide interstitiel (Figure 31, à gauche). Avec cette technique, des mesures ont été effectuées à des températures allant jusqu'à 80°C sur des suspensions diluées $S_i < 5\%$ [54], mais inférieures à 70°C pour des concentrations plus élevées $S_i < 16\%$ (Tableau 11) [49,56,64,69].

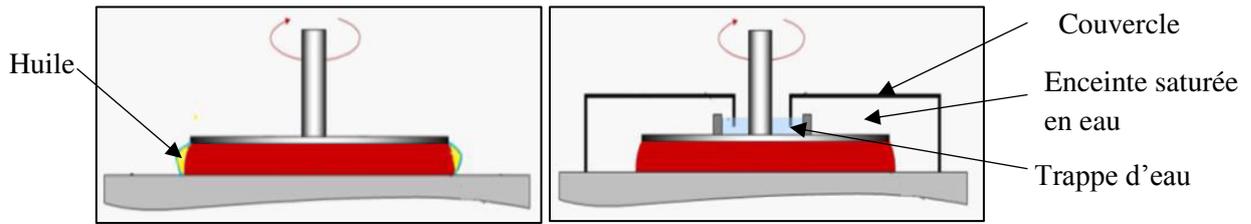


Figure 31 : Exemples de deux techniques de protection contre l'évaporation sur un rhéomètre à géométrie plan-plan : Huile Newtonienne (à gauche), atmosphère saturée en vapeur d'eau (à droite).

La littérature a souligné une autre solution pour contrôler l'évaporation consistant à maintenir une densité de vapeur saturée en vapeur d'eau. Par exemple, Quignon-Tosoni [155] a utilisé un appareillage qui a été développé au sein de son laboratoire à partir d'un nébulisateur et adapté à la géométrie du rhéomètre (cylindres coaxiaux). Aucune modification de la viscosité n'a été observée pendant 24h à température ambiante.

Dans la même perspective de garder une atmosphère saturée, certains chercheurs utilisent un dispositif constitué d'un couvercle et d'une trappe d'eau (Tableau 11). La trappe permet d'empêcher le transfert de solvant (sous forme gazeuse) à l'extérieure du couvercle (Figure 31, à droite). Dieudé-Fauvel et al. [156], Feng et al. [50] et Hammadi et al. [46] ont utilisé ce dispositif (avec ou sans trappe d'eau) pour empêcher l'évaporation de l'eau contenue dans les boues pâteuses ayant des siccités jusqu'à 28,5 % et à des températures allant jusqu'à 60°C. Cependant, une évolution progressive de la viscosité de l'échantillon due à l'évaporation a été observée même à 40°C par Sato and Breedveld [157], conduisant à des propriétés rhéologiques irréalistes.

Tableau 11: Les techniques utilisées pour éviter l'évaporation pendant les mesures rhéologiques.

Auteurs	Boues	Si (%)	T (°C)	Temps de mesure	Protection
Baudez et al. [54]	Digérée	5	10–80	<15 minutes	
Ségalen et al. [56]	Fraîche centrifugée	11	10–60	~20 minutes	
Wang et al. [58]	Granulaire diluée	3–12	25–70	<5 minutes	
Cheng et Li [158]	Aérobie et anaérobie diluée	2–15	9–55	<10 minutes	Huile
Jiang et al. [49]	Digérée centrifugée	8–16	35–70	<5 minutes	
Agoda-Tandjawa et al. [64]	Digérée centrifugée	1-16 %	20	>30 minutes	

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Dieudé-Fauvel et al. [156]	Fraiche filtrée	15	5–50	90 minutes	Couvercle
Feng et al. [50]	Activée diluée	5,4–18,7	10–60	>30 minutes	
Hammadi et al. [46]	Digérée	23–28.5	5–30	5 minutes	

Lorsque la température augmente, outre l'évaporation, un effet de moussage se produit : la boue s'expande et devient un milieu triphasique qu'il faut prendre en compte. Cette expansion du fluide et le caractère triphasique du matériau sont mis en évidence sur des boues de consistance liquide dans la thèse de Segalen [68] pour une température de 70°C (Figure 32). N'étant pas compatibles avec les principes fondamentaux de la mécanique des fluides, pour étudier l'impact de la température, l'auteur s'est limité à une température maximale de 60°C.

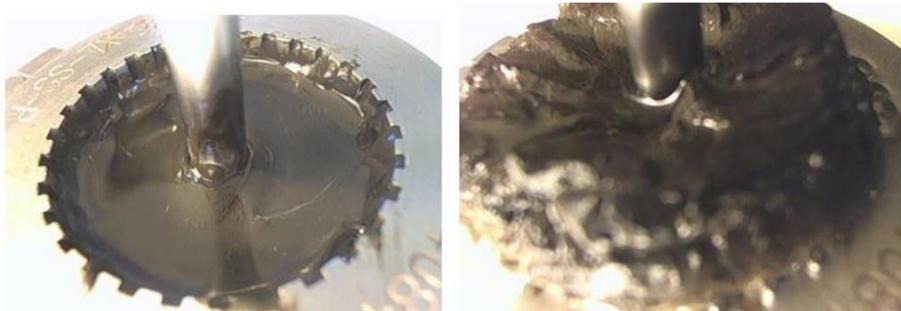


Figure 32 : Moussage de la boue lors d'un test de fluage réalisé à 70°C d'une boue à 12,5 % de siccité [68].

De façon générale, maintenir une atmosphère saturée semble une technique mieux adaptée, car l'utilisation de l'huile peut induire une lubrification de la boue d'autant plus en présence de fracturation ou de moussage. Néanmoins, tous les résultats ont été obtenus pour des températures inférieures à 70°C, alors que les sécheurs fonctionnent jusqu'à 160°C, et il n'existe pas encore d'études sur le comportement rhéologique des boues à ces températures. Il faut donc développer de nouvelles techniques pour limiter ou contrôler l'évaporation tout en prenant en compte le phénomène de fracturation et de moussage.

6 Conclusion de l'étude bibliographique

Dans ce chapitre, nous avons introduit la notion de boue résiduaire et présenté les différentes voies de valorisation des boues. Nous avons également rappelé la notion de phase plastique qui traduit des propriétés collantes très importantes et qui pose des problèmes pour le traitement, la manutention et la valorisation des boues. Notamment, la boue devient difficile à

agiter et transporter et donc à contrôler son écoulement dans le sécheur par contact avec agitation, d'où l'importance de la caractérisation rhéologique.

Nous avons également mis en évidence les limitations des techniques utilisées pour la caractérisation rhéologique des boues plastiques. Nous avons montré que les boues ayant des siccités supérieures à 15 % se fracturent même à faibles déformations conduisant à des résultats expérimentaux non représentatifs. La détermination de la courbe d'écoulement (à grandes déformations) d'une boue pâteuse n'est donc pas possible. Cependant, comme les débits d'écoulement sont généralement faibles dans les sécheurs [7,15], les déformations sont également faibles et les propriétés de type solide peuvent être considérées comme dominantes [53]. Il est donc raisonnable que l'évolution des propriétés rhéologiques pendant le séchage (faibles déformations) soit similaire aux propriétés de type solide qui peuvent être déterminées avec précaution en mode viscoélastique. Cependant, il faut corriger l'impact de fracturation sur une large gamme de déformations pour parvenir à une meilleure compréhension de l'écoulement des boues dans le sécheur.

Nous avons également souligné la présence d'un autre phénomène perturbateur pendant les mesures rhéologiques. En effet, lors d'un test rhéologique de longue durée ou à des températures élevées, l'évaporation du solvant et le séchage des échantillons sont inévitables. Par conséquent, les données rhéologiques obtenues ne sont pas représentatives d'un état contrôlé de l'échantillon. Les techniques de protection contre l'évaporation citées dans la littérature sont généralement uniquement efficaces à faibles températures, si l'on se place dans la perspective du séchage thermique. Il apparaît donc nécessaire de contrôler l'évaporation du solvant pendant les mesures rhéologiques à hautes températures.

Il faut donc résoudre ces verrous techniques avant de pouvoir étudier le comportement rhéologiques des boues fortement concentrées à hautes températures. Nous proposons des solutions pour atteindre cet objectif dans le chapitre 3.

7 Références bibliographiques

- [1] P. Arlabosse, J.H. Ferrasse, D. Lecompte, M. Crine, Y. Dumont, A. Léonard, Efficient sludge thermal processing: from drying to thermal valorisation, in: *Mod. Dry. Technol. Energy Savings*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, Germany, 2012: pp. 295–329.
- [2] K. Keiding, L. Wybrandt, P.H. Nielsen, Remember the water: comment on EPS colligative properties, *Water Sci. Technol.* 43 (2001) 17–23.
- [3] I.W. Sutherland, Exopolysaccharides in biofilms, flocs and related structures, *Water Sci. Technol.* 43 (2001) 77–86.
- [4] J. Wingender, T.R. Neu, H.C. Flemming, *Microbial Extracellular Polymeric Substances*, 1st ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, 1999.
- [5] Commission Européenne, Rapport de la commission au parlement européen, au conseil, au comité économique et social européen et au comité des régions, Bruxelles, 2017.
- [6] Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie, *Déchets : Chiffres-clés*, 2015.
- [7] C. Charlou, Caractérisation et modélisation de l'écoulement des boues résiduaires dans un sécheur à palettes, Thèse en Génie des procédés et de l'Environnement, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Université de Toulouse, 2014.
- [8] D. Fytili, A. Zabaniotou, Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods: A review, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 12 (2008) 116–140.
- [9] P. Lowe, Development in the thermal drying of sewage sludge, *Water Environ.* 9 (1995) 306–16.
- [10] T. Kudra, Sticky region in drying-definition and identification, *Dry. Technol.* 21 (2003) 1457–1469.
- [11] N.F. Gray, *Biology of wastewater treatment Series on Environmental Science and Management*, 2nd ed., Imperial College Press, UK, 2004.
- [12] S.E. Papadakis, R.E. Bahu, The sticky issues of drying, *Dry. Technol.* 10 (1992) 817–837.
- [13] S.R. Jing, Y.F. Lin, Y.M. Lin, C.S. Hus, C.S. Huang, D.Y. Lee, Evaluation of effective conditioners for enhancing sludge dewatering and subsequent detachment from filter cloth, *J. Environ. Sci. Heal. Part A.* 34 (1999) 1517–1531.
- [14] S. Chavez-Nunez, Séchage par contact avec agitation de boues résiduaires urbaines : influence de leur origine et des conditions opératoires sur la cinétique de séchage et les caractéristiques des boues sèches et des rejets gazeux, Thèse en Science pour l'Ingénieur, Université de Perpignan, 2004.

- [15] J.H. Ferrasse, Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement du procédé de séchage conducteur avec agitation : application à des boues de station d'épuration urbaines., Thèse en Sciences et techniques, Université de Toulouse, 2000.
- [16] J. Beckley, S. Banerjee, Operational issues with impulse drying sludge, *Water Sci. Technol.* 40 (1999) 163–168.
- [17] T.-I. Ohm, J.-S. Chae, J.-E. Kim, H. Kim, S.-H. Moon, A study on the dewatering of industrial waste sludge by fry-drying technology, *J. Hazard. Mater.* 168 (2009) 445–450.
- [18] F. Liang, Caractérisation et modélisation du comportement rhéologique des boues résiduaire urbaines concentrées, Thèse en Génie des procédés et de l'Environnement, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Université de Toulouse, 2016.
- [19] A. Atterberg, Die Plastizität der Tone, in: *Int. Mitteilungen Für Bodenkunde*, Verlag Für Fachliteratur, 1st ed., G.m.b.H, Berlin, 1911: pp. 10–43.
- [20] T.J. Marshall, J.W. Holmes, C.W. Rose, *Soil Physics*, 3rd ed., Cambridge University Press, UK, 1996.
- [21] T. Ruiz, C. Wisniewski, Correlation between dewatering and hydro-textural characteristics of sewage sludge during drying, *Sep. Purif. Technol.* 61 (2008) 204–210.
- [22] T. Ruiz, T. Kaosol, C. Wisniewski, Dewatering of urban residual sludges: Filterability and hydro-textural characteristics of conditioned sludge, *Sep. Purif. Technol.* 72 (2010) 275–281.
- [23] T. Ruiz, C. Wisniewski, T. Kaosol, F. Persin, Influence of organic content in dewatering and shrinkage of urban residual sludge under controlled atmospheric drying, *Process Saf. Environ. Prot.* 85 (2007) 104–110.
- [24] A.W. Jenike, *Storage and flow of solids*, revised, University of Utah, Utah, 1964.
- [25] B. Osborne, About the FT4 Powder Rheometer, FT4 Powder Rheom. Incl. a Shear Cell Accessory Which Allow. Powder's Shear Prop. to Be Quantified. (2018). https://www.freemantech.co.uk/_powders/powder-testing-shear-cells (accessed September 7, 2018).
- [26] B. Peeters, R. Dewil, J.F. Van Impe, L. Vernimmen, I.Y. Smets, Using a Shear Test-Based Lab Protocol to Map the Sticky Phase of Activated Sludge, *Environ. Eng. Sci.* 28 (2011) 81–85.
- [27] B. Li, F. Wang, Y. Chi, J.H. Yan, Adhesion and Cohesion Characteristics of Sewage Sludge During Drying, *Dry. Technol.* 32 (2014) 1598–1607.

- [28] B. Peeters, R. Dewil, L. Vernimmen, B. Van den Bogaert, I.Y. Smets, Addition of polyaluminiumchloride (PACl) to waste activated sludge to mitigate the negative effects of its sticky phase in dewatering-drying operations, *Water Res. J.* 47 (2013) 3600–3609.
- [29] F. Liang, X. Chen, H. Mao, M. Sauceau, P. Arlabosse, F. Wang, Y. Chi, The microstructure: a critical factor in characterising the sticky properties of highly concentrated sewage sludge, in: 6th Int. Conf. Eng. Waste Biomass Valoris., 2016: pp. 146–155.
- [30] J.H. Ferrasse, P. Arlabosse, D. Lecomte, Heat, momentum, and mass transfer measurements in indirect agitated sludge dryer, *Dry. Technol.* 20 (2002) 749–769.
- [31] N. Eshtiaghi, F. Markis, S.D. Yap, J.C. Baudez, P. Slatter, Rheological characterisation of municipal sludge: A review, *Water Res. J.* 47 (2013) 5493–5510.
- [32] N. Ratkovich, W. Horn, F.P. Helmus, S. Rosenberger, W. Naessens, I. Nopens, T.R. Bentzen, Activated sludge rheology: A critical review on data collection and modelling, *Water Res. J.* 47 (2013) 463–482.
- [33] V.A. Hackley, C.F. Ferraris, *Guide to Rheological Nomenclature: Measurements in Ceramic Particulate Systems*, NIST Spec. Publ. 946. (2004).
- [34] V. Lolito, L. Spinosa, G. Mininni, R. Antonacci, The rheology of sewage sludge at different steps of treatment, *Water Sci. Technol.* 36 (1997) 79–85.
- [35] P.T. Slatter, L. Moodie, F.W. Petersen, Recent developments in balanced beam tube viscometer, in: *Br. Hydromechanics Res. Gr. 13th Int. Conf. Slurry Handl. Pipeline Transp. Hydrotransp.* 13, Johannesburg., 1996.
- [36] M. Mori, I. Seyssiecq, N. Roche, Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry, *Process Biochem.* 41 (2006) 1656–1662.
- [37] A. Pevere, G. Guibaud, E. Goin, E. van Hullebusch, P. Lens, Effects of physico-chemical factors on the viscosity evolution of anaerobic granular sludge, *Biochem. Eng. J.* 43 (2009) 231–238.
- [38] I. Seyssiecq, J.H. Ferrasse, N. Roche, State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge, *Biochem. Eng. J.* 16 (2003) 41–56.
- [39] S. Berland, B. Launay, Rheological properties of wheat flour doughs in steady and dynamic shear: effect of water content and some additives, *Cereal Chem.* 72 (1995) 48–52.
- [40] D.F. Sanin, Effect of solution physical chemistry on the rheological properties of activated sludge, *Water SA.* 28 (2002) 207–212.
- [41] G. Moeller, L.G. Torres, Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion, *Bioresour. Technol.* 61 (1997) 207–211.

- [42] S. Rosenberger, K. Kubin, M. Kraume, Rheology of Activated Sludge in Membrane Bioreactors, *Eng. Life Sci.* 2 (2002) 269–275.
- [43] A. Pollice, C. Giordano, G. Laera, D. Saturno, G. Mininni, Rheology of sludge in a complete retention membrane bioreactor, *Environ. Technol.* 27 (2006) 723–732.
- [44] S. Eftekharzadeh, J. Marx, D. J. & Harrison, Sludge rheology and non-Newtonian pipeline hydraulics, *Proc. Water Environ. Fed.* 3 (2007) 36–48.
- [45] S. Baroutian, N. Eshtiaghi, D. Gapes, Rheology of a primary and secondary sewage sludge mixture: Dependency on temperature and solid concentration, *Bioresour. Technol.* 140 (2013) 227–233.
- [46] L. Hammadi, A. Ponton, M. Belhadri, Temperature effect on shear flow and thixotropic behavior of residual sludge from wastewater treatment plant, *Mech. Time-Dependent Mater.* 17 (2013) 401–412.
- [47] F. Markis, J.C. Baudez, R. Parthasarathy, P. Slatter, N. Eshtiaghi, Rheological characterisation of primary and secondary sludge: Impact of solids concentration, *Chem. Eng. J.* 253 (2014) 526–537.
- [48] Y. Ma, C. Xia, H. Yang, R.J. Zeng, A rheological approach to analyze aerobic granular sludge, *Water Res. J.* 50 (2014) 171–178.
- [49] J. Jiang, J. Wu, S. Poncin, H.Z. Li, Rheological characteristics of highly concentrated anaerobic digested sludge, *Biochem. Eng. J.* 86 (2014) 57–61.
- [50] G. Feng, L. Liu, W. Tan, Effect of thermal hydrolysis on rheological behavior of municipal sludge, *Ind. Eng. Chem. Res.* 53 (2014) 11185–11192.
- [51] X. Cao, Z. Jiang, W. Cui, Y. Wang, P. Yang, Rheological properties of municipal sewage sludge: dependency on solid concentration and temperature, *Procedia Environ. Sci.* 31 (2016) 113 – 121.
- [52] P. Battistoni, Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes, *Water Sci. Technol.* 36 (1997) 33–41.
- [53] J.C. Baudez, F. Markis, N. Eshtiaghi, P. Slatter, The rheological behaviour of anaerobic digested sludge, *Water Res. J.* 45 (2011) 5675–5680.
- [54] J.C. Baudez, P. Slatter, N. Eshtiaghi, The impact of temperature on the rheological behaviour of anaerobic digested sludge, *Chem. Eng. J.* 215–216 (2013) 182–187.
- [55] E. Farno, J.C. Baudez, R. Parthasarathy, N. Eshtiaghi, Impact of temperature and duration of thermal treatment on different concentrations of anaerobic digested sludge:

Kinetic similarity of organic matter solubilisation and sludge rheology, *Chem. Eng. J.* 273 (2015) 534–542.

[56] C. Ségalen, E. Dieudé-Fauvel, J. Clément, J.C. Baudez, Relationship between electrical and rheological properties of sewage sludge - Impact of temperature, *Water Res. J.* 73 (2015) 1–8.

[57] C. Ségalen, E. Dieudé-Fauvel, J.C. Baudez, Electrical and rheological properties of sewage sludge Impact of the solid content, *Water Res. J.* 82 (2015) 25–36.

[58] H. Wang, H. Hu, H. Yang, R. Zeng, Characterization of anaerobic granular sludge using a rheological approach, *Water Res. J.* 106 (2016) 116–125.

[59] J.C. Baudez, A. Ayol, P. Coussot, Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids, *J. Environ. Manage.* 72 (2004) 181–188.

[60] F. Chaari, G. Racineux, A. Poitou, M. Chaouche, Rheological behavior of sewage sludge and strain-induced dewatering, *Rheol. Acta.* 42 (2003) 273–279.

[61] J.C. Baudez, P. Coussot, Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges, *J. Rheol. (N. Y. N. Y.)* 45 (2001) 1123–1139.

[62] J.C. Baudez, About peak and loop in sludge rheograms, *J. Environ. Manage.* 78 (2006) 232–239.

[63] A. Leonard, Etude du séchage convectif de boues de station d'épuration - Suivi de la texture par microtomographie à rayon X, Thèse en Sciences Appliquées, Université de Liège, 2002.

[64] G. Agoda-Tandjawa, E. Dieudé-Fauvel, R. Girault, J.C. Baudez, Using water activity Chemical, measurements to evaluate rheological consistency and structure strength of sludge, *Chem. Eng. J.* 228 (2013) 799–805.

[65] B.H. Chen, S.J. Lee, D.J. Lee, Rheological characteristics of the cationic polyelectrolyte flocculated wastewater sludge, *Water Res. J.* 39 (2005) 4429–4435.

[66] A. Ayol, S. Dentel, A. Filibeli, Toward efficient sludge processing using novel rheological parameters: dynamic rheological testing, *Water Sci. Technol.* 54 (2006) 17–22.

[67] E. Dieudé-Fauvel, S.K. Dentel, Sludge conditioning: Impact of Polymers on Floc structure, *J. Residuals Sci. Technol.* 8 (2011) 101–108.

[68] C. Ségalen, Complémentarité des propriétés électriques et rhéologiques pour une caractérisation des boues résiduelles, Thèse en Génie des procédés, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand, 2015.

- [69] J.C. Baudez, R.K. Gupta, N. Eshtiaghi, P. Slatter, The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: Strong similarities with soft-glassy materials, *Water Res. J.* 47 (2013) 173–180.
- [70] H.M. Wyss, E. Tervoort, L.J. Gauckler, Mechanics and microstructures of concentrated colloidal gels, *J. Am. Ceram. Soc.* 88 (2005) 2337.
- [71] T.G. Mason, D.A. Weitz, Linear viscoelasticity of colloidal hard sphere suspensions near the glass transition, *Phys. Rev. Lett.* 75 (1995) 2770–2773.
- [72] T.G. Mason, M.D. Lacasse, G.S. Grest, D. Levine, J. Bibette, D.A. Weitz, Osmotic pressure and viscoelastic shear moduli of concentrated emulsions, *Phys. Rev. E.* 56 (1997) 3150–3166.
- [73] N. Altmann, J.J. Cooper-White, D.E. Dunstan, J.R. Stokes, Strong through to weak sheared gels, *J. Nonnewton. Fluid Mech.* 124 (2004) 129–136.
- [74] R.P. Chhabra, J.F. Richardson, *Non-newtonian flow and applied rheology*, 2nd ed., 2008.
- [75] J.C. Baudez, J.C. Megnien, E. Guibelin, Pumping of Dewatered Sludge : Slipping or Flowing Behavior ?, *Chem. Eng. J.* 295 (2016) 494–499.
- [76] S.N. Bhattacharya, Flow characteristics of primary and digested sewage sludge, *Rheol. Acta.* 20 (1981) 288–298.
- [77] L. Pullum, P. Slatter, E. Al, Are tube viscometer data valid for suspension flows?, *Korea-Australia Rheol. J.* 22 (2010) 163–168.
- [78] P.T. Slatter, F.W. Peterson, L. Moodie, Rheological characterisation of mineral slurries using balanced beam tube viscometry, *J. South African Inst. Min. Metall.* 98 (1998) 165–170.
- [79] T.P. Nguyen, N.P. Hankins, N. Hilal, Effect of chemical composition on the flocculation dynamics of latex-based synthetic activated sludge, *J. Hazard. Mater.* 139 (2007) 265–274.
- [80] S. Sharma, S. Bhattacharya, Strain and strain rate dependence of gellan, agar and agar-gellan gels as model systems, *J. Food Eng.* 141 (2014) 93–98.
- [81] J. Yu, P.H.S. Santos, O.H. Campanella, A Study to characterize the mechanical behavior of semisolid viscoelastic systems under compression chewing e case study of agar gel, *Joural Texture Stud.* 43 (2012) 459–467.
- [82] J. Hort, G. Grys, J. Woodman, The relationships between the chemical, rheological and textural properties of Cheddar cheese, *Lait.* 77 (1997) 587–600.

- [83] Y.M. Lin, P.K. Sharma, M.C.M. VanLoosdrecht, The chemical and mechanical differences between alginate-like exopolysaccharides isolated from aerobic flocculent sludge and aerobic granular sludge, *Water Res. J.* 47 (2013) 57–65.
- [84] W. Cai, G.R. McDowell, G.D. Airey, Discrete element modelling of uniaxial constant strain rate tests on asphalt mixtures, *Granul. Matter.* 15 (2013) 163–174.
- [85] M. Adams, I. Aydin, B. Briscoe, S. Sinha, A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material, *J. Nonnewton. Fluid Mech.* 71 (1997) 41–57.
- [86] A. Poitou, G. Racineux, A squeezing experiment showing binder migration in concentrated suspensions, *J. Rheol. (N. Y. N. Y).* 45 (2001) 609.
- [87] F. Liang, M. Sauceau, G. Dusserre, P. Arlabosse, A uniaxial cyclic compression method for characterizing the rheological and textural behaviors of mechanically dewatered sewage sludge, *Water Res. J.* 113 (2017) 171–180.
- [88] F. Liang, M. Sauceau, G. Dusserre, J.L. Dirion, P. Arlabosse, Modelling of the rheological behavior of mechanically dewatered sewage sludge in uniaxial cyclic compression, *Water Res.* 147 (2018) 413–421.
- [89] J. Murata, Flow and deformation of fresh concrete, *Matériaux Constr.* 17 (1984) 117–129.
- [90] J.C. Baudez, F. Chabot, P. Coussot, Rheological interpretation of the slump test, *Appl. Rheol.* 12 (2002) 133–141.
- [91] J.C. Baudez, Physical aging and thixotropy in sludge rheology, *Appl. Rheol.* 18 (2008) 1–8.
- [92] C. Forster, The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges, *Enzyme Microb. Technol.* 30 (2002) 340–345.
- [93] J.-M. Piau, M. Dorget, J.-F. Palierne, A. Pouchelon, Shear elasticity and yield stress of silica–silicone physical gels: Fractal approach, *J. Rheol. (N. Y. N. Y).* 43 (1999) 305–314.
- [94] F. Pignon, J. Piau, A. Magnin, Structure and pertinent length scale of a discotic clay gel, *Physic Rev. Lett.* 76 (1996) 4857–4860.
- [95] D. Li, J. Ganczarczyk, Fractal geometry of particle aggregates generated in water and wastewater treatment processes, *Environ. Sci.* 23 (1989) 1385–1389.
- [96] P. Coussot, C. Ancey, *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*, EDP Sciences, France, 1999.
- [97] P. Coussot, *Rhéophysique la matière dans tous ses Etats*, EDP Sciences, France, 2012.
- [98] H.M. Jaeger, S.R. Nagel, Physics of the granular state, *Science*,. 255 (1992) 1523–1531.

- [99] G.Y. Onoda, E.G. Liniger, Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset, *Phys. Rev. Lett.* 64 (1990) 2727–2730.
- [100] C. Hanotin, Rhéophysique des suspensions granulaires vibrées, Thèse en Mécanique et Energétique, Université de Lorraine, 2014.
- [101] G.D. Scott, D.M. Kilgour, Density of random close packing of spheres, *J. Phys. D-Applied Phys.* 2 (1969) 863.
- [102] T.C. Hales, A proof of the kepler conjecture, *Ann. Of Mathematics.* 162 (2005) 1065–1185.
- [103] H. Van Damme, S. Mansoutre, P. Colombet, C. Lesaffre, D. Picart, Pastes: Lubricated and cohesive granular media, *Comptes Rendus Phys.* 3 (2002) 229–238.
- [104] S. Mansoutre, P. Colombet, H. Van Damme, Water retention and granular rheological behavior of fresh C3S paste as a function of concentration, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 1441–1453.
- [105] H. Lombois, D. Lootens, J.L. Halary, P. Hébraud, P. Colombet, E. Lécolier, V. H. Damme, Sur le rôle ambigu de la lubrification dans la rhéologie des pâtes Granulaires, *Rhéologie.* 7 (2005) 11–21.
- [106] D. Lootens, H. Van Damme, Y. Hémar, P. Hébraud, Dilatant flow of concentrated suspensions of rough particles, *Phys. Rev. Lett.* 95 (2005) 1–4.
- [107] P. Coussot, C. Ancey, transition frictionnelle/visqueuse pour une suspension granulaire, *Comptes Rendus l’Académie Des Sci. - Ser. IIB - Mech.* 327 (1999) 515–522.
- [108] R. Sosio, G.B. Crosta, Rheology of concentrated granular suspensions and possible implications for debris flow modeling, *Water Resour. Res.* 45 (2009) 1–16.
- [109] A. Fall, Rhéophysique des fluides complexes : Ecoulement et Blocage de suspensions concentrées, Thèse en Physique macroscopique, Université Paris-Diderot-Paris 7, 2008.
- [110] P. Coussot, A.I. Leonov, J.M. Piau, Rheology of concentrated dispersed systems in a low molecular weight matrix, *J. Nonnewton. Fluid Mech.* 46 (1993) 179–217.
- [111] F. Pignon, A. Magnin, J. Piau, Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum: Identification of flow regimes and rheometric consequences, *J. Rheol. (N. Y. N. Y).* 40 (1996) 573.
- [112] O. Reynolds, On the dilatancy of media composed of rigid particles in contact. With experimental illustrations, *Philos. Mag.* 20 (1885) 469.
- [113] R. Bagnold, The Shearing and Dilatation of Dry Sand and the “Singing” Mechanism, in: *Proceeding R. Soc. A, London*, 1966: pp. 219–232.

- [114] A. Einstein, Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen, *Ann. Phys.* 19 (1906) 289–306.
- [115] G.K. Batchelor, J.T. Green, The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order c^2 , *J. Fluid Mech.* 56 (1972) 401–427.
- [116] H. Eilers, The viscosity of the emulsion of highly viscous substances as function of concentration, *Kolloid-Zeitschrift.* 97 (1941) 313–321.
- [117] I.M. Krieger, T.J. Dougherty, A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres, *Trans. Soc. Rheol.* 3 (1959) 137–152.
- [118] S. Gallier, Simulation numérique de suspensions frictionnelles application aux propergols solides, Thèse en Physique, Université de Nice Sophia Antipolis, 2014.
- [119] F. Mahaut, X. Chateau, P. Coussot, G. Ovarlez, Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloida, *J. Rheol. (N. Y. N. Y).* 52 (2008).
- [120] J. Yammine, M. Chaouche, M. Guerinet, M. Moranville, N. Roussel, From ordinary rheology concrete to self compacting concrete: A transition between frictional and hydrodynamic interactions, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 890–896.
- [121] C. Allain, B. Ildefonse, P. Coussot, Des grands écoulements naturels à la dynamique du tas de sable. Cemagref, DL 1997.
- [122] H.M. Hassanabadi, M. Wilhelm, D. Rodrigue, A rheological criterion to determine the percolation threshold in polymer nano-composites, *Rheol. Acta.* 53 (2014) 869–882.
- [123] R. Kotsilkova, Processing–structure–properties relationships of mechanically and thermally enhanced smectite/epoxy nanocomposites, *J. Appl. Polym. Sci.* 97 (2005) 2499–2510.
- [124] R. Kotsilkova, D. Fragiadakis, P. Pissis, Reinforcement effect of carbon nanofillers in an epoxy resin system: rheology, molecular dynamics, and mechanical studies, *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* 43 (2005) 522–533.
- [125] G. Wu, J. Lin, Q. Zheng, M. Zhang, Correlation between percolation behavior of electricity and viscoelasticity for graphite filled high density polyethylene, *Polymer (Guildf).* 47 (2007) 2–7.
- [126] J. Zhu, S. Wei, A. Yadav, Z. Guo, Rheological behaviors and electrical conductivity of epoxy resin nanocomposites suspended with in-situ stabilized carbon nanofibers, *Polymer (Guildf).* 51 (2010) 43–51.

- [127] K. Johanson, Y. Rabinovich, B. Moudgil, K. Breece, H. Taylor, Relationship between particle scale capillary forces and bulk unconfined yield strength, *Powder Technol.* 138 (2003) 13–17.
- [128] J. Heyman, *Coulomb's Memoir on Statics: An essay in the History of Civil Engineering*, New editio, Imperial College Press, UK, 1972.
- [129] J. Duran, *Sable, poudres et grains Introduction à la physique des matériaux granulaires*, Paris, 1996.
- [130] H. Louati, D. Oulahna, A. De Ryck, Apparent friction and cohesion of a partially wet granular material in steady-state shear, *Powder Technol.* 278 (2015) 65–71.
- [131] N. Mitarai, F. Nori, Wet granular materials, *Adv. Phys.* 55 (2006) 1–45.
- [132] R.M. Nedderman, *Statics and kinematics of granular materials*, Cambridge University Press, UK, 1992.
- [133] E. Rondet, T. Ruiz, B. Cuq, Rheological and mechanical characterization of wet agglomerates processed in low shear mixer, *J. Food Eng.* 117 (2013) 67–73.
- [134] J. Schwedes, D. Schulze, Measurement of flow properties of bulk solids, *Powder Technol.* 61 (1990) 59–68.
- [135] C. Degouet, *Caractérisation de matériaux granulaires et de leurs écoulements dans les silos verticaux. Mise en oeuvre d'une méthode d'investigation expérimentale et numérique*, Thèse en Mécanique, Université de Bretagne occidentale-Brest, 2005.
- [136] A. Raihane, *Etude du comportement des milieux granulaires vibrés horizontalement. Application au remplissage des fusibles*, Thèse en Génie des procédés, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint- Etienne, 2009.
- [137] A.W. Jenike, Gravity Flow of Bulk Solids, *Bull. Univ. Utah Utah Eng. Exp. Stn.* 52 (1961).
- [138] J. Thomas, H. Schubert, Particle Characterisation, in: *Int. Congr. Part. Technol.*, Nuremberg, Germany, 1979: pp. 301–319.
- [139] J.P. Lopes Neto, A.S. Meira, J.W.B. do Nascimento, J.P. Lopes Neto, A.S. Meira, J.W.B. do Nascimento, Flow properties and pattern Flow prediction of food industrial powders, *J. Brazilian Assoc. Agric. Eng.* 37 (2017) 627–636.
- [140] M. Leturia, M. Benali, S. Lagarde, I. Ronga, K. Saleh, Characterization of flow properties of cohesive powders: A comparative study of traditional and new testing methods, *Powder Technol.* 253 (2014) 406–423.
- [141] Y. Liu, X. Guo, H. Lu, X. Gong, An investigation of the effect of particle size on the flow behavior of pulverized coal, *Procedia Eng.* 102 (2015) 698–713.

- [142] D. Hornbaker, R. Albert, I. Albert, A. Barabasi, P. Schiffer, What keeps sandcastles standing ?, *Nature*. 387 (1997) 765.
- [143] D.M. Newitt, J.M. Conwey-Jones, A Contribution to the Theory and Practice of Granulation, *Trans. Inst. Chem. Eng.* 36 (1958) 422–442.
- [144] S. Mandato, Génie des procédés d'agglomération de poudres alimentaires : éléments de phénoménologie des apports d'eau et d'énergie mécanique, Thèse en Génie des Procédés, Centre International d'Etudes Supérieures en Sciences Agronomiques de Montpellier, 2012.
- [145] E. Emery, J. Oliver, T. Pugsley, J. Sharma, J. Zhou, Flowability of moist pharmaceutical powders, *Powder Technol.* 189 (2009) 409–415.
- [146] S.B. Tan, J.M. Newton, Influence of capsule dosator wall texture and powder properties on the angle of wall friction and powder-wall adhesion, *Int. J. Pharm.* 64 (1990) 227–234.
- [147] E. Ostrowska-Ligęza, A. Lenart, Influence of water activity on the compressibility and mechanical properties of cocoa products, *Food Sci. Technol.* 60 (2015) 1054–1060.
- [148] E. Juarez-Enriquez, G.I. Olivas, P.B. Zamudio-Flores, E. Ortega-Rivas, S. Perez-Vega, D.R. Sepulveda, Effect of water content on the flowability of hygroscopic powders, *J. Food Eng.* 205 (2017) 12–17.
- [149] P. Battistoni, G. Fava, C. Stanzini, F. Cecchi, A. Bassetti, Feed characteristics and Digested, digester operative conditions as parameters affecting the rheology of municipal solid wastes, *Water Sci. Technol.* 27 (1993) 37–45.
- [150] Y. Mu, H.-Q. Yu, X.-H. Chen, Rheological and fractal characteristics of granular sludge in an upflow anaerobic reactor., *Water Res. J.* 40 (2006) 3596–602.
- [151] J.C. Baudez, Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage, Thèse en Sciences de l'Environnement, Ecole nationale supérieure du génie rural, des eaux et des forêts Paris, 2001.
- [152] E. Paul, P. Camacho, D. Lefebvre, P. Ginestet, Organic matter release in low Excess, temperature thermal treatment of biological sludge for reduction of sludge production, *Water Sci. Technol.* 54 (2006) 59–68.
- [153] E. Farno, J.C. Baudez, R. Parthasarathy, N. Eshtiaghi, Rheological characterisation of thermally-treated anaerobic digested sludge: Impact of temperature and thermal history, *Water Res. J.* 56 (2014) 156–161.
- [154] M. Anson, A. Mirsky, The effect of denaturation of the viscosity of protein systems, *J. Gen. Physiol.* 15 (1932) 341–350.

- [155] J. Quignon-Tosoni, Rhéologie des matériaux pâteux: vers un continuum des régimes solide et liquide. Application aux boues résiduaires, Thèse en Génie des procédés, Blaise Pascal-Clermont ferrand, 2015.
- [156] E. Dieudé-Fauvel, H. Van Damme, J.C. Baudez, Improving rheological sludge characterization with electrical measurements, Chem. Eng. Res. Des. 87 (2009) 982–986.
- [157] J. Sato, V. Breedveld, Evaporation blocker for cone-plate rheometry of volatile samples, Appl. Rheol. 15 (2005) 390–397.
- [158] Y. Cheng, H. Li, Rheological behavior of sewage sludge with high solid content, Water Sci. Technol. 71 (2015) 1686.