

---

## La boue de station d'épuration

La boue résiduaire contient la plupart des éléments polluants retirés des eaux usées. C'est un mélange hétérogène de microorganismes, de fibres, de particules colloïdales et non colloïdales, d'éléments métalliques, de polymères organiques et de divers autres constituants dans l'eau dont la composition peut varier considérablement selon l'origine de la boue, la saison, la température, ... [1].

Dans la boue résiduaire urbaine, la matière organique représente 50 à 70 % de la matière sèche des boues. Elle se compose de lipides, fibres (cellulose, hémicellulose et lignine), protéines, amidon, sucres simples et pectines. Une large partie de cette matière organique se présente sous la forme de polymères extra-cellulaires (PEC) [2,3]. D'un point de vue physique, la boue peut être définie comme une suspension de particules suspendues dans un fluide contenant des polymères extra-cellulaires (PEC) formant dans l'eau une structure tridimensionnelle de type gel [4].

Chaque année, environ 1 million de tonnes de matière sèche de boues urbaines sont produites. La gestion d'une telle quantité de boues produites constitue un véritable défi pour les municipalités. L'économie circulaire d'aujourd'hui incite à la valorisation des boues urbaines par recyclage en agriculture, par transformation en compost normé ayant un statut de produit ou par la production d'énergie [5].

### 1.1. Voies de valorisation de la boue

Les filières de valorisation par incinération spécifique et co-incinération traitent environ 18 % de la production française de boues. Environ 4 % de la production est envoyé dans des centres d'enfouissement technique. Une part de 33 % est valorisée en compostage. La valorisation par épandage est la voie privilégiée, à raison de 43 % de la production de boues pour des raisons de coûts de mise en œuvre et l'intérêt agronomique (source ADEME [6]). La gazéification et la pyrolyse ne sont pas encore appliquées à l'échelle industrielle, à notre connaissance.

En général, les boues subissent, en sortie de la station d'épuration, une étape d'épaississement suivie d'une déshydratation mécanique, par pressage ou centrifugation. Au mieux, ces traitements permettent d'atteindre des siccités de l'ordre de 25 à 35 % [7]. Afin de pouvoir intégrer les différentes voies de valorisation et d'élimination, il est nécessaire d'accroître la siccité de la boue dans la plupart des cas (Tableau 1). En effet, il faut atteindre une siccité de 30 à 45 % pour une incinération spécifique. Une siccité de 60 % est nécessaire pour une co-incinération de la boue avec des ordures ménagères. Plus de 85 % de siccité est attendu pour

la pyrolyse et la gazéification. Une étape de séchage devient donc indispensable après l'étape de déshydratation mécanique, pour continuer à retirer de l'eau du produit.

Tableau 1 : Les filières de valorisation des boues pâteuses [1,7,8].

Voies de valorisation	Siccité nécessaire
Epandage	$\geq 20\%$
Enfouissement	$> 30\%$
Incineration spécifique	30-45%
Co-incinération avec les ordures ménagères résiduelles	60-90%
Pyrolyse et gazéification	$> 85\%$

### 1.2. Problématique de la phase plastique

Quelle que soit la filière de valorisation agricole ou énergétique, une succession de traitements et de manutentions, telle que le pompage, le transport, le stockage, la déshydratation mécanique ou thermique au cours de ces traitements sont nécessaires.

Au cours de ces divers traitements, les boues passent par une phase dite « plastique » [9–12]. Les propriétés cohésives et adhésives augmentent significativement, posant des problèmes techniques lors de leur manutention. Citons les exemples suivants :

- Pendant le stockage, les boues adhèrent aux parois des silos ce qui rend la vidange difficile.
- Lors de la déshydratation mécanique par filtre-pressé, à cause du caractère adhésif (Figure 1, à gauche), les gâteaux de boues adhèrent au filtre. La boue devient très difficile à détacher des tissus filtrants, ce qui induit à une augmentation remarquable du temps de décharge [13].
- Dans le cas de la déshydratation thermique, l'état collant (Figure 1, à droite) entraîne à la fois des dommages mécaniques dans l'installation, une augmentation de la puissance mécanique nécessaire à l'agitation, une diminution de la vitesse de séchage et une réduction de la capacité du sécheur [7,9–17].



Figure 1: Problèmes industriels liés à phase plastique des boues. Gâteau d'une boue déshydratée dans un filtre presse (à gauche) [18]. Boue dans un sécheur thermique à palettes (à droite) [7].

La valorisation des boues nécessite donc de maîtriser ses propriétés rhéophysiques afin d'optimiser les procédés de traitement, de minimiser leur consommation énergétique et de faciliter leur recyclage [18].

### 1.3. Techniques d'identification de la phase plastique

Depuis plusieurs années, un certain nombre d'auteurs tentent de développer des outils expérimentaux pour caractériser cette phase plastique et trouver des solutions alternatives. Les principales techniques sont présentées dans ce qui suit.

#### 1.3.1. Limites d'Atterberg

Certains auteurs ont adopté une approche utilisée en mécanique des sols, connue sous le nom de limites d'Atterberg. Avec de tels tests empiriques, les siccités, auxquelles se produisent les transitions entre l'état liquide et plastique ( $Si_L$ , la limite de liquidité) et entre l'état plastique et granulaire ( $Si_p$ , la limite de plasticité), sont déterminées à température ambiante.

En dessous de la limite de liquidité  $Si_L$ , la boue est dans un état liquide. Au-dessus de la limite de plasticité  $Si_p$ , la boue devient un matériau à consistance granulaire. Pour ne pas confondre entre les boues granulaires (aérobie/anaérobie) et les boues granulaires déshydratées, nous désignons ces dernières par boues déshydratées à consistance granulaire. Entre ces deux cas, la boue est dans un état intermédiaire, plastique ou pâteux, comme l'illustre la Figure 2.

$Si_L$		$Si_p$	$Si$ (%) →
Liquide	Plastique/pâteuse		Déshydratée granulaire
Milieu continu		Milieu discontinu	
			

Figure 2 : Consistance physique d'une boue de station d'épuration en fonction de la siccité.

La limite de liquidité est souvent déterminée par la méthode de la coupelle et la limite de plasticité au rouleau (NF P 94 051 ou ASTM D 4318). La méthode de la coupelle consiste à

## Chapitre 2 : Etude bibliographique

appliquer une rainure au milieu d'un sol placé dans une coupelle. Ensuite, déterminer la siccité pour laquelle la rainure se ferme sur plus de 1 cm lorsque la coupelle et son contenu sont soumis à une répétition de 25 chocs. Pour la limite de plasticité, elle correspond à la siccité à partir de laquelle un rouleau de sol de dimensions connues (3 mm de diamètre et 10 cm de longueur) se brise en morceaux [19,20].

D'après Ruiz et al. [21–23], le principal facteur impactant la consistance physique d'une boue résiduaire est la teneur en matières organiques (MO). Plus la boue est organique, plus elle retient d'eau et sa transition de l'état liquide vers l'état plastique se produit à des niveaux de siccité plus bas. Le type de boue et le traitement subi sont également des facteurs impactant la consistance physique d'une boue résiduaire, comme le montre le Tableau 2. Par exemple, pour une même teneur en matières organiques de 75 % (base sèche), la phase plastique se situe entre 12 et 18 % pour une boue anaérobie déshydratée par convection et entre 16 et 42 % pour une boue aérobie déshydratée par filtre-pressé.

Tableau 2 : Exemples de limites de liquidité et de plasticité pour des boues d'origine urbaine de quelques recherches. MO est la teneur en matière organique donnée en % de matières sèches (MS).

Référence	Type de boues	Déshydratation	MO (% MS)	Si <sub>L</sub> (%)	Si <sub>P</sub> (%)
Ruiz and Wisniewski [21] Ruiz et al. [23]	Anaérobie	Par convection à 30°C	53	21	38
			67	15	23
			75	12	18
Ruiz et al. [22]	Anaérobie	Par filtre-pressé	59	29	50
	Aérobie		75	16	42
Liang [18]	Anaérobie	Par centrifugation	64	<20	38

### 1.3.2. Méthode de Jenike

Cette méthode a été développée par Jenike [24] dans le cadre de la conception de silos et est devenue depuis une norme industrielle pour caractériser les propriétés d'écoulement des poudres et des milieux granulaires. Le principe consiste à appliquer une contrainte normale sur l'échantillon pour créer une consolidation et, ensuite, d'exercer une contrainte tangentielle sur la partie supérieure du dispositif (Figure 3). À partir de ce test, la contrainte de cisaillement de rupture de l'échantillon (la force nécessaire pour déplacer la partie supérieure) est déterminée.



Figure 3 : Principe de fonctionnement de la cellule de Jenike composée d'un demi-cylindre inférieur fixe et un demi-cylindre supérieur mobile [25].

Peeters et al. [26] ont adapté ce principe pour mesurer à température ambiante les contraintes adhésives de boues dont la siccité varie de 9 à 99 %. L'appareil est composé d'une paire de cylindres coaxiaux : un creux et l'autre plein (Figure 4, à gauche). L'échantillon de boue est introduit dans le cylindre creux. Le cylindre plein est ensuite placé dans le cylindre creux pour consolider la boue contre la table. À partir de ce moment, de faibles masses (de 3 g chacun) sont introduites toutes les 5 secondes dans le récipient jusqu'à ce que le cylindre contenant la boue commence à glisser sur la surface de la table. Une fois que le cylindre commence à glisser, le poids total,  $M$ , est enregistré. La contrainte de cisaillement  $\tau$  nécessaire pour provoquer le glissement de la boue consolidée est calculée (Equation 1) et tracée en fonction de la siccité de la boue (Figure 4, à droite).

$$\tau = \frac{Mg}{A}$$

Équation 1

Où  $g$  est l'accélération gravitationnelle ( $9,81 \text{ m/s}^{-2}$ ) et  $A$  la surface de contact circulaire entre la boue et la surface de la table.

A faibles siccités, une faible contrainte de cisaillement est nécessaire pour provoquer le glissement de la boue (Figure 4, à droite). Avec l'augmentation de la siccité, la boue présente une résistance croissante au glissement, jusqu'à ce que le comportement le plus collant (plastique) apparaisse dans une plage de siccité entre 25 et 40 %. Au-delà de 40 % de siccité, la résistance au cisaillement diminue à nouveau, due à la formation d'une phase divisée.

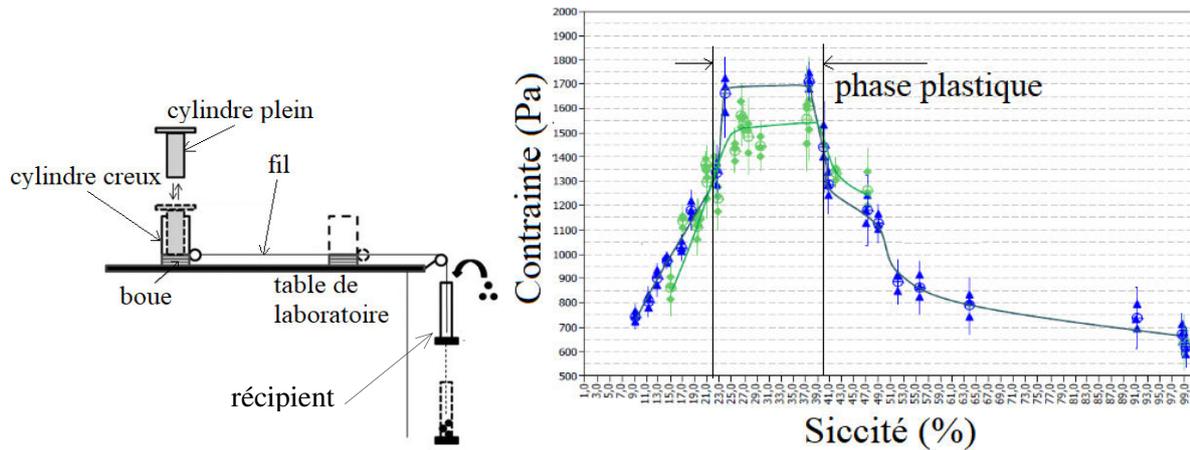


Figure 4 : Dispositif utilisé par Peeters pour cartographier la phase plastique (à gauche) et résultats obtenus pour deux boues prélevées à une semaine d'écart (à droite) [26].

Inspirés par la cellule de Peeters et al. [26], Li et al. [27] ont développé un dispositif déposé sur un plan de travail chauffé pour mesurer les contraintes adhésive et cohésive des boues à hautes températures. Les résultats montrent que les contraintes adhésives et cohésives les plus importantes (phase plastique) se manifestent dans une plage de siccité de 30-55 % pour une température du plan de travail de 120°C. Une augmentation de la température de chauffage à 200°C provoque un léger déplacement de la phase plastique vers les fortes siccités.

Tableau 3 : Vue d'ensemble des données de la littérature sur la phase collante et la gamme de siccité correspondante.

Référence	Type de boue	T (°C)	MO (% MS)	Phase plastique	Mesures
Peeters et al. [26]	Industrielle activée	Ambiante	70	25-40 %	Forces d'adhésion
Peeters et al. [28]	Industrielle fraîche	Ambiante	70	45-60 %	Forces d'adhésion
Li et al. [27]	Urbaine primaire et secondaire centrifugées	120-200°C	39	30-55 %	Forces d'adhésion et de cohésion

Peeters et al. [28] ont montré que l'addition de chlorure de poly-aluminium (PACI) (utilisé souvent comme coagulant-floculant) dans les boues activées, avant l'étape de déshydratation ou de séchage, diminue leur caractère collant (Figure 5). Une dose allant de 50 à 150 g de PACI/kg de matières solides en suspension dans la liqueur mixte (en anglais : mixed liquor suspended solids MLSS) s'est révélée efficace pour réduire l'intensité de la phase plastique. Par exemple, à une siccité de 46 %, la contrainte de cisaillement requise pour déplacer le cylindre chargé de boues est réduite de 35 %. Le rôle du PACI a également été confirmé par la mesure du couple de la centrifugeuse de la station d'épuration. En effet, le couple maximal

développé dans la centrifugeuse est réduit de 20 % dans le cas des boues conditionnées avec du PACl.

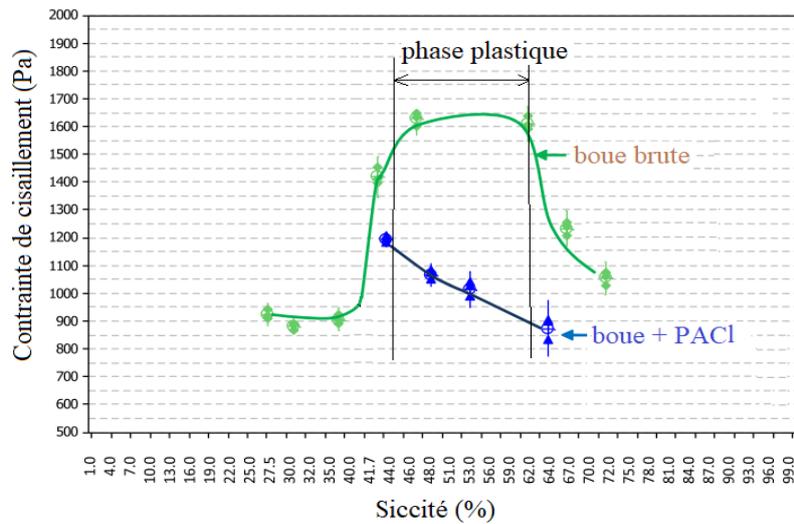


Figure 5 : Effet de l'addition du chlorure de poly-aluminium (PACl) sur la phase plastique de boues activées [28].

Récemment, Liang et al. [29] ont montré que la distribution des contraintes de cisaillement sur une surface cylindrique est non homogène. Dans ce contexte, ils ont adapté le dispositif de Peeters en utilisant la cellule de casagrande (une géométrie carrée), plutôt que la géométrie cylindrique. Pour le test d'adhésion, la géométrie cylindrique conduit à une surestimation de la valeur moyenne de la contrainte d'adhésion de 44 %. En revanche, dans les mesures de cohésion, les résultats n'ont pas été influencés par la géométrie du dispositif.

### 1.3.3. Suivi du couple au cours du séchage

Certains auteurs suivent l'évolution du couple mécanique d'agitation lors du séchage dans un sécheur batch de forme cylindrique. C'est le cas de Ferrasse [15,30], qui associe l'évolution du couple mécanique à une signature rhéologique. Kudra [10], Chavez-Nunez [14] et Charlou [7] ont plus tard utilisé la même méthode.

La Figure 6 présente un exemple de l'évolution du couple mécanique nécessaire pour maintenir une agitation constante en fonction de la siccité lors du séchage d'une boue non-digérée sur un pilote de séchage discontinu [7]. Une première phase « liquide » est identifiée, pendant laquelle le couple est faible. Ensuite, lorsque la siccité se trouve entre 32 et 60 %, la boue entre dans sa phase plastique ou elle devient collante et adhère aux parois et au mobile d'agitation, ce qui entraîne une augmentation de la puissance mécanique nécessaire pour

l'agitation. Finalement, au-delà de 60 %, le couple devient très faible, suite à la formation d'une phase divisée.

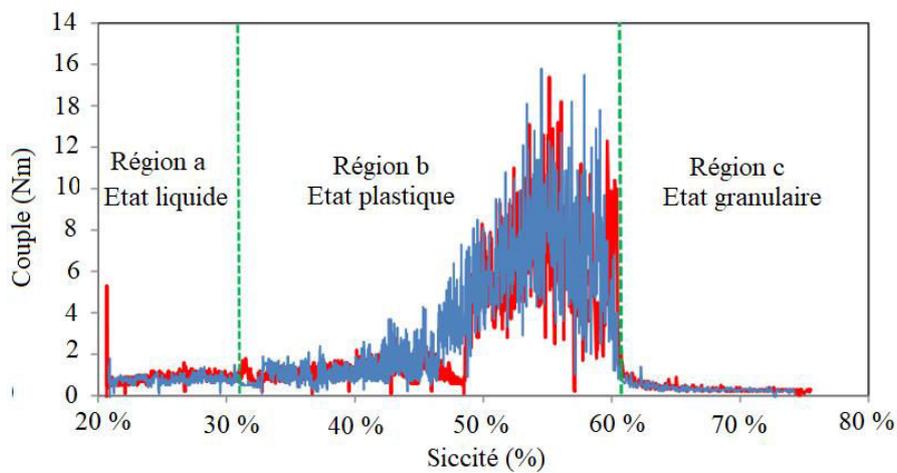


Figure 6 : Evolution du couple mécanique en fonction de la siccité sur un pilote de séchage discontinu pour une boue non digérée [7].

La gamme de siccité de 32 à 60 %, dans laquelle la boue étudiée par Charlou [7] présente une phase plastique, se situe dans les mêmes gammes de siccités trouvées dans la littérature utilisant le même principe (Tableau 4). Ferrasse et al. [30] indiquent que l'apparition de la phase collante se produit entre 32 et 59 %. Une plage de 37 à 50 % de siccité a été trouvée pour des boues municipales après digestion anaérobie [10]. Une gamme plus large de 22 à 76 % est signalée pour les boues résiduaires urbaines de différentes natures [14].

Tableau 4 : Données sur la phase collante déterminées par le suivi du couple pendant le séchage.

Référence	Type de boues	Température de la boue	Phase plastique
Ferrasse et al. [30]	Urbaine digérée	-	32-59 %
Kudra [10]	Non défini	120°C	37-50 %
Chavez-Nunez [14]	Urbaine et industrielle	100°C	22-76 %
Charlou [7]	Urbaine digérée et non digérée	100°C	32-60 %

Pour minimiser l'effet de la phase plastique pendant le séchage, Kudra [10] propose des chemins préférentiels. Il suggère que la phase plastique se déplace vers les faibles valeurs de siccité à basse température et vers les fortes valeurs de siccité à haute température. La même observation a été reportée par Li et al. [27] comme nous l'avons indiqué précédemment.

### 1.3.4. Conclusion

L'ensemble des études citées précédemment montre que l'intervalle et le comportement de la phase plastique dépend de nombreux facteurs tels que la siccité, la composition, l'origine et la température de la boue. Néanmoins, les auteurs utilisent différentes techniques et ne mesurent pas les mêmes propriétés (limites d'Atterberg, adhésion, cohésion, couple mécanique), ce qui met en évidence que cette phase est encore méconnue [7]. Néanmoins, les méthodes utilisées sont utiles pour identifier la plage de siccité où la boue exerce son comportement le plus collant (plastique) mais elles ne permettent pas de caractériser l'hydrodynamique des boues pendant cette phase critique. Il apparaît donc nécessaire de développer des outils de caractérisation pour parvenir à une meilleure compréhension de cette phase critique.

## 2 Etudes décrivant le comportement rhéologique des boues pâteuses/plastiques

La rhéologie est la science qui étudie les déformations de la matière lorsque cette dernière est soumise à un ensemble de forces. Elle établit une relation univoque entre l'ensemble des forces appliquées et l'ensemble des déformations engendrées.

Il existe diverses techniques pour caractériser les propriétés rhéologiques des matériaux. Toutes les techniques se basent sur le même principe : mesurer l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation (ou l'inverse).

Dans cette partie, les différentes techniques de caractérisation rhéologique utilisées sur les boues très concentrées et pâteuses à température ambiante sont présentées. Les limitations liées à chaque technique de caractérisation sont mises en évidence. Finalement, l'effet de la siccité sur le comportement rhéologique des boues est discuté.

### 2.1. Technique à rhéomètre rotatif

Au cours des dernières années, le rhéomètre rotatif est devenu le rhéomètre le plus couramment utilisé pour caractériser la rhéologie des boues résiduaires. La conception de ce rhéomètre offre des caractéristiques uniques pour étudier les propriétés rhéologiques des boues, qui ne pourraient pas être étudiées avec d'autres outils de caractérisation rhéologique.

Les rhéomètres rotatifs peuvent réaliser différents modes de mesures (cisaillement simple, en fluage et relaxation ou bien en mode dynamique). Ils disposent d'un choix de géométries de mesures selon la texture du matériau (Figure 7) et ne nécessitent qu'un faible volume d'échantillons pour réaliser les tests [31,32].

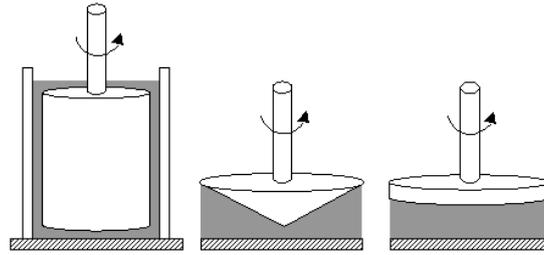


Figure 7 : Principales géométries disponibles : cylindres coaxiaux (à gauche), cône-plan (au milieu), plan-plan (à droite) [33].

### 2.1.1. Définitions

Pour définir les différentes grandeurs physiques, on considèrera le cas simple d'un mouvement laminaire entre deux surfaces planes, l'une au repos, l'autre animée d'un déplacement parallèle à la première. Le comportement d'un matériau d'une épaisseur  $e$  contenu entre deux surfaces parallèles de surface  $A$  est illustré sur la Figure 8. La surface supérieure est soumise à une force  $F$  pour donner une vitesse  $V_x$ , tandis que la surface inférieure reste immobile. Sous l'effet de cette force, le matériau entre les deux surfaces s'écoule en couches planes, parallèles entre elles. La couche en contact avec la surface supérieure s'écoule à la vitesse de la plaque  $V_x$  alors que le fluide au contact de la surface inférieure a une vitesse nulle. Un gradient de vitesse  $\dot{\gamma} = dV_x/dy$  est développé dans le fluide sur la distance  $e$ .

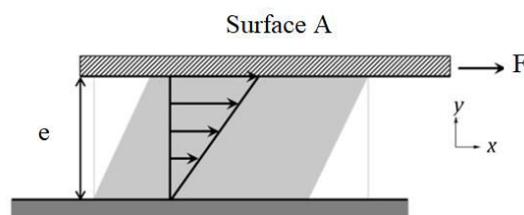
La force de cisaillement  $F$  par unité de surface  $A$  est une contrainte de cisaillement  $\tau$ , qui évolue linéairement avec le gradient de vitesse  $\dot{\gamma}$  dans le cas d'un fluide Newtonien :

$$\tau = \frac{F}{A} = \mu \dot{\gamma} \quad \text{Équation 2}$$

La constante de proportionnalité  $\mu$  (Pa.s) est la viscosité.

Sous l'action des contraintes, le matériau va se déformer. Le déplacement entre les deux plaques est défini comme la déformation  $\gamma$  :

$$\gamma = \frac{dx}{dy} \quad \text{Équation 3}$$



## Chapitre 2 : Etude bibliographique

Figure 8 : Matériau cisailé entre deux plans parallèles. Le plan inférieur est immobile et le plan supérieur en mouvement.

Si le matériau se déforme indéfiniment sous l'action de la contrainte alors c'est un liquide. Par contre, si la déformation du matériau est limitée, même sous l'action de contraintes fortes, alors il sera considéré comme solide.

La comportement en régime liquide peut être étudié en imposant soit la contrainte de cisaillement,  $\tau$ , soit le gradient de vitesse,  $\dot{\gamma}$ , et l'autre paramètre est alors mesuré. Ce mode de caractérisation est simple à réaliser et permet d'obtenir des courbes d'écoulement ou rhéogramme (Figure 9) et d'en déduire les propriétés rhéologiques du fluide (contrainte seuil  $\tau_y$ , viscosité  $\mu$ , consistance  $k$ , indice d'écoulement  $n$ ), après ajustement à une loi de comportement.

En régime liquide, les propriétés visqueuses sont dominantes et l'analyse de la viscosité permet de définir le comportement rhéologique du matériau. Si la viscosité est constante et indépendante de la vitesse de cisaillement, le matériau est Newtonien. Si la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente, le matériau est rhéofluidifiant (ou pseudoplastique). Si la viscosité augmente en fonction de la vitesse de cisaillement, le matériau est dite rhéoépaississant (ou dilatant). Ce dernier cas est le plus rare.

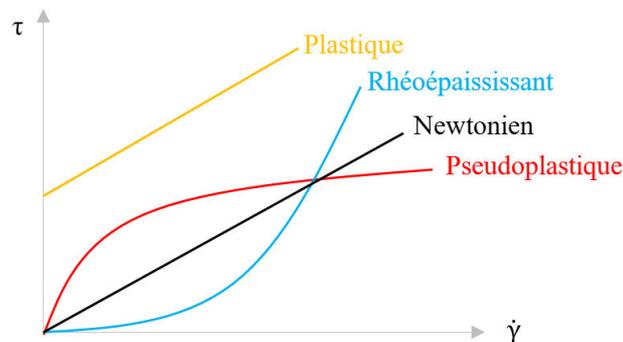


Figure 9 : Principaux comportements rhéologiques.

En pratique, puisque les professionnels sont confrontés à des difficultés de mélange ou de pompage des boues, ce sont essentiellement les caractéristiques d'écoulement des boues qui retiennent l'attention des chercheurs [31,34–38]. Plusieurs modèles issus de la littérature ont été utilisés pour décrire le comportement des boues résiduaire (Tableau 5).

Tableau 5 : Equations des principaux modèles rhéologiques utilisés pour décrire l'écoulement des fluides. Avec  $\tau_y$  la contrainte seuil,  $k$  la consistance et  $n$  l'indice d'écoulement.

Modèle rhéologique		Equation
Newtonien	$\tau = \mu\dot{\gamma}$	Équation 4
Ostwald	$\tau = k\dot{\gamma}^n$	Équation 5
Bingham	$\tau = \tau_y + \mu\dot{\gamma}$	Équation 6
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_y + k\dot{\gamma}^n$	Équation 7

Dans de nombreux cas, les matériaux ne sont ni toujours liquides, ni toujours solides : ils présentent les deux caractéristiques, selon l'intensité ou la durée de la contrainte appliquée. On parlera alors de seuil de contrainte, avec un comportement viscoélastique ou plastique sous le seuil et visqueux au-delà.

La viscoélasticité se définit par la coexistence des comportements élastique et visqueux. L'identification des propriétés viscoélastiques se fait en mode oscillatoire. Ce mode consiste à appliquer au matériau une contrainte (ou une déformation) sinusoïdale et à mesurer la déformation (ou la contrainte) sinusoïdale correspondante. La contrainte et la déformation sinusoïdales s'écrivent comme suit :

$$\tau(t) = \tau_0 \sin \omega t \quad \text{Équation 8}$$

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad \text{Équation 9}$$

Avec  $\tau_0$  et  $\gamma_0$ , les amplitudes maximales de la contrainte et la déformation, respectivement.  $\omega$  la pulsation définie par  $2\pi f$ ,  $f$  la fréquence et  $\delta$  est le déphasage entre la déformation et la contrainte.

Deux grandeurs fondamentales de la rhéologie dynamique sont utilisées pour caractériser la viscoélasticité des matériaux :

- Le module élastique ou module de conservation,  $G'$ , qui caractérise l'énergie emmagasinée sous forme élastique et récupérable par l'échantillon;
- Le module visqueux ou module de perte,  $G''$ , qui caractérise l'énergie perdue par frottements.

$$G' = G^* \cos \delta \quad \text{Équation 10}$$

$$G'' = G^* \sin \delta \quad \text{Équation 11}$$

Le module de viscoélasticité complexe  $G^*$  se définit comme étant le rapport des amplitudes maximales de la contrainte et de la déformation  $G^* = \tau_0/\gamma_0$ , ou en fonction de  $G'$  et  $G''$  :

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad \text{Équation 12}$$

L'angle de déphasage entre la déformation et la contrainte, aussi appelé angle de perte, s'écrit comme le rapport entre les composantes visqueuse et élastique :

$$\text{Tan } \delta = \frac{G''}{G'} \quad \text{Équation 13}$$

Différents cas de figure peuvent se présenter lors de l'application d'une contrainte (ou déformation) sinusoïdale (Figure 10) :

- Pour un solide élastique, la contrainte est en phase avec la déformation, soit  $\text{Tan } \delta=0$ . Toute l'énergie absorbée est transférée sous forme d'énergie potentielle.
- Pour un liquide visqueux newtonien, la contrainte est en déphasage avec la vitesse de déformation, avec  $\text{Tan } \delta=1$ . Toute l'énergie fournie est dissipée.
- Si  $0 < \text{Tan } \delta < 1$ , une partie de l'énergie fournie lors de la déformation est emmagasinée par le produit et l'autre partie est dissipée, ce qui confère à l'échantillon un comportement viscoélastique [39]. Donc, contrairement à un fluide purement visqueux où l'écoulement est irréversible, un fluide viscoélastique récupère une partie de sa déformation après suppression des contraintes.

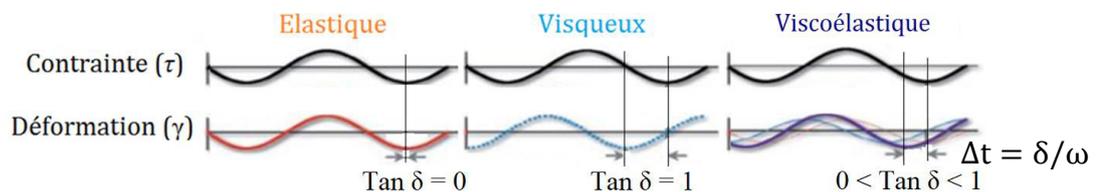


Figure 10 : Réponse oscillatoire d'un solide élastique, un liquide visqueux et un matériau viscoélastique.

### 2.1.2. Comportement en régime liquide (en écoulement)

Les boues résiduaire sont considérées comme des fluides Newtoniens pour des concentrations de l'ordre de quelques grammes par litre [40]. Le comportement devient rhéofluidifiant pour des siccités supérieures à 1,5 %. Les boues diluées à 0,3-3 % de siccité sont considérées comme des matériaux obéissant au modèle d'Ostwald, autrement dit, aucune contrainte seuil d'écoulement n'a été détectée [41–43]. Le modèle de Bingham et celui de Herschel-Bulkley sont appropriés pour décrire le comportement rhéologique des boues dont la siccité est supérieure à 3 % [44–52].

D'après Baudez et al. [53], le modèle de Bingham était plutôt adapté pour modéliser le comportement rhéologique des boues aux vitesses de cisaillement élevées, tandis qu'à faibles et moyennes vitesses de cisaillement, le modèle de Herschel-Bulkley ou celui d'Ostwald sont plus appropriés. Sur la base de ces observations, ils ont proposé une seule équation pour décrire le comportement rhéologique d'une boue digérée sur une large gamme de vitesse de cisaillement (0-1000 s<sup>-1</sup>). Cette équation a été obtenue par la fusion des modèles de Herschel-Bulkley et de Bingham et a été appelée Herschel-Bulkley modifié :

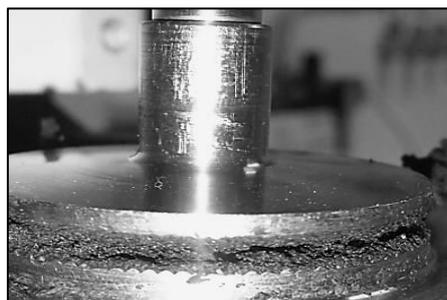
$$\tau = \tau_y + k\dot{\gamma}^n + \mu\dot{\gamma} \quad \text{Équation 14}$$

$\mu$  représente la viscosité,  $k$  la consistance et  $\tau_y$  la contrainte seuil. Ce modèle a ensuite été utilisé par beaucoup d'auteurs pour décrire le comportement rhéologique des boues résiduelles pour des siccités inférieures à 20 % [54–57].

Le comportement rhéologique des boues résiduelles en régime liquide (courbe d'écoulement) n'ayant été étudié que pour des siccités inférieures à 20 % [57–59], une étude pour des siccités supérieures s'avère donc nécessaire pour comprendre le comportement des boues dans le sécheur par contact avec agitation.

La littérature souligne qu'à l'ordre de 15 % de siccité, les boues sont encore fluides et s'écoulent sous contrainte tangentielle. Cependant, cette hypothèse n'est plus valide sur des boues dont la siccité est supérieure à la limite de liquidité (Tableau 6) : les mesures étaient peu reproductibles en raison de la très probable apparition de fractures [60,61]. Par conséquent, les résultats obtenus ne sont pas représentatifs des caractéristiques réelles du matériau.

D'un point de vue général, la fracturation se produit plus ou moins au-delà d'une siccité et d'une déformation de cisaillement critiques et conduit à la diminution de la surface de contact (Figure 11) et donc à la sous-estimation de la viscosité du matériau. Par conséquent, les résultats obtenus ne sont pas des propriétés intrinsèques du matériau.



## Chapitre 2 : Etude bibliographique

Figure 11 : Exemple d'une fracturation au sein d'un échantillon de boue pâteuse dans un rhéomètre plan-plan à contrainte tangentielle.

Il est cependant possible dans certains cas d'éviter le phénomène de fracturation des boues pâteuses au cours des mesures rhéologiques (Tableau 6). Par exemple, Battistoni [52] a développé une méthode de caractérisation rhéologique avec un prétraitement des boues par tamisage et précisaillement à  $100 \text{ s}^{-1}$  pendant 4 minutes avant chaque essai. Grâce à ce prétraitement des échantillons, l'auteur a pu caractériser en écoulement des boues résiduelles avec une teneur en matières organiques d'environ 70 % et des siccités allant de 4 à 35,1 %. La même méthode de préparation (avec un précisaillement de  $760 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s) a été adoptée par Hammadi et al. [46] pour étudier le comportement rhéologique en écoulement des boues avec des siccités allant de 23 à 28,5 %. La boue utilisée dans cette étude a été récupérée d'un lit de séchage sous forme de poudre. La boue a été broyée et passée le long d'un tamis de  $80 \mu\text{m}$ . Ensuite, la boue avec des siccités allant de 23 à 28,5 % a été préparée par addition d'eau déminéralisée. L'homogénéisation a été obtenue par agitation mécanique continue pendant 24 h à température ambiante. Ségalen et al. [57] ont précisaillement les boues fraîches diluées de 17,6 à 0,8 % de siccité à  $800 \text{ s}^{-1}$  pendant 10 minutes.

Cependant, ces prétraitements modifient non seulement de façon irréversible la composition, mais aussi la microstructure de la boue et la répartition de l'eau [29]. Il est ainsi fort probable que les propriétés déterminées ne soient pas représentatives des caractéristiques des boues originales. Donc, ce mode de mesure n'est pas adapté pour étudier le comportement rhéologique des boues très concentrées et pâteuses.

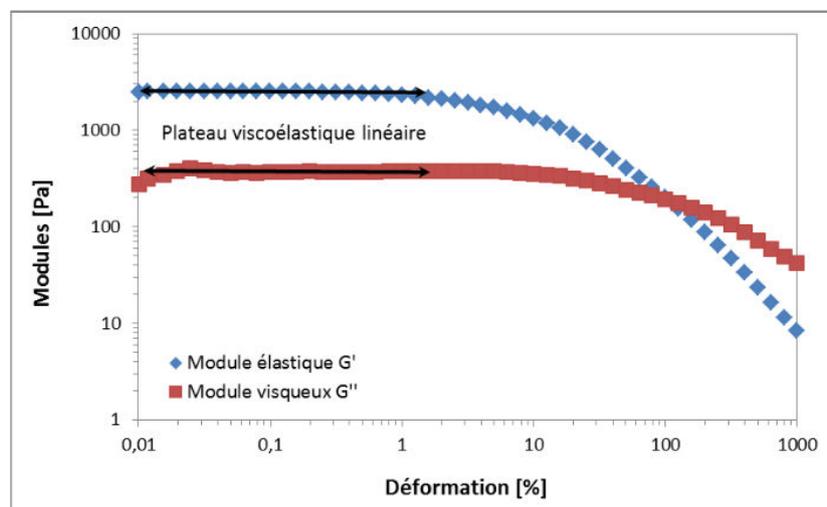
Tableau 6 : liste des rares études sur la rhéologie des boues résiduelles pâteuses en mode écoulement.

Auteurs	Boue	Si (%)	Prétraitement	Fracture
Chaari et al. [60]	Primaire flocculée déshydratée par décantation	-	Sans prétraitement	A partir de Si~15 %
Baudez and Coussot [61]	Anaérobie déshydratée par filtre à bandes	15-22		
Feng et al. [50]	Activée diluée	5,4-18,7		
Battistoni [52]	Digérée centrifugée	4-35,1	Tamisée et précisaillement avant tests	Pas de fracture signalée
Hammadi et al. [46]	Produit sec dilué par addition d'eau déminéralisée	23-28,5		
Baudez [62]	Déshydratée par filtre à bandes	14,6-17,6	Précisaillement avant tests	
Ségalen et al. [57]	Activée diluée	0,8-17,6		
Feng et al. [50]	Activée diluée	5,4-18,7	Hydrolysée ( $170^\circ\text{C}$ , 2 h)	

### 2.1.3. Comportement des boues en régime solide (viscoélastique)

La littérature a porté une attention particulière aux caractéristiques viscoélastiques des boues pour expliquer les zones mortes dans les réacteurs ou les bouchages dans les canalisations, pour évaluer l'impact de la floculation, de l'hydrolyse thermique sur la structure des boues, de la déshydratation mécanique (Tableau 7), etc. [49,50,53,57,63–67]. La connaissance des caractéristiques solides permet également de déterminer l'énergie minimale à fournir au système pour initier un écoulement [68].

Lorsque une boue résiduaire de consistance liquide ( $S_i < 15$ ) (Figure 12) est soumise à un balayage en déformations (ou en contraintes) à une fréquence constante, les modules élastique et visqueux restent constants et forment un plateau, ce qui suggère un régime viscoélastique linéaire (RVL). Dans cette région, sur cet intervalle de déformation les modules élastique et visqueux sont indépendants de la déformation à laquelle est soumis l'échantillon. Le comportement élastique est dominant, car le module élastique est largement supérieur au module visqueux ( $G' \gg G''$ ). Au-delà du plateau viscoélastique linéaire, les modules deviennent dépendants de la déformation. Les deux modules se croisent à une certaine valeur de déformation, le module visqueux devient plus important que le module élastique ( $G' < G''$ ), faisant référence à une transition d'un régime viscoélastique solide à viscoélastique liquide (autrement dit la boue atteint sa contrainte seuil). Après le croisement, les modules suivent une loi de puissance avec la déformation :  $G'' \propto \gamma^{-n}$  et  $G' \propto \gamma^{-2n}$  [48,69]. Ce comportement est typique des matériaux mous vitreux [70]. Cette notion fait référence à de nombreux autres matériaux tels que les colloïdes vitreux (les suspensions concentrées de particules browniennes ou non, les émulsions concentrées, les mousses) [71], les émulsions [72], et gels [73].



## Chapitre 2 : Etude bibliographique

Figure 12 : Evolution des modules élastique et visqueux pendant un balayage en déformations d'une boue ayant 10,3 % de siccité [68].

Cependant, dans le cas des boues de consistance pâteuse (de siccités inférieure à 21 %) Charlou [7], a mis en évidence l'apparition du phénomène de fracturation pendant le balayage en déformations dans la gamme 0,2-100 %. Pour éviter la fracturation, l'investigation des paramètres viscoélastiques a été limitée dans la RVL, autrement dit à très faibles déformations (déformations < 5 %).

Les propriétés viscoélastiques sont également déterminées en appliquant un balayage en fréquence à une déformation constante. Leonard [63] a utilisé ce mode pour étudier les propriétés viscoélastiques de gâteaux de filtration de boues floculées dont la siccité varie de 14 à 21 %. Agoda-Tandjawa et al. [64] ont emprunté le même test pour étudier l'effet de la floculation et du temps de vieillissement des boues de siccités allant de 1 jusqu'à 16 %. Dans les deux cas, les tests étaient réalisés à très faibles déformations (inférieures à 1 %) (Figure 13).

Nous constatons donc que le phénomène de fracturation n'est pas seulement rencontré en régime liquide (cisaillement simple), il apparait également en régime solide (mesure en dynamique) si la mesure n'est pas réalisée avec précaution. De plus, de même que pour le régime liquide, pour éviter les fractures en régime solide, il faut limiter les mesures aux très faibles déformations.

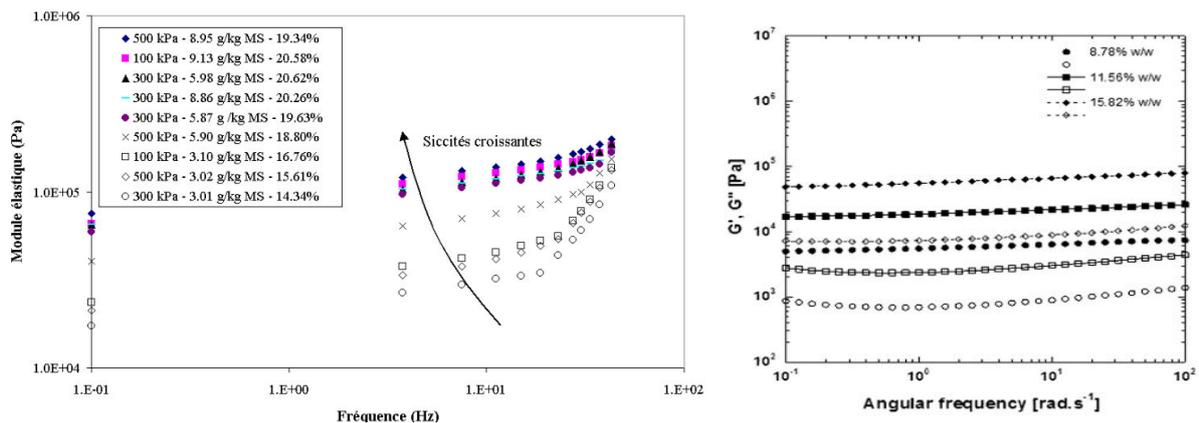


Figure 13 : Réponse d'un balayage en fréquences dans une géométrie plan-plan pour des boues floculées déshydratées à différentes siccités. Température de mesure 20°C. L'amplitude de la contrainte est fixée à 100 Pa de façon à rester dans la RVL (à gauche) [63]. L'amplitude

## Chapitre 2 : Etude bibliographique

de la déformation est fixée à 0,3 %,  $G'$  est représenté par les symboles pleins et  $G''$  par les symboles vides (à droite) [64].

Tableau 7 : Etudes réalisées sur la rhéologie des boues pâteuses en régime viscoélastique.

Auteurs	Boues/conditionnement	Si (%)	Type de mesures/Remarques
Leonard [63]	Floculées filtrées	14–21	Balayage en fréquences à très faible déformation
Agoda-Tandjawa et al. [64]	Floculées et non floculées centrifugées	1–16	Pas de fracture observée
Charlou [7]	Digérées et non digérées floculées centrifugées	9–27	Balayage en déformations Fracture observé pour $Si < 21$ %

### 2.2. Technique à viscosimètre capillaire

Les rhéomètres capillaires sont parmi les outils les plus utilisés pour décrire le comportement rhéologique des boues résiduaire en écoulement. C'est un instrument simple (géométrie similaire à l'écoulement dans un tuyaux), avec un faible coût [74]. Le viscosimètre capillaire ou à tube, également connu sous le nom de viscosimètre d'Ostwald, utilise un gradient de pression  $\Delta P$  pour amener le fluide à circuler à travers un tube capillaire de rayon  $r$  et de longueur  $L$  connus (Figure 14).

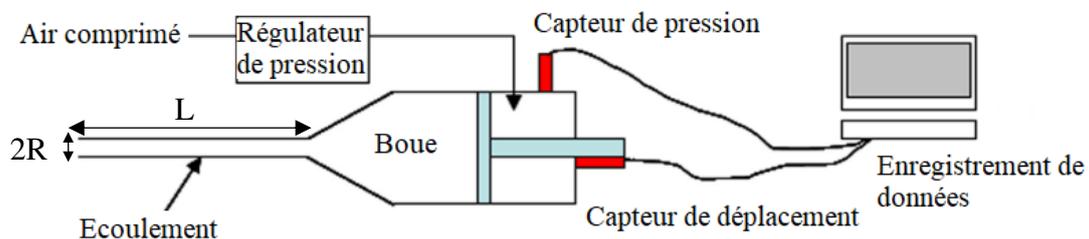


Figure 14 : Schéma d'un rhéomètre capillaire (extrudeuse à piston) [75].

À partir de la loi de Poiseuille, la viscosité  $\mu$  du fluide peut être calculée à partir de la

contrainte de cisaillement  $\tau = \frac{\Delta P R}{2L}$  et du gradient de vitesse  $\dot{\gamma} = \frac{4 Q}{\pi R^3}$  :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\pi R^4 \Delta P}{8 L Q} \quad \text{Équation 15}$$

Où  $Q$  est le débit volumique.

En général, les mesures utilisant ce type de rhéomètre ont été menées sur des boues résiduaire de siccités variant de 1,4 à 14 %. Dans ces conditions, le modèle rhéologique utilisé pour décrire le comportement des boues en écoulement est généralement celui de Bingham ou d'Herschel-Bulkley [35,76–78].

## Chapitre 2 : Etude bibliographique

Pour les boues déshydratées mécaniquement, la situation est complexe. En effet, pour une boue de siccité supérieure à 15 %, Baudez et al. [75] ont démontré que le glissement est dominant lors du pompage et non pas l'écoulement. Les modèles classiques ne sont alors plus appropriés pour décrire le comportement rhéologique des boues dans le tube. Ce comportement glissant (en piston) peut être induit par une mince couche de lubrification provenant du drainage des boues soumises à une pression élevée [62,75,79].

Cette technique n'est pas adaptée pour étudier le comportement rhéologique des boues très concentrées et pâteuses en écoulement à cause du glissement le long du tube ou la tuyauterie.

### 2.3. Technique de compression uniaxiale

Le rhéomètre de compression est largement utilisé pour évaluer les propriétés rhéologiques des produits agroalimentaires pâteux comme le fromage, les gels agroalimentaires [80–82], des gels exo-polysaccharides extraits des boues [83], mélanges d'asphalte [84] et d'autres matériaux pâteux [85,86].

En vue de la rareté de travaux sur la caractérisation rhéologique des boues résiduaire pâteuses, Chaari et al. [60] et Liang et al. [87,88] ont tenté d'appliquer cette technique sur des boues déshydratées mécaniquement dont la siccité est d'environ 20 %.

Liang et al. [87] ont développé une méthodologie basée sur des essais de compression uniaxiale simples et cycliques pour caractériser les propriétés rhéologiques et texturales des boues. Les tests mécaniques ont été réalisés avec un texturomètre (LRX Plus de Lloyd Instrument, Elancourt, France) avec une capacité de compression maximale allant jusqu'à 5000 N (Figure 15).

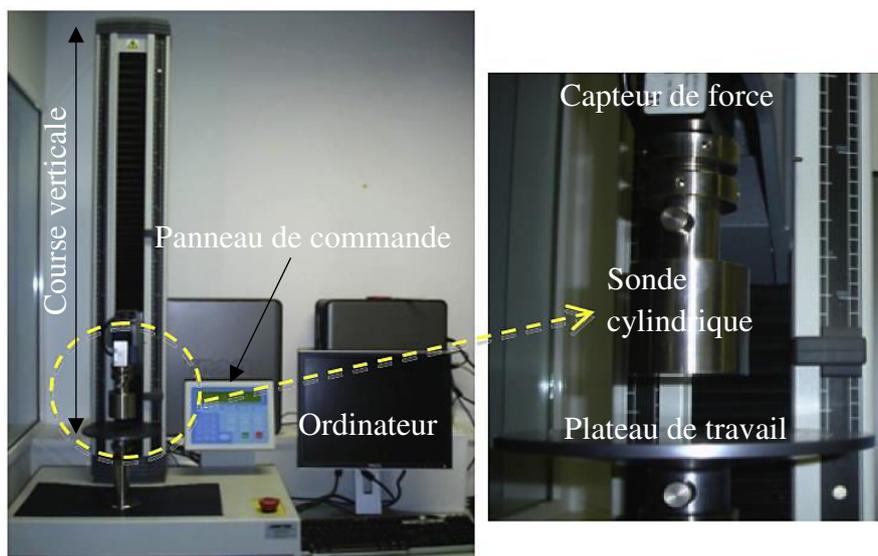


Figure 15 : Texturomètre LRX Plus de Lloyd Instrument utilisé par Liang et al. [87].

Les tests en compression consistent à mettre un échantillon de forme cylindrique entre deux plans parallèles et à le presser à une vitesse de compression imposée constante. L'évolution de la déformation ( $\epsilon$ ) et de la contrainte normale ( $\sigma$ ) sont simultanément mesurées (Figure 16).

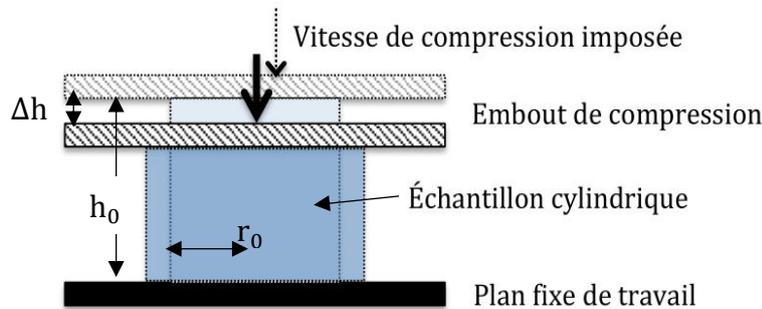


Figure 16 : Schéma de principe d'une compression uniaxiale [18].

Les calculs de la contrainte normale et de la déformation sont basés sur les 4 hypothèses suivantes : le produit à tester est un milieu continu, l'échantillon est incompressible, et garde sa forme cylindrique au cours de la compression, et il n'y a pas de glissement sur la surface de contact entre l'échantillon et l'embout de compression [87]. La préparation des échantillons doit être réalisée par extrusion pour réduire l'hétérogénéité des boues et garantir une bonne répétabilité des essais mécaniques.

Un essai de compression à grande déformation ( $\epsilon=1,15$ ) a été appliqué pour identifier le point au-delà duquel les boues se fracturent (Figure 17). Les séries de compressions cycliques ont été alors limitées à faibles déformations ( $\epsilon < 21\%$ ) pour éviter l'apparition de fractures.



Figure 17 : Exemple d'une fracturation au sein d'un échantillon de boue pâteuse dans un rhéomètre à contrainte uniaxiale [18].

Il a été illustré que la boue se comporte comme un corps viscoélastique pour de faibles déformations (inférieure à 5 %) et comme un corps visco-élasto-plastique lorsque la contrainte

seuil est dépassée (autour d'une déformation critique  $\varepsilon_c=8\%$ ). De plus, la contrainte seuil  $\sigma_c$  dépend fortement de la vitesse de compression (Tableau 8).

Tableau 8 : Dépendance de la contrainte seuil en fonction de la vitesse de compression [87].

Vitesse de compression (mm/s)	0,5	1	1,5
Contrainte seuil $\sigma_c$ (Pa)	4600	4940	5700

### 2.4. 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,  $\tau_1$ , 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,  $\rho$  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].