



La gestion des boues résiduaires : de l'étude de la matière molle à la valorisation de la matière organique

J.C. Baudez

► To cite this version:

J.C. Baudez. La gestion des boues résiduaires : de l'étude de la matière molle à la valorisation de la matière organique. Sciences de l'environnement. Habilitation à diriger les recherches, Université Blaise Pascal Clermont-Ferrand, 2009. tel-02592644

HAL Id: tel-02592644

<https://hal.inrae.fr/tel-02592644>

Submitted on 15 May 2020

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

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

La gestion des boues résiduelles : de l'étude de la matière molle à la valorisation de la matière organique.

Jean-Christophe Baudez

Cemagref, UR TSCF, Domaine des Palaquins, 03150 Montoldre

*à Valérie,
mon Ange,
une étoile de plus dans le Ciel...*

En guise de synopsis : mon parcours

A l'issue de ma formation d'ingénieur ENGEES, pendant laquelle j'ai aussi obtenu un DEA de l'Université Pierre et Marie Curie, j'ai été affecté en novembre 1997, en tant qu'Ingénieur des Travaux Ruraux (aujourd'hui Ingénieur de l'Agriculture et de l'Environnement) du Ministère de l'Agriculture, au Cemagref de Clermont-Ferrand pour suivre une FCPR (formation continue par la recherche).

De novembre 1997 à avril 2001, j'ai préparé une thèse en Sciences de l'Environnement intitulée "rhéologie et physico-chimie des boues résiduelles pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage", que j'ai soutenue à Paris le 02 avril 2001 pour obtenir le grade de Docteur de l'ENGREF avec les félicitations du jury.

Ensuite, j'ai naturellement poursuivi mes travaux quasi exclusivement orientés vers les boues de station d'épuration en m'attachant à suivre deux objectifs parallèles:

1. mieux comprendre les aspects physiques et fondamentaux qui régissent le comportement mécanique du matériau;
2. répondre aux attentes sociétales, parfois immédiates, émanant des professionnels du traitement et de la valorisation en leur apportant des réponses concrètes et appliquées.

A titre personnel, je me suis beaucoup investi dans le volet "connaissances du matériau", plus appliqué, en y consacrant environ la moitié de mon temps. L'autre moitié s'est inégalement scindée en deux axes distincts mais étroitement liés: la prise de contact et la communication auprès des institutions et des industriels pour établir des partenariats durables et le développement de connaissances nouvelles, davantage disciplinaires, comme la rhéologie. Ce dernier point s'est surtout réalisé dans le cadre des trois thèses que j'ai encadrées ou que j'encadre.

La synthèse de mes activités de recherche reprendra, dans son cheminement, cette organisation. Dans un premier temps, je résumerai rapidement ma thèse, le contexte dans lequel elle s'est déroulée ainsi que les résultats majeurs qui ont conditionné la suite de mon parcours. Dans un deuxième temps, j'évoquerai mes contacts industriels, les partenariats et les études qui en ont découlé et les inflexions que cela a engendré sur ma thématique de recherche. Enfin, dans un troisième temps, je développerai la partie scientifique, avec l'encadrement des thèses, l'organisation de manifestations et la reconnaissance de mes pairs.

1. Ma thèse : les premiers pas dans le monde de la recherche

Pour resituer le contexte, à la fin des années 90, les boues résiduelles ne sont pas encore un réel problème de société dans la mesure où la mise en décharge est encore autorisée et où l'épandage agricole reste la principale voie de valorisation. Cependant, anticipant les directives réglementaires à venir, le Cemagref entreprend de renforcer l'acceptabilité de la valorisation agricole en se focalisant sur l'optimisation de la répartition au champ, de manière à accroître la qualité des épandages. Il faut donc en préambule comprendre comment s'écoule

le matériau. C'est le point de départ de ma thèse, que l'on peut qualifier de défrichage tant les travaux antérieurs étaient peu nombreux et souvent contradictoires.

Sous la direction de Philippe Coussot, je me suis d'abord consacré à établir un protocole rigoureux permettant d'aboutir à des données reproductibles. Ce fut, grâce à la rigueur de mon directeur de thèse, le premier résultat tangible. Ensuite, en appliquant systématiquement les mêmes protocoles – en fluage et en écoulement – j'ai déterminé les évolutions des caractéristiques rhéologiques des boues pendant le stockage, sous l'action des bactéries fermentaires, ce qui m'a notamment permis d'explicitier les raisons pour lesquelles les boues ne tenaient jamais en tas.

A ce stade de mes travaux, les boues résiduaire pteuses ont un comportement viscoélastique linéaire en deçà d'une première contrainte critique et purement visqueux au-delà d'une seconde contrainte critique. Entre les deux, le comportement est viscoélastique non-linéaire où les contributions hydrodynamiques, ne dépendant que de la concentration, et inter-particulaires, dépendant des interactions entre les différents constituants solides, sont en compétition.

L'analyse chimique de la composition de la boue a par ailleurs permis d'expliquer les cinétiques d'évolution des caractéristiques rhéologiques au cours du temps, notamment la diminution constante des deux contraintes critiques, pour souligner le rôle crucial des acides gras volatils, qui confèrent à la boue le comportement particulier à la fois d'une suspension et d'une émulsion.

Cependant, malgré les évolutions chimiques, quel que soit l'âge d'une boue, j'ai pu matérialiser le comportement en écoulement par une courbe maîtresse dont les paramètres ne dépendent que du seuil de contrainte et des concentrations volumiques de matières organiques et minérales. Après avoir développé un test simple de détermination du seuil de contrainte, le *slump test*, les autres paramètres étant mesurables par séchage et calcination, j'ai pu fournir aux praticiens une méthode simple et efficace pour approcher le comportement rhéologique de leurs boues.

Cette thèse a reçu le prix de la Recherche pour l'Environnement, décerné par l'AGHTM et la Saur, en 2001, et le prix Jean Valembois, décerné par la SHF et EDF en 2002, ce qui a largement contribué à la faire connaître auprès des industriels du traitement des eaux.

2. L'ouverture vers les partenaires institutionnels et industriels.

Après la remise de mes prix de thèse, j'ai été sollicité pour présenter mes résultats dans des revues appliquées, à l'attention des professionnels, comme La Houille Blanche, Hydroplus ou Déchets Science et Technique. J'ai dû vulgariser mes travaux pour être accessible à tous. Exercice difficile, frustrant quand on sort de thèse, mais extrêmement formateur puisqu'il m'a permis de toucher un public large qui cherchait des réponses concrètes à ses questions.

De 2002 à aujourd'hui, j'ai travaillé pour la Saur, filiale de Bouygues spécialisées dans le traitement des eaux, Andritz SAS, entreprise leader dans la conception des outils de déshydratation et l'Ademe. Durant la même période, j'ai également multiplié les contacts et la construction de projets avec d'autres sociétés, comme Suez, Veolia, Faure Equipements, mais qui n'ont pas tous abouti, faute de financement suffisant.

Pour la Saur, j'ai notamment étudié un procédé de réduction des volumes de boue par voie mycélienne. Cette étude, centrée sur le comportement rhéologique des boues brutes et des boues traitées, a montré que les boues mycéliennes étaient plus fluides, à concentration identique et surtout qu'elles étaient plus facilement déshydratables. Une analyse inverse des

résultats obtenus, couplée à une étude bibliographique, m'a permis de suggérer que les champignons agissaient essentiellement sur les protéines, ce que les analyses chimiques ultérieures ont confirmés.

Ensuite, la Saur m'a confié le soin de mener une étude avec la société Andritz pour quantifier les gains de déshydratabilité obtenus. Andritz fabriquant essentiellement des centrifugeuses, mon rôle a consisté à définir le floculant le mieux adapté au couple matériau/matériel pour obtenir un floc résistant au cisaillement. A partir de tests répétés avec plusieurs floculants synthétiques, j'ai quantifié la résistance au cisaillement des boues floculées pour retenir quatre produits que nous avons ensuite validés sur site avec Andritz, en utilisant leurs unités de déshydratation mobiles. Bien que légèrement différents des tests de laboratoire, les résultats de terrain ont confirmé le gain de siccité obtenu avec les boues traitées. Aujourd'hui, le procédé MyCET[®] est commercialisé par la Saur et équipe plusieurs stations d'épuration de grande taille, notamment celles de Brive et de La Baule.

En parallèle à ces études pour des industriels, j'ai travaillé avec l'Ademe pour fournir des outils ou des méthodes pratiques, utilisables sur le terrain, pour optimiser les traitements des boues.

Ainsi, de 2004 à 2007, j'ai conçu un *"guide pratique de caractérisation des boues à l'usage des professionnels de la R&D et du terrain"*. Ce manuel synthétise toutes les connaissances actuelles sur la caractérisation rhéologique des boues résiduelles, qu'elles soient de consistance liquide ou pâteuse. Je démontre ainsi que, contrairement aux définitions actuellement utilisées définissant les états liquide et pâteux à partir de critères de concentration, toutes les boues résiduelles sont pâteuses tant qu'elles ne sédimentent pas. En effet, la technologie devenant de plus en plus pointue, nous avons été en mesure de mesurer des seuils de contrainte pour des boues jusqu'ici considérées comme liquides. Aussi, nous avons conclu que les boues étaient liquides et avaient un comportement de type Newtonien si elles sédimentaient, pâteuses sinon, avec un comportement non-Newtonien, de type loi de puissance tronquée.

Ce manuel présente aussi des méthodes permettant d'appréhender l'état de la microstructure, par l'intermédiaire de mesures diélectriques, ce qui permet de contourner la variabilité de composition des boues et de bien définir la transition entre le pâteux fluide et le pâteux solide. Je reviendrai sur ce point dans le paragraphe suivant, consacré aux avancées et résultats scientifiques.

Il décrit également des méthodes pratiques pour quantifier les paramètres d'écoulement nécessaires au praticien sur site. A partir d'outils spécifiques à chaque type, liquide, pâteuse fluide, pâteuse solide, j'ai proposé une méthode de détermination des paramètres rhéologiques basée sur la mesure instantanée du débit à travers un capillaire dans le cas des boues liquides et pâteuses fluides. De même, pour les boues pâteuses solides, j'ai démontré que les paramètres rhéologiques étaient dépendants de la concentration volumique solide et de la dimension fractale des floccs constituant le matériau.

Plus récemment, je me suis attelé à l'optimisation du procédé de chaulage des boues, une manière indirecte de diminuer les volumes finaux et de réduire les coûts de fonctionnement de la station d'épuration. Dans cette étude, que je ne développe pas dans le mémoire, j'ai cherché à comprendre les évolutions du comportement mécanique des boues lorsqu'on ajoutait un réactif structurant comme la chaux et à apporter des outils simples pour quantifier la teneur en chaux et/ou l'évolution du comportement. Il s'avère que plus la teneur en chaux augmente,

plus la boue devient blanchâtre : des analyses d'image permettent facilement, et avec un excellent coefficient de corrélation, de prédire la quantité de chaux dans la boue. De plus, quelle que soit la quantité ajoutée, le matériau, initialement un fluide viscoélastique – souple et collant – devient un solide viscoplastique et ductile : les déformations subies par l'application d'une force sont la résultante de micro-fractures qui progressent au sein du matériau.

Par ailleurs, les courbes des modules élastiques et visqueux sont toutes similaires entre elles. Adimensionnées, elles se superposent toutes sur une courbe maîtresse : connaissant les évolutions de la boue à une teneur en chaux donnée, on est donc capable de prédire son comportement pour d'autres teneurs. Tout comme la concentration en chaux, les coefficients d'adimensionnement se corrélaient au niveau de blanc de l'échantillon, lui-même obtenu par analyse d'image, ce qui permet aux praticiens de suivre plus facilement en continu leurs procédés de mélangeage et/ou les évolutions quotidiennes des boues chaulées.

Enfin, pour réduire la consommation de chaux, je développe actuellement un prototype avec mes collègues qui permet de diviser par deux la quantité de chaux introduite, tout en respectant les préconisations sanitaires et surtout en améliorant grandement la qualité du mélange, qui est beaucoup plus intime. Ce prototype n'étant pas encore breveté, je ne m'attarderais pas sur sa description.

Comme annoncé en introduction, ces travaux appliqués se sont fait de concert avec des travaux plus fondamentaux, davantage tournés vers la connaissance disciplinaire des phénomènes physiques plutôt que vers le matériau.

3. Le développement scientifique

Comme je l'ai mentionné dans la première partie de cette synthèse, les travaux sur la rhéologie des boues avaient initialement pour seule ambition de servir les technologies d'épandage. C'est donc tout naturellement que j'ai poursuivi mes travaux dans cette direction dès la fin de ma thèse, en encadrant à mon tour une thèse ayant pour objectif de comprendre les phénomènes physiques régissant l'épandage centrifuge de matériaux pâteux.

Cette thèse a également été l'occasion d'approfondir mes connaissances sur le comportement rhéologique des boues. En effet, les tests d'étalement sur maquette ont d'abord montré que tant qu'on ne dépassait pas une vitesse de rotation critique, la boue se comportait simplement comme un solide viscoélastique en subissant de faibles déformations élongationnelles. Par contre, dès le franchissement de cette limite critique, l'étalement était soudain. Ces résultats ne concordaient pas avec le comportement d'un fluide à seuil simple, de type Herschel-Bulkley, qui s'écoule progressivement dès que le seuil de contrainte est dépassé.

Avec Hervé Tabuteau, le doctorant, nous sommes repartis dans une phase de caractérisation des boues, mais cette fois, en comparant les résultats obtenus en modifiant les protocoles, à partir d'un même échantillon. Nous avons également travaillé sur des matériaux modèles, essentiellement des gels de Carbopol[®], dont les propriétés n'évoluent pas au cours du temps. Nous avons alors mis en évidence un comportement particulier des boues et des suspensions concentrées en général : la transition solide-liquide n'est pas un phénomène continu, au cours duquel le matériau se met à s'écouler à une vitesse qui augmente progressivement lorsque la contrainte appliquée augmente, mais un phénomène brutal. En effet, les deux contraintes critiques que j'ai mises en évidence au cours de ma thèse et qui, selon moi, délimitaient les

régimes viscoélastique linéaire et viscoélastique non linéaire d'une part et viscoélastique non-linéaire et visqueux d'autre part, délimitent simplement un régime instable dans lequel le matériau est incapable de s'écouler. Entre le régime viscoélastique linéaire et le régime purement visqueux, le matériau commence à s'écouler mais finit par s'arrêter. De plus, seule la seconde contrainte critique est une donnée intrinsèque du matériau, car elle est invariante quelle que soit la durée du protocole, tandis que la première contrainte critique augmente avec la durée du protocole. Ainsi, l'étalement sur le disque ne se produisait que lorsque la contrainte provoquée par la force centrifuge et subie par le matériau dépassait la seconde contrainte critique.

Nous avons par la suite étudié l'influence de l'état de surface du disque pour étudier le glissement, l'influence de la rampe d'accélération permettant d'atteindre la vitesse (ou la contrainte) critique déclenchant l'étalement et l'influence du temps de repos du matériau préalable à la rotation du disque. La déformation totale du matériau résulte in fine d'une compétition entre la restructuration pendant la phase de repos précédant le cisaillement et la déstructuration due au cisaillement. De plus, lors du cisaillement avec une surface lisse, un glissement apparaît dans la même gamme de contrainte, à partir d'une déformation critique : il se forme une fine couche de liquide newtonien entre la surface qui induit le cisaillement et le reste du matériau dans l'entrefer. Au-delà d'une contrainte critique, l'écoulement devient homogène, quelle que soit la nature de la surface, lisse ou rugueuse.

A partir de ces résultats, nous avons pu mettre en équation la déformation du profil de l'échantillon pendant la phase d'accélération et de rotation à vitesse stabilisée du disque. Appliqués à l'épandage, l'ensemble de nos travaux ont démontré que les paquets de boues arrivant sur la table d'épandage ne sont pas cisailés sous l'action de la force centrifuge, mais subissent une élongation puis une fragmentation avant d'être projetés à la sortie du disque.

Hervé Tabuteau a soutenu sa thèse le 05 janvier 2005 à Paris et a reçu la mention très honorable avec les félicitations du jury.

Suite à ces nouvelles avancées en termes de comportement rhéologique des suspensions concentrées, force est de constater que la courbe d'écoulement obtenue en rhéométrie classique ne reflète pas le comportement du matériau. En reprenant la loi de distribution de contrainte d'un échantillon cisailé dans une géométrie à cylindres coaxiaux, j'ai développé une nouvelle méthode de détermination des caractéristiques rhéologiques qui permet de visualiser le profil des vitesses à l'intérieur de l'entrefer. Cette méthode a été validée par des mesures par IRM et est extrêmement puissante pour suivre le régime transitoire lors de l'application brutale d'une contrainte. Elle démontre que quel que soit le niveau de contrainte subi par le matériau, celui-ci se déforme d'abord comme un solide viscoélastique, dans un laps de temps d'autant plus court que la contrainte est élevée, puis la structure se rompt pour commencer à s'écouler mais peut éventuellement se reconstruire si la vitesse locale ne dépasse pas une valeur seuil. De fait, deux conditions sont nécessaires pour initier un écoulement en régime permanent: il faut d'une part que la déformation (et donc la contrainte) soit suffisante et d'autre part que le taux de déformation soit supérieur à un gradient critique. Lorsque ces deux conditions sont réunies, la loi de comportement en régime permanent est une loi de puissance tronquée, de la forme $\frac{\tau}{\tau_c} = \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^n$. Dans le cas des boues résiduelles, j'ai démontré que le gradient critique et la contrainte de cisaillement critique qui lui était associée suivent tous les deux une loi de puissance en fonction de la concentration solide, pour laquelle l'indice de puissance dépend de la dimension fractale des floes de la boue.

Dans l'introduction, je précisais que la ligne directrice de mes activités était de répondre aux attentes sociétales. Or, force a été de constater que la physique de l'épandage n'a pas reçu un écho favorable de la part des industriels concernés alors que les demandes se faisaient de plus en plus pressantes en amont, du côté de la station d'épuration, pour optimiser les procédés de traitement et diminuer les volumes produits. Les traiteurs de boue et les équipementiers étaient demandeurs de connaissances sur le matériau et d'outils de caractérisation. Je me suis donc davantage intéressé à leurs besoins.

Le constat était simple : la composition des eaux usées change continuellement, en fonction des rejets domestiques ou du type de réseau de collecte et il faut optimiser les traitements, sans connaître les caractéristiques physiques et chimiques du matériau. Sachant que la structure de la boue est intimement liée à la nature des ingrédients qui la composent, est-on capable de définir des indicateurs de la composition sans avoir recours à des analyses chimiques coûteuses et seulement représentatives de l'échantillon prélevé ? Avec une deuxième doctorante, Emilie Dieudé-Fauvel, nous avons cherché à répondre à cette question en partant d'un postulat simple : les boues sont composées de sels dissous, de graisses, de micro-organismes et de polymères, neutres et chargés. Nous avons donc un édifice composé d'éléments électriquement conducteurs et isolants : son empreinte diélectrique est donc un indicateur de sa composition et donc de sa microstructure.

Sachant qu'il existe une relation univoque entre la viscosité et la résistivité des solutions électrolytiques et une relation empirique entre la conductivité des roches et leur structure, nous avons cherché à relier les caractéristiques rhéologiques et diélectriques dans le cas des boues résiduelles. Cette approche a été confortée par le fait que la résistivité et la viscosité apparente des boues évoluent toutes les deux selon une loi de type VTF avec la même énergie d'activation, ce qui suggère que ce sont les mêmes phénomènes qui sont mis en jeu dans les écoulements visqueux et dans la mobilité des charges.

Avec ma doctorante, nous avons donc étudié des matériaux modèles, des gels de Carbopol® et des suspensions d'argile, pour distinguer les effets ioniques et le rôle de la structure dans la conduction du courant. En faisant varier la concentration, le pH, le temps de repos, nous avons mis en évidence le rôle des charges libres et liées sur les caractéristiques rhéologiques et diélectriques de ces matériaux. Ainsi, plus les suspensions de bentonite sont structurées, en les laissant au repos pendant des temps croissants, plus elles sont conductrices et ont un module d'élasticité élevé. L'évolution de la résistivité peut donc servir d'indicateur pour suivre l'évolution de l'élasticité, et ce, sans avoir recours à des mesures destructives.

Appliquée aux boues, l'approche a montré que la conduction du courant est à la fois de type électrolytique, car les boues sont davantage conductrices lorsque leur teneur en sels dissous est élevée, et à la fois de type structurel, car la fermentation des boues – et donc la production d'acides gras volatils – implique une diminution de la résistivité. De fait, en considérant que la composante électrolytique peut être représentée par le ratio $\frac{\rho}{\eta}$ et la composante structurelle par la viscosité η , la résistivité totale d'une boue résiduelle pendant la fermentation est proportionnelle à une combinaison linéaire de $\frac{\rho}{\eta}$ et η .

Le rapport de proportionnalité ne semble, dans l'état actuel de mes recherches, dépendre que de la concentration. Il existe donc une relation univoque entre la viscosité apparente et les paramètres diélectriques des boues qui peut être utilisée pour suivre en ligne les procédés de traitement.

Emilie Dieudé-Fauvel a soutenu sa thèse à Montoldre, le 27 février 2007, et a reçu la mention très honorable. De plus, à la fin de sa thèse, elle a tracé l'ébauche d'un indice de déshydratabilité des boues, à partir des caractéristiques diélectriques et rhéologiques. Ce domaine est à approfondir car c'est le problème majeur des industriels impliqués dans le traitement des boues, et celui vers lequel je m'oriente en ce moment, dans le cadre d'une troisième thèse qui a démarré en novembre 2007.

Avec les nouvelles directives européennes qui durcissent les normes de rejet des eaux traitées des stations d'épuration, les volumes de boue, le résidu de dépollution des eaux usées, augmentent sensiblement. Dans le même temps, la Communauté Européenne a interdit la mise en décharge et les populations sont de plus en plus réticentes à l'implantation d'incinérateur. Quant à la valorisation agricole, elle peine à se pérenniser.

Soucieux de diminuer les volumes à évacuer et de proposer un matériau bien structuré (un aspect terreux est bien plus séduisant que celui d'une bouse de vache), la priorité des industriels est de mieux déshydrater les boues. Dans ce domaine, c'est la pluridisciplinarité qui peut permettre d'avancer et la thèse de Mickael Raynaud, qui s'inscrit dans la continuité de la thèse d'Emilie Dieudé-Fauvel, vise à comprendre pourquoi et comment les boues retiennent autant d'eau.

Les travaux en cours cherchent à relier les phénomènes de relaxation mécanique à la perte en eau lorsque la boue est compressée dans une cellule de filtration-compression. Pour cela, nous avons équipé la cellule de capteurs de déplacement et de couple pour mesurer en parallèle les pertes en eau et la compression du matériau. Les premiers résultats montrent que c'est au cours des tous premiers instants de la compression que la plus grosse quantité d'eau est évacuée. Ensuite, la boue se comprime mais libère relativement peu d'eau : elle se relaxe pour s'opposer à la pression.

L'ensemble de ces travaux a abouti pour l'instant à la publication de 20 articles dans des revues scientifiques à comité de lecture et 17 communications à des congrès.

SOMMAIRE

EN GUISE DE SYNOPSIS : MON PARCOURS.....	5
INTRODUCTION.....	15
1 COMPOSITION D'UNE BOUE RESIDUAIRE	17
1.1 LA MATIERE SECHE	17
1.2 LA TENEUR EN EAU	18
2 CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DES BOUES RESIDUAIRES.....	21
2.1 PARAMETRES A CONSIDERER POUR LES MESURES RHEOLOGIQUES	21
2.1.1 <i>Le glissement aux parois</i>	21
2.1.2 <i>Incidences du protocole opératoire sur les mesures réalisées</i>	23
2.1.3 <i>Influence du précisaillement</i>	24
2.1.4 <i>Influence du temps de repos</i>	27
2.1.5 <i>Synthèse et explications physiques</i>	28
2.2 DEFINITION DU COMPORTEMENT	29
2.2.1 <i>Réponse à un palier de déformation</i>	30
2.2.2 <i>Réponse à un palier de contrainte</i>	32
2.2.2.1 Comportement aux faibles contraintes	32
2.2.2.2 Comportement aux fortes contraintes	36
2.2.3 <i>Synthèse des essais en fluage</i>	37
2.2.4 <i>La méthode de reconstruction</i>	38
2.2.4.1 Principe	38
2.2.4.2 Détermination de la fonction de structure	43
2.2.4.3 Définition de la loi de comportement en régime permanent	46
2.3 CONCLUSION	48
2.4 PUBLICATIONS RELATIVES A CE CHAPITRE.....	49
3 PARAMETRES INFLUENÇANT LE COMPORTEMENT	51
3.1 INFLUENCE DE LA CONCENTRATION.....	51
3.2 INFLUENCE DE LA FERMENTATION	52
3.3 INFLUENCE DE LA TEMPERATURE.....	53
3.4 CONCLUSION	54
3.5 PUBLICATIONS RELATIVES A CE CHAPITRE.....	54
4 PERTINENCE D'UNE DOUBLE CARACTERISATION ELECTRIQUE ET RHEOLOGIQUE ..	57
4.1 INFLUENCE DE LA TEMPERATURE.....	58
4.2 MODIFICATION DES CHARGES LIBRES	59
4.3 FERMENTATION DES BOUES	60
4.4 CONCLUSION	61
4.5 PUBLICATIONS RELATIVES A CE CHAPITRE.....	62
5 APPLICATIONS INDUSTRIELLES.....	63
5.1 ETUDE DU COMPORTEMENT DE LA BOUE SUR UN DISQUE EN ROTATION : APPLICATION A L'EPANDAGE.....	63
5.1.1 <i>Travaux sur maquette</i>	63
5.1.2 <i>Déformation dans le régime solide</i>	65
5.1.3 <i>Écoulement dans le régime liquide</i>	67
5.2 COMPARAISON DE TRAITEMENTS.....	68
5.3 LA DESHYDRATATION DES BOUES.....	69
5.3.1 <i>Les mécanismes de la déshydratation</i>	69
5.3.2 <i>Détermination des facteurs limitant la déshydratation</i>	72
5.4 CONCLUSION	72
5.5 PUBLICATIONS RELATIVES A CE CHAPITRE.....	73
SYNTHESE ET CONCLUSION	75
BIBLIOGRAPHIE.....	77

Introduction

Vers la fin du 19^{ème} siècle, pour les villes équipées d'un réseau de collecte, notamment autour de Paris dès 1860, les eaux usées récupérées à la sortie des collecteurs étaient directement utilisées dans les champs. Dans les autres cas, les eaux usées étaient directement rejetées au milieu naturel, se retrouvant le plus souvent dans les cours d'eau voisins. L'urbanisation aidant, ces pratiques ancestrales ont peu à peu laissé la place aux stations d'épurations qui "nettoient" les eaux usées de leurs polluants avant de les rejeter dans le milieu naturel. Jusqu'à très récemment encore, les résidus, quant à eux, étaient soit mis en décharge, soit épandus tels quels sur les parcelles agricoles, soit parfois purement et simplement rejetés en mer...

A l'heure actuelle, entre les toilettes, les douches, les vaisselles et autres lessives, chaque français génère environ 1 litre par jour de boue liquide, à environ 4 grammes de matières sèches. Ramenée à l'ensemble de la population, la production dépasse les 60.000 mètres cubes par jour (l'équivalent de 670 semi-remorques). Les solutions d'élimination d'hier ne sont plus adaptées au contexte d'aujourd'hui. Par ailleurs, lors de la dernière journée mondiale de l'eau, le Ministre de l'Ecologie Jean-Louis Borloo a annoncé qu'en 2011, toutes les stations d'épuration seraient aux normes. Elles rejeteront donc une eau plus propre et par voie de conséquence produiront plus de boue : le problème de la gestion des boues va donc continuer à s'amplifier.

Dans le cadre d'une politique de développement durable, l'heure est désormais à la valorisation et des traitements complexes sont mis en œuvre pour donner une deuxième vie à ces déchets. La contrepartie de cette valorisation est l'augmentation des coûts d'exploitation et de fonctionnement des stations d'épuration : il importe donc de pérenniser les débouchés, ce qui passe inévitablement par une optimisation des procédés pour offrir une relative constance dans les caractéristiques des matériaux.

Ainsi, de l'état de résidu sans valeur, les boues résiduaire ont désormais le statut potentiel de matériau "à valeur ajoutée" et sont au centre d'attentions particulières pour lesquelles le besoin de connaissances se fait croissant. En effet, quelle que soit la filière de valorisation retenue (agricole ou énergétique), une succession de traitements, tels que brassage, pompage, transport, mélangeage, pressage sont mis en œuvre. De ce point de vue, la boue résiduaire apparaît comme l'archétype de la recherche pluridisciplinaire : c'est un matériau de composition difficilement quantifiable, fermentescible, donc chimiquement évolutif, où se retrouvent un substrat organique, des bactéries consommatrices et le fluide porteur. C'est également un matériau physiquement évolutif en fonction de son état de structuration ou de déstructuration, fortement dépendant de paramètres extérieurs comme l'agitation, la température ou de sa teneur en eau. A cette complexité initiale, on ajoute une strate supplémentaire liée au degré de fermentation. La boue est finalement un matériau délicat à appréhender tant sa composition, micro et macroscopique, est variable. Il n'en demeure pas moins que les gestionnaires de station d'épuration attendent des réponses globales, applicables dans toutes les situations.

Par conséquent, qu'il s'agisse de la valorisation agricole, de la déshydratation ou encore du malaxage, il faut définir des descripteurs de la boue qui rendent compte à la fois du

comportement (rhéologique) général des boues et du comportement particulier de l'échantillon considéré, c'est-à-dire qu'outre les caractéristiques qualitatives, il faut également des données quantitatives permettant de distinguer les matériaux entre eux. Pendant ma thèse et durant toutes les années qui ont suivi, je me suis attaché à suivre deux objectifs parallèles :

- mieux comprendre les aspects physiques et fondamentaux qui régissent le comportement mécanique du matériau;
- répondre aux attentes sociétales, parfois immédiates, émanant des professionnels du traitement et de la valorisation en leur apportant des réponses concrètes et appliquées.

Ces deux axes ont été explorés en parallèle au travers de thèses et de projets à court terme et appliqués dans lesquels je me suis beaucoup investi pour faire émerger au Cemagref une nouvelle problématique scientifique. Environ la moitié de mon temps de travail a été consacré au volet "connaissances de la boue". L'autre moitié s'est inégalement scindée en deux directions distinctes mais étroitement liées à la première partie : la prise de contact et la communication auprès des institutions et des industriels pour établir des partenariats durables et le développement de connaissances nouvelles, davantage disciplinaires, comme la rhéologie, en utilisant des matériaux modèles pour mettre au point des méthodes de caractérisation.

Ce mémoire d'HDR est la synthèse de mon parcours. J'ai tenté, lors de sa rédaction, d'imbriquer au mieux les différentes étapes, pour aboutir à un ensemble cohérent. Par conséquent, la chronologie n'est pas rigoureusement respectée et certains résultats plus anecdotiques sont passés sous silence. Lorsque je regarde le chemin parcouru en 10 ans, depuis le début de ma thèse, en faisant le parallèle avec l'architecture d'un arbre, le tronc, l'élément central, a été la recherche d'un consensus vis-à-vis de la bibliographie existante sur la rhéologie des boues en caractérisant pas à pas les différentes facettes du comportement mécanique. Ce grand axe constituera les trois premiers chapitres dans lesquels je distinguerai une approche qualitative, où je tenterai d'unifier tous les courants de pensées de la rhéologie des boues, et une approche quantitative dans laquelle j'expliquerai quelques uns des facteurs clés régissant le comportement des boues. Ensuite, le houppier rassemble les travaux applicatifs et les branches charpentières représentent les principales orientations de mes travaux, à savoir, la caractérisation dite "de terrain", permettant de discrétiser les boues entre elles sans avoir à passer par des analyses chimiques fines (chapitre 4), la physique de l'épandage, la rétroaction sur les procédés de traitement et la déshydratation (chapitre 5). Ce dernier point me semble aujourd'hui être l'axe principal de développement de nouvelles technologies de gestion des boues.

1 Composition d'une boue résiduaire

1.1 La matière sèche

La boue résiduaire contient tous les éléments polluants retirés des eaux usées. D'un point de vue physique, elle est constituée de diverses particules solides en suspension dans un continuum d'eau impure (Vesilind, 1994). Plus précisément, la boue est un mélange hétérogène de particules, micro-organismes, colloïdes, polymères organiques et cations, dont la composition dépend à la fois de l'origine et de l'âge de l'échantillon (Jorand et al., 1995).

La matière organique représente 50 à 70 % de la matière sèche des boues (source ADEME). Elle se compose de lipides, fibres (cellulose, hémicellulose et lignine), protéines et sucres (amidon, sucres simples et pectines). Une large partie de cette matière organique se présente sous la forme de biopolymères ou polymères exocellulaires (ECP). Les boues contiennent également une certaine proportion de matière minérale et d'ions métalliques.

C'est donc un milieu vivant très complexe et très évolutif : le processus de fermentation modifie continuellement la composition chimique de la boue.

Ainsi, lors du vieillissement ou du stockage des boues, on pourra observer (fig. 1) :

- une augmentation de la teneur en graisses (Baudetz, 2001)
- une diminution de la teneur en sucres, en protéines, en acides humiques et ADN présent dans les boues (Nielsen et al., 1996 ; Baudetz, 2001).

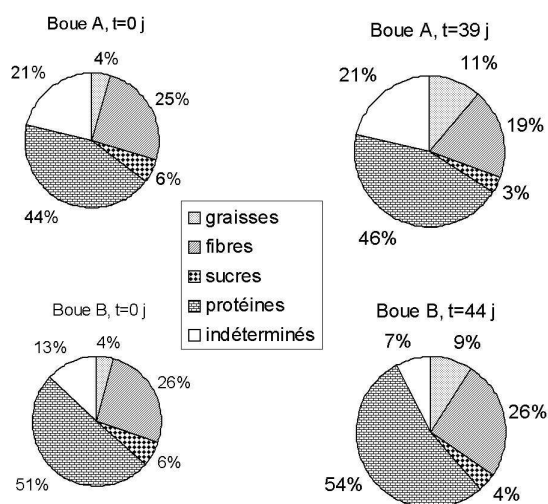


Figure 1 : Evolution de la composition chimique de deux boues différentes pendant un stockage prolongé.

1.2 La teneur en eau

Durant ma thèse, j'ai montré qu'on extrayait moins d'eau d'une boue fermentée que d'une boue fraîche alors qu'en séchant à 105°C, méthode préconisée par la norme Afnor, le taux de matières résiduelles est inférieur pour la boue fermentée. On aurait donc thermiquement extrait davantage d'eau, tout en ayant une teneur en matières minérales constante. Un tel résultat impliquerait que la dégradation de la matière organique produirait de l'eau, ce qui est impossible, la dégradation de la matière organique étant consommatrice d'eau pour les étapes d'hydrolyse.

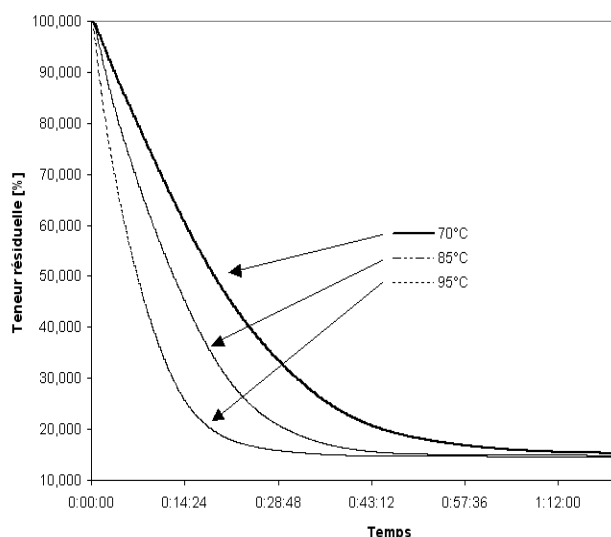


Figure 2 : Evolution des pertes de masse en fonction de la température de séchage.

L'analyse de la perte en eau pendant le séchage montre que plus la température est élevée, plus la perte de masse est rapide mais également importante, (fig. 2), ce qui va dans le sens d'une couche d'eau liée au voisinage des particules solides et qui ne peut s'extraire qu'avec de fortes énergies thermiques (Derjaguin et Churaev, 1981). Par ailleurs, cette teneur résiduelle est d'autant plus faible, à température fixée, que la boue a fermenté, ce qui implique que cette couche d'eau '*liée*' est d'autant plus disponible que la boue a fermenté (fig. 3).

Cependant, l'écart semble négligeable en dessous de 60°C (fig. 3), température à partir de laquelle on commence à dégrader des éléments solides volatils que Derikx et al., (1994), considèrent être des acides gras volatils.

Ainsi, un séchage doux, à 60°C pendant 72 heures comme préconisé par l'ASAE (ASAE standards, 1999), apparaît plus pertinent pour quantifier la teneur en eau contenue dans les boues.

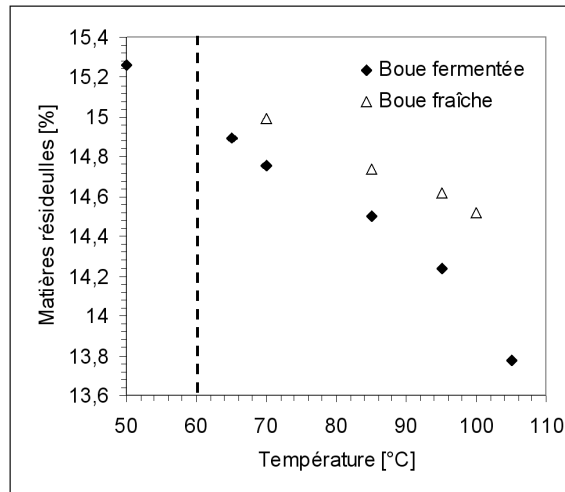


Figure 3 : Teneur résiduelle après séchage à plusieurs températures pour une même boue, fraîche et fermentée.

La teneur en matières sèches des boues utilisées en illustrations dans les chapitres suivants sera déterminée à 60°C. Cette donnée, purement indicative, permettra au lecteur de visualiser l'état de consistance du matériau. Cependant, comme aucune autre information relative à la composition du matériau ne peut être facilement déterminée, la seule teneur en eau ne peut permettre une comparaison des boues entre elles.

2 Caractérisation rhéologique des boues résiduaire

La bibliographie sur le comportement rhéologique des boues est très disparate et aucun consensus ne se dégage réellement, hormis le fait que ce sont des matériaux non-newtoniens. Pour certains, ils sont thixotropes et/ou ont un seuil de contrainte tandis que pour d'autres, ce sont de simples liquides rhéo-fluidifiants. Les modèles les plus utilisés pour les décrire sont la loi de puissance (Lolito et al., 1997 ; Moeller et Torres, 1997), le modèle de Bingham (Lolito et al., 1997 ; Sozanski et al., 1997 ; Guibaud et al., 2003) ou encore celui d'Herschel-Bulkley (Tixier et al., 2003) et la définition du comportement thixotrope se base quasi-exclusivement sur l'existence ou non d'une boucle d'hystérésis dans le rhéogramme (Tixier et al., 2003).

Il faut néanmoins souligner que d'une part tous ces modèles ont été établis sur la base de mesures en régime transitoire, en imposant généralement une rampe de vitesse et d'autre part sur des boues dont la teneur en matières sèches reste relativement faible (moins de 10 %), autrement dit, des boues considérées comme « liquides » selon la norme AFNOR (NF U44-041).

A mon sens, ces mesures ne sont pas suffisantes pour caractériser complètement les boues. Comment peut-on expliquer le passage d'un modèle en loi de puissance, de type Ostwald, à un modèle de Herschel-Bulkley ? Si certaines boues possèdent un seuil, il me semble nécessaire de caractériser aussi le régime solide et d'explicitier la transition liquide/solide : comment se produit-elle et comment apparaît le seuil ? De même, un rhéomètre ne reste qu'un outil de mesure qui ne donne que le résultat qu'on lui demande : à l'image d'un four de cuisson, avec le même appareil, certains font de meilleurs gâteaux que d'autres. Les précautions d'emploi et procédures expérimentales doivent être parfaitement maîtrisées pour obtenir une réponse qui ne soit pas sujette à discussion.

Note : dans toute la suite, dans un abus de langage impropre à la confrérie des rhéologues, je parlerai indifféremment de la déformation et de l'angle de rotation du mobile qui sert au calcul de la déformation.

2.1 Paramètres à considérer pour les mesures rhéologiques

2.1.1 Le glissement aux parois

Ce paragraphe est une synthèse d'un chapitre de la thèse de Hervé Tabuteau que j'ai co-encadré de 2002 à 2005 et consacrée à l'étude du comportement des boues sur un disque en rotation.

Pour ce travail, nous avons utilisé rigoureusement le même protocole et les mêmes boues, en modifiant seulement la nature des surfaces des outils du rhéomètre. La comparaison des courbes d'écoulement obtenues avec des surfaces lisses et rugueuses montre une divergence des résultats aux faibles gradients de vitesse de cisaillement. La modification de l'entrefer avec les surfaces lisses aboutit au même résultat, ce qui, selon Kalyon et al. (1993), traduit

l'existence d'un glissement à la paroi. Par ailleurs, des mesures systématiques en fluage, avec les deux types de surface ont montré que ce glissement survient lorsque les deux conditions suivantes sont réunies :

- la déformation dépasse une valeur critique, φ_c (fig. 4), indépendante de la contrainte ou du temps de repos appliqués.
- la contrainte est inférieure à une contrainte critique, que je définirais plus loin comme étant le seuil d'écoulement et qui marque le début du régime liquide (fig. 5), ce qui signifie que le glissement n'existe que dans le régime (effectivement) solide;

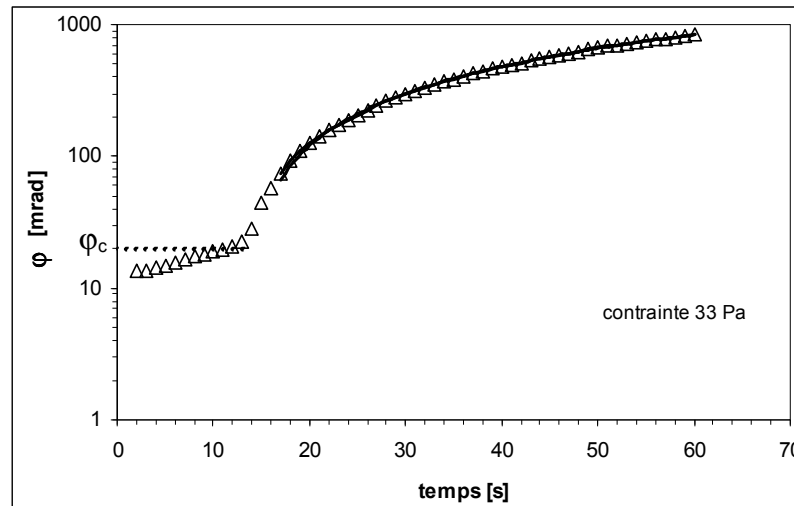


Figure 4 : Evolution de l'angle de déformation en fonction du temps avec le mobile lisse. A partir d'un angle critique φ_c la déformation augmente rapidement. Une relation linéaire entre l'angle de déformation et le temps (ligne continue) est interpolée sur les points expérimentaux : $\varphi = a \cdot t$ avec $a = 14,28 \text{ mrad.s}^{-1}$ et $R^2 = 0,999$.

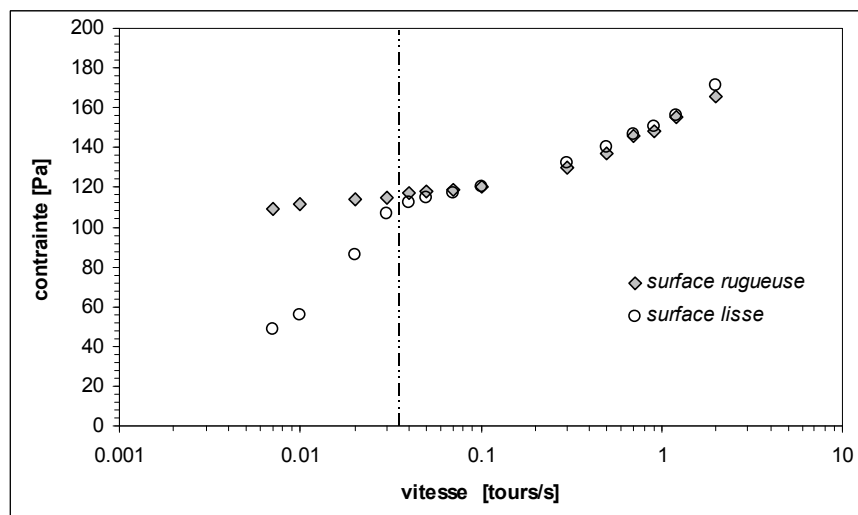


Figure 5 : Evolution de la contrainte aux temps longs (20 minutes) avec les mobiles lisse et rugueux. La ligne en pointillés matérialise la limite entre la localisation du cisaillement, dont la nature diffère suivant la rugosité de la surface, et le cisaillement homogène du matériau.

Lorsque ces deux conditions sont réunies, avec les surfaces lisses, l'augmentation de la déformation est linéaire (fig. 4) et $\dot{\phi}$ représente la vitesse de glissement pour une contrainte donnée. Nous sommes alors en mesure de calculer une vitesse de glissement, qui augmente proportionnellement avec la contrainte (fig. 6) :

$$\frac{\tau}{v_{\text{glissement}}} = \text{cste} \quad \text{Équation 1}$$

Le glissement correspond donc au cisaillement d'une fine couche de fluide Newtonien, localisée au voisinage du mobile et qui induit des résultats erronés aux faibles contraintes. C'est aussi un premier élément de réponse au passage d'une loi de puissance à un modèle de Herschel-Bulkley : le glissement, et la diminution significative du seuil de contrainte qui en découle, modifie la courbe d'écoulement aux bas gradients de vitesse.

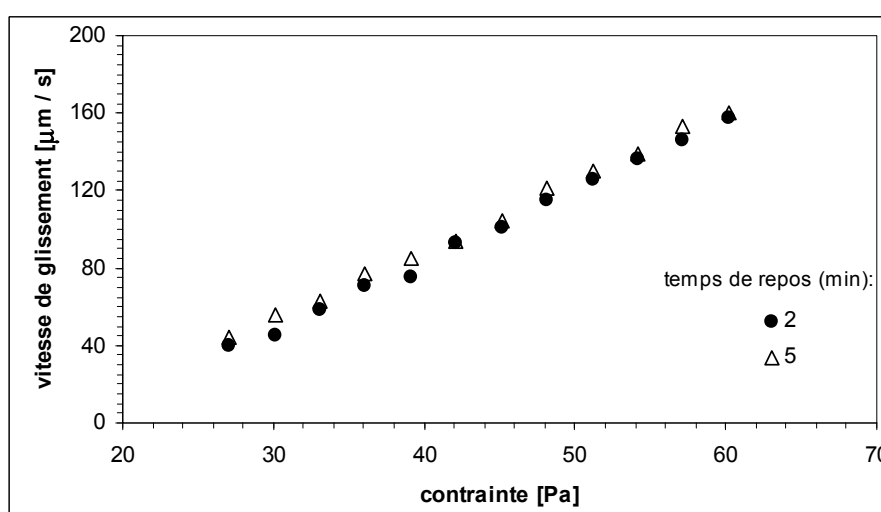


Figure 6 : Evolution de la vitesse de glissement (vitesse de rotation constante obtenue après que la déformation critique soit dépassée) avec la contrainte imposée, pour deux temps de repos différents.

Dans toute la suite, les outils de mesure seront à surfaces rugueuses, de manière à éviter le glissement.

2.1.2 Incidences du protocole opératoire sur les mesures réalisées

Jusqu'à aujourd'hui, aucun article à ma connaissance n'évoque le mode de fonctionnement intrinsèque du rhéomètre et la manière dont est gérée l'acquisition des données avant d'interpréter les résultats des mesures. Aussi, avec un même matériau, j'ai reproduit les tests les plus couramment cités dans la littérature, à savoir les rampes croissantes et décroissantes de vitesse entrecoupées par un plateau à vitesse constante. Ce test est couramment utilisé pour mettre en évidence le caractère thixotrope des boues, (Green and Weltman, 1943; Yen et al., 2002; Tixier et al; 2003) : la présence d'un pic de contrainte et d'une boucle d'hystérésis dans le rhéogramme traduirait, selon leurs auteurs, des effets temporels dans la structure solide.

Durant ces tests, j'ai simplement fait varier le mode d'acquisition des données, sans modifier ni la pente des rampes, ni leurs durées. Or, le simple fait de varier le mode d'acquisition des données (linéairement, logarithmiquement ou à pas constant), **avec le même matériau**, donne

des résultats différents, (fig. 7) : le pic de contrainte n'est par exemple pas toujours décelable et la surface d'hystérésis diminue. De plus, lors des rampes décroissantes, la contrainte d'arrêt de l'écoulement varie avec la pente de la rampe (Baudez, 2006). Ainsi, avec une rampe à forte pente, on peut ne pas déceler le seuil de contrainte. Nous avons là un second élément de réponse quant à la distinction entre un modèle de Ostwald et un modèle de Herschel-Bulkley.

Il suffit donc de modifier l'acquisition des données pour aboutir à des conclusions différentes. Cet exemple souligne l'importance des procédures expérimentales quant à la définition du comportement rhéologique « *apparent* » des boues résiduaire.

Pour éviter d'introduire un biais dans l'interprétation des résultats, toutes mes mesures, en fluage ou en déformation, sont basées sur le même principe : précisaillement, repos, expérience. Le précisaillement et le repos permettent d'effacer l'histoire du matériau, notamment la mise en place de l'échantillon, mais influencent également, d'un point de vue quantitatif, les résultats.

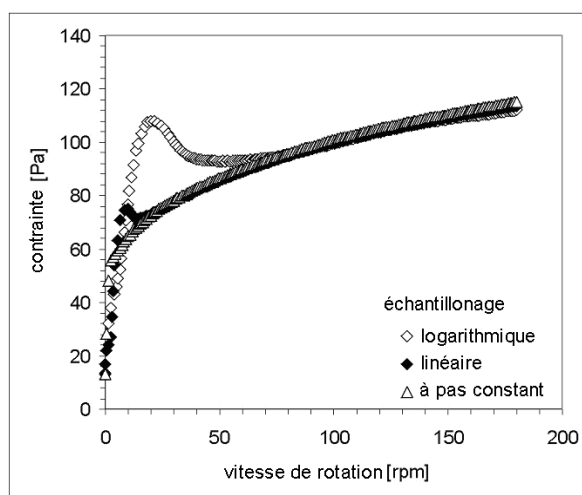


Figure 7 : réponse du matériau change lorsqu'on ne modifie que l'acquisition des données

2.1.3 Influence du précisaillement

Le précisaillement préalable aux mesures de rhéologie a pour but d'effacer l'histoire antérieure du matériau. On cherche de cette manière à se placer dans un état structural de référence, de manière à pouvoir comparer les mesures entre elles, sans introduire de biais né des manipulations préalables du matériau.

Selon l'intensité du précisaillement, la réponse du matériau à une sollicitation ultérieure constante varie quantitativement : plus le précisaillement est intense, plus la déformation engendrée par une contrainte constante est élevée, indiquant que la structure apparaît d'autant plus fragile que le précisaillement aura été intense (fig. 8). En pratique, sur site, en fonction de la manière dont la boue est manipulée (l'exemple le plus parlant est le convoyage qui peut se faire par pompe, par vis ou sur tapis à bandes), elle peut paraître plus ou moins consistante alors qu'il s'agit du même matériau, avec la même composition. Il est donc très difficile d'apporter une réponse à un industriel avec comme seules indications la siccité et l'origine de sa boue.

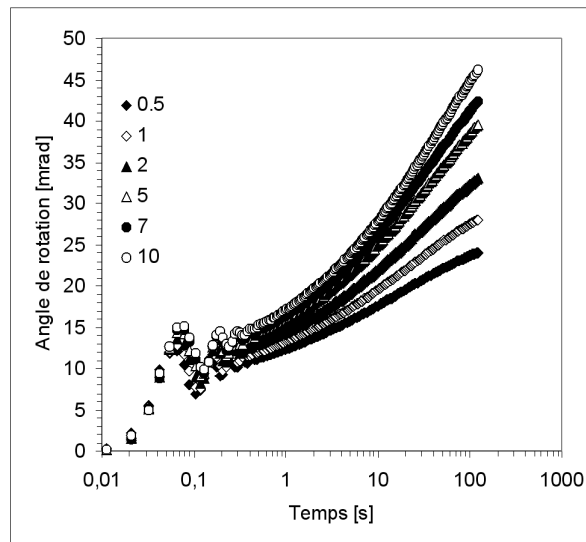


Figure 8 : Courbes de déformation pour une même contrainte appliquée en fonction de l'intensité du précisaillement, en tour par seconde, avec une boue à 12.6% MS. Les oscillations observées sur la figure seraient dues à des phénomènes d'inertie, selon Baravian (2006) mais j'avancerai une autre hypothèse au paragraphe 2.2.4.2

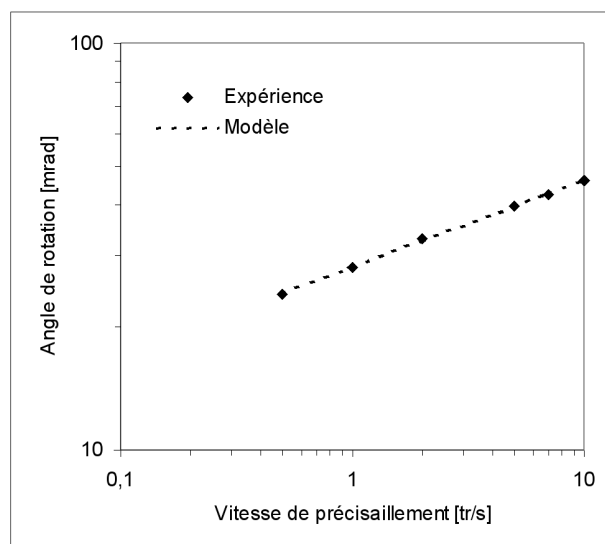


Figure 9 : Evolution de l'angle de rotation final pour une même contrainte appliquée en fonction de l'intensité du précisaillement.

Cette augmentation de la déformation suit une loi-puissance en fonction de l'intensité du précisaillement (fig. 9), de la forme :

$$\varphi(t, n) = a(t) \cdot n^p \quad \text{Équation 2}$$

où n représente la vitesse de précisaillement en tours par seconde.

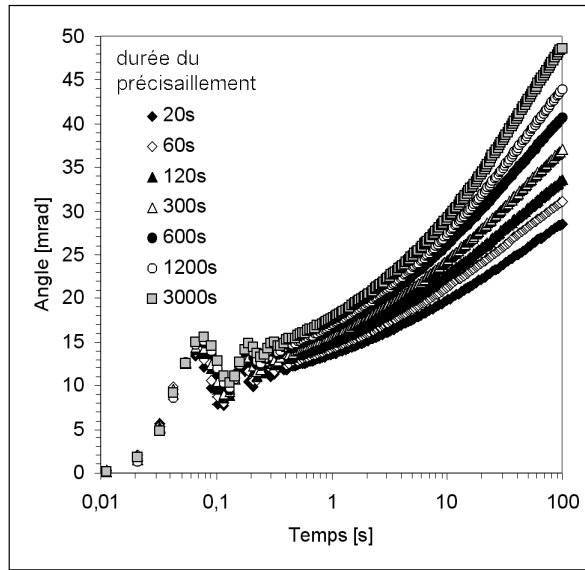


Figure 10 : Evolution de l'angle de rotation pour une même contrainte appliquée en fonction de la durée d'un précisaillement effectué à 3 tours par seconde avec une boue à 12.6% MS.

De la même manière, plus la durée du précisaillement est longue, à vitesse constante, (fig. 10), plus le matériau a un comportement fluide : l'angle final de rotation à la fin d'un palier de contrainte est d'autant plus grand que le précisaillement aura été long. Cette augmentation suit une exponentielle étirée, au moins sur la plage de temps considérée, de type :

$$\phi(t_p) = f(\tau, n) \cdot \exp(-\beta \cdot t_p^n) \quad \text{Équation 3}$$

où t_p représente la durée du précisaillement (fig. 11).

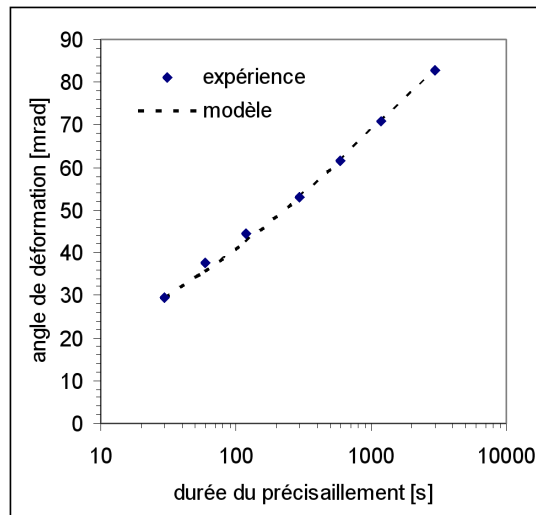


Figure 11 : Evolution de l'angle de rotation final d'un palier à 44 Pa en fonction de la durée du précisaillement effectué à 3 tours par secondes, toutes choses égales par ailleurs.

Le couplage des équations (2) et (3) montre que la réponse à une contrainte sera d'autant plus forte que le précisaillement aura été long et/ou intense.

2.1.4 Influence du temps de repos

Désormais, l'intensité et la durée du précisaillement sont fixées et seul le temps de repos varie. La contrainte mesurée pendant un palier de déformation est d'autant plus élevée que le repos préalable (t_r) aura été long, indiquant que le matériau se restructure au repos (fig. 12).

Cette augmentation obéit à une loi de puissance (fig. 13) de la forme :

$$\tau = a \cdot (b + t_r)^n$$

Équation 4

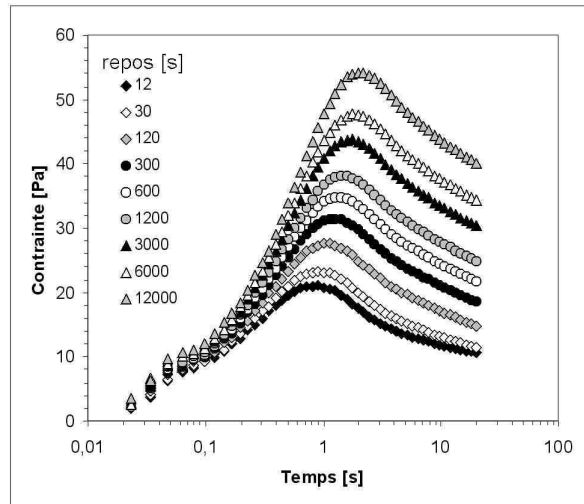


Figure 12 : Evolution de la contrainte résultante d'un palier de déformation à 20 mrad en fonction du temps de repos, avec une boue à 13.5% MS.

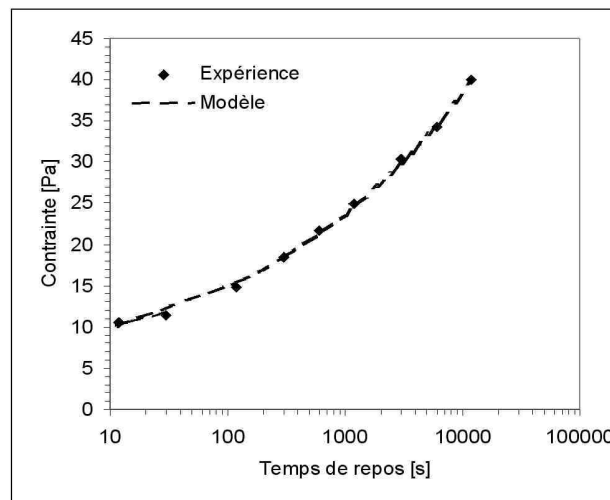


Figure 13 : Modélisation de la contrainte en fin de palier de déformation en fonction du temps de repos. Les paramètres du modèle sont $a=5,5$; $b=7,34$; $n=0,21$.

Par ailleurs, si pendant le repos le matériau reste soumis à une contrainte, la contrainte résultante d'un même palier de déformation est supérieure à la contrainte mesurée après un repos sans contrainte (fig. 14) : au cours du fluage, il se produit donc une restructuration du

matériau en parallèle à la déstructuration liée à l'imposition de la contrainte. Ce phénomène s'apparente à l'écrouissage dans l'industrie des métaux, qui se caractérise par une augmentation de la limite d'élasticité.

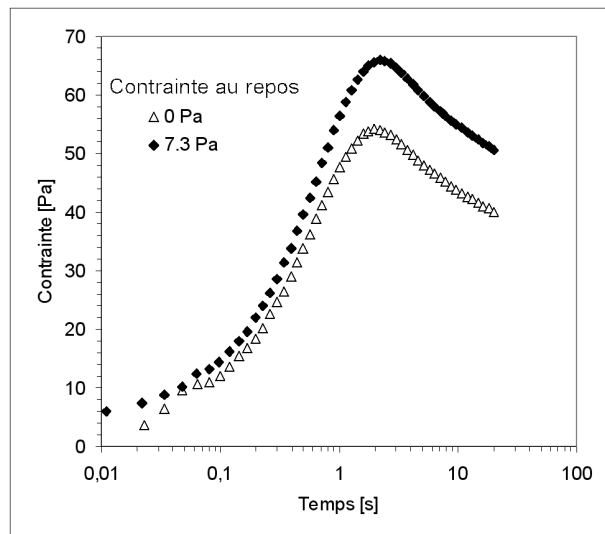


Figure 14 : Evolution de la contrainte pendant un palier de déformation à 20 mrad après un repos libre ou sous contrainte, avec une boue à 13.5% MS.

2.1.5 Synthèse et explications physiques

La réponse rhéologique d'un échantillon de boue soumis à une sollicitation extérieure et son interprétation dépendent non seulement de la composition du matériau, mais également de son histoire (influence du temps de repos et du précisaillement) et du protocole expérimental (nature des surfaces, fréquence d'échantillonnage, rampe ou palier, etc.). Ainsi, plus le précisaillement sera long et intense ou plus le repos sera court, plus la boue paraîtra fluide. De fait, avec le même matériau, deux opérateurs peuvent aboutir à des résultats différents, tant sur le plan quantitatif (par exemple si le temps de repos n'est pas le même) que qualitatif (existence ou non d'une boucle d'hystérésis).

Pour comprendre ces différences, il faut revenir à la physique de la boue qui, au repos, est un agglomérat de flocs en équilibre les uns par rapport aux autres. La tendance naturelle est à l'agrégation des flocs entre eux, mais le cisaillement s'oppose à ce phénomène et tend à défloculer l'édifice. En effet, la résistance des flocs est liée à la force des liaisons interparticulaires dans les agrégats (Bache et al., 1997) : un floc se rompra si la contrainte qui lui est appliquée à sa surface est supérieure aux forces de cohésion à l'intérieur du floc (Boller et Blaser, 1998). Il s'en suit un équilibre précaire où la taille du floc dépend de paramètres extérieurs.

Au repos, la structure de la boue évolue : des phénomènes de diffusion (mouvement Brownien) aboutissent à la coagulation des colloïdes en des structures plus ordonnées qui floculent par la suite pour former de larges agrégats. Le processus complet de coagulation-floculation est complexe mais il est généralement admis (Amirtharajah et O'Melia, 1990) qu'il se produit en deux étapes : les agglomérats entrent d'abord en collision puis adhèrent si le choc est mou. L'équilibre de la distribution des tailles est gouverné par les conditions d'agitation : le taux de collisions et la nature des interactions entre particules sont

fondamentaux pour définir le taux de croissance des floes. Or, plus l'intensité du cisaillement est élevée, plus la probabilité que le choc soit mou est faible, et plus le taux de croissance des floes est faible. De plus, la croissance moyenne des floes est ralentie par la rupture d'autres floes et par conséquent, le taux d'agrégation est un équilibre entre le taux de formation et le taux de rupture (Biggs et Lant, 2000). La formation initiale de microflocs est rapide et domine largement la cinétique de rupture. Cependant, le taux de rupture augmente avec la taille moyenne des floes : plus il est gros, plus la probabilité de rupture est élevée. Un équilibre naturel se crée donc entre la formation et la rupture selon les conditions d'agitation et on aboutit à une distribution stable des tailles.

Le taux de croissance des floes peut donc se résumer comme la différence entre le taux d'agrégation et le taux de rupture, la première pouvant s'écrire comme le taux de collision multiplié par un facteur d'efficacité κ (le choc doit être mou pour qu'il y ait agrégation) :

$$R_{\text{croissance}} = \kappa \cdot R_{\text{collision}} - R_{\text{rupture}} \quad \text{Équation 5}$$

Lorsque le taux de croissance est positif, la boue se restructure tandis qu'elle se déstructure dans le cas contraire. Lorsque le taux de rupture est égal au taux d'agrégation, un équilibre est atteint pour une taille de floes donnée qui est gouvernée par les conditions d'agitation.

Pour résumer, au cours du précisaillement, les floes se rompent, leur taille diminue, jusqu'à atteindre un état d'équilibre puis se reconstruisent au repos. Cependant, plus la vitesse de cisaillement est élevée, plus la taille des floes est petite : le nombre de liaisons à reformer au cours du repos est donc d'autant plus important. Par conséquent, la structure des boues est d'autant plus fragile que le précisaillement aura été violent et/ou le temps de repos court.

Il est donc nécessaire, lorsqu'on explicite le comportement rhéologique d'une boue résiduaire de préciser les modes opératoires des mesures, surtout lorsque les mesures sont à caractère quantitatif, pour effectuer des comparaisons entre échantillons ou pour optimiser des procédés, ce qui reste l'objectif des industriels.

En ce qui me concerne, sauf mention contraire dans certaines expériences, j'ai pris l'habitude de préciser les boues à 300 tours par minute pendant 10 minutes puis de les laisser au repos pendant un temps généralement égal au temps de précisaillement.

2.2 Définition du comportement

De manière récurrente, les industriels souhaiteraient estimer "la" viscosité de leur boue uniquement à partir de la concentration solide, seul paramètre distinctif facilement mesurable. Or, les boues restent un matériau hautement fermentescible dont la composition et l'histoire mécanique affectent quantitativement le comportement rhéologique. Il existe donc un fossé énorme, entre l'offre (la réponse du scientifique qui va tenir compte d'un maximum de paramètres) et la demande (l'attente de l'industriel qui souhaite une méthode applicable partout), qu'il faut combler autant que possible en rapprochant les discours des uns et des autres. Voilà le challenge auquel je suis confronté : apporter une impossible réponse à une question en apparence simple. J'ai par conséquent cherché à comprendre le comportement général des boues, sous toutes ses facettes, en distinguant les sollicitations externes (les contraintes) et les réponses internes au matériau (les déformations).

2.2.1 Réponse à un palier de déformation

Après effacement de l'histoire du matériau et restructuration, l'imposition d'une déformation constante entraîne une réponse en deux temps du matériau : une augmentation forte de la contrainte qui passe par un maximum puis qui diminue ensuite progressivement, mais d'autant plus rapidement que la déformation est élevée, pour tendre vers une valeur indépendante de la déformation initiale, (fig. 15).

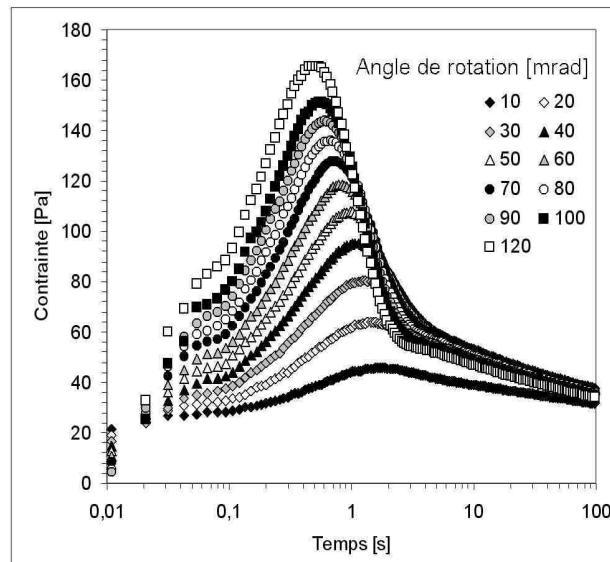


Figure 15 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation appliquée, pour une boue à 13.5% MS.

Le pic de contrainte correspond à l'établissement de la déformation souhaitée. En effet, lorsqu'on parle de déformation constante, il faut bien comprendre qu'il y a néanmoins une courte période transitoire pour que la déformation atteigne la valeur de consigne (fig. 16). Cette période dure environ 1 seconde avec un MCR 300 de chez Paar-Physica, par exemple.

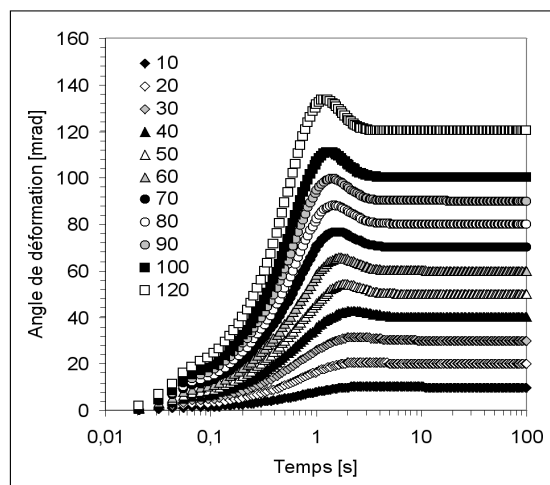


Figure 16 : Réponse du rhéomètre à la consigne lorsqu'on applique une déformation constante (en mrad), avec une boue à 13.5% MS.

Sur la période allant de l'imposition de la déformation jusqu'à sa stabilisation, la boue a un comportement de type Hookéen : la contrainte et la déformation sont proportionnelles. Ensuite, lorsque la déformation est constante, la contrainte diminue : la boue se réorganise.

Aux plus fortes déformations, ce comportement reste valable : on retrouve rapidement une zone où la contrainte varie indépendamment de la déformation appliquée, (fig. 17).

Si la déformation est finie, la contrainte semble évanescence. Je reviendrai sur ce phénomène dans le chapitre consacré aux applications pratiques puisqu'il peut expliquer en partie les faibles rendements obtenus en déshydratation.

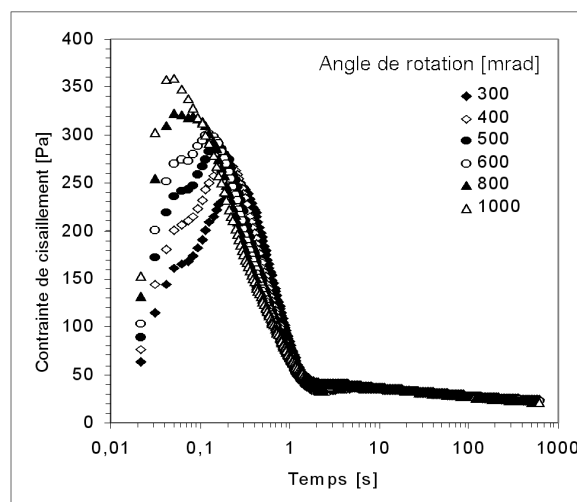


Figure 17 : Evolution de la contrainte appliquée en fonction du temps pour des grandes déformations, avec une boue à 13.5% MS.

Ce type de comportement s'apparente à ce que l'on observe fréquemment avec les polymères : quand une déformation est appliquée, les segments moléculaires s'orientent dans la direction de la déformation. Les molécules perdent donc leur forme initiale de pelote, connue pour être la forme la plus stable d'un point de vue entropique. Dans un premier temps, la boue réagira comme un solide élastique, capable de stocker de l'énergie et de l'utiliser pour retrouver sa forme initiale. Ensuite, les molécules vont peu à peu se réorganiser dans l'espace, en bougeant les unes par rapport aux autres et se libérant des contraintes créées lors de la déformation. Ainsi, bien que la déformation reste appliquée, elles retrouveront peu à peu une forme stable de pelote, (ce qui explique l'écrouissage) et ne seront plus capables de retrouver leur état initial. Enfin, si la décroissance de la contrainte est d'autant plus rapide que la déformation est élevée, c'est que les molécules peuvent se réorganiser plus rapidement, car moins dépendantes les unes des autres au fur et à mesure qu'elles s'orientent.

Plusieurs étapes décrivent la relaxation :

1. Aux temps très courts, un comportement Hookéen avec une élasticité instantanée,
2. Ensuite, un premier processus de relaxation de la boue dépendant de la déformation : la contrainte diminue d'autant plus rapidement que la déformation est élevée. Plus la déformation est grande, plus le nombre de chaînes étirées est important ; celles-ci sont donc moins dépendantes de la conformation de leurs voisines et peuvent donc se relaxer plus librement. Les mouvements des chaînes sont globaux et rapides.

3. Enfin, un second processus de relaxation, indépendant de la déformation appliquée : les molécules continuent de se relaxer selon de nouveaux mécanismes locaux plus lents, de type diffusion brownienne, permettant petit à petit la désorientation de tous les segments de la molécule qui est alors insensible à la sollicitation appliquée. On peut alors parler de libération de la contrainte vis à vis de la déformation appliquée.

2.2.2 Réponse à un palier de contrainte

Toujours après précisaillement et repos, dès l'application de la contrainte, le mobile se met à osciller de manière amortie sur une période de quelques secondes (fig. 18). Le phénomène s'estompe avec les contraintes croissantes. Ces oscillations seraient apparemment dues au temps de réponse du rhéomètre et à son inertie (Baravian, 2006) mais la compétition entre déstructuration et restructuration peut aussi être avancée comme explication au phénomène (cf. § 2.2.4.2.).

Ensuite, selon la contrainte appliquée (fig. 18), deux cas se présentent : la déformation tend vers une asymptote aux temps longs (sa dérivée est décroissante) ou la déformation augmente continuellement et linéairement (sa dérivée est constante). Ce sont ces différences de comportement vis à vis de la sollicitation exercée qui vont caractériser le comportement.

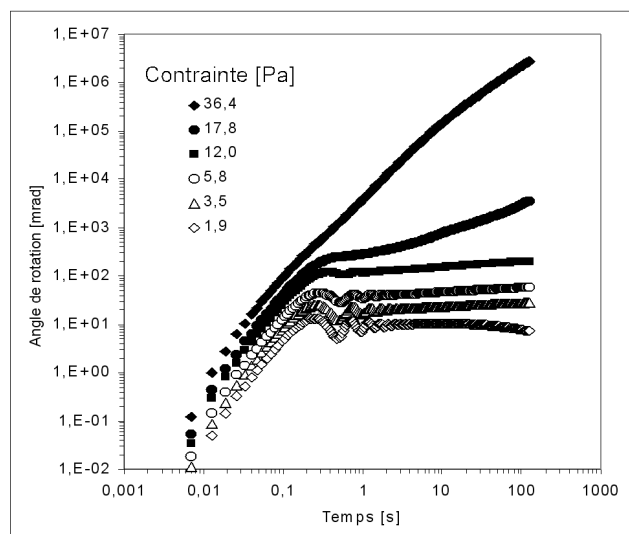


Figure 18 : Courbes de fluage pour une boue liquide avec plusieurs niveaux de contrainte appliquée.

2.2.2.1 Comportement aux faibles contraintes

En faisant abstraction des oscillations, aux faibles contraintes, la déformation augmente d'abord rapidement avant de saturer, voire de diminuer pour les plus faibles contraintes (fig. 19), et la déformation aux temps longs se modélise par une loi-puissance avec un indice inférieur à 1 (fig. 20). De plus, cette cinétique de déformation semble ne dépendre que de la contrainte et de l'état de structuration initial de la boue : la déformation mesurée diminue avec le temps de repos pour une même contrainte appliquée (fig. 18) mais dans un diagramme log-log, les courbes sont parallèles aux temps longs :

$$\frac{\varphi(t, t_r)}{f(t_r)} = g(t) \text{ à } \tau \text{ fixée}$$

Équation 6

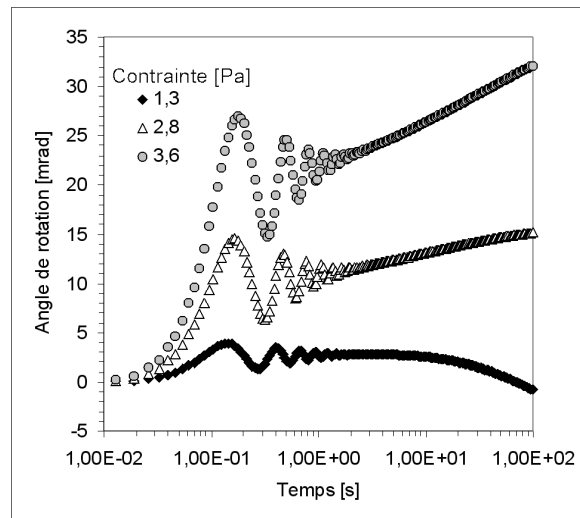


Figure 19 : Evolution de la déformation pour plusieurs niveaux de faibles contraintes (boue à 6.6% MS).

L'expérience montre que la fonction f est de la forme :

$$f(t_r) = a(\tau) \cdot t_r^n$$

Équation 7

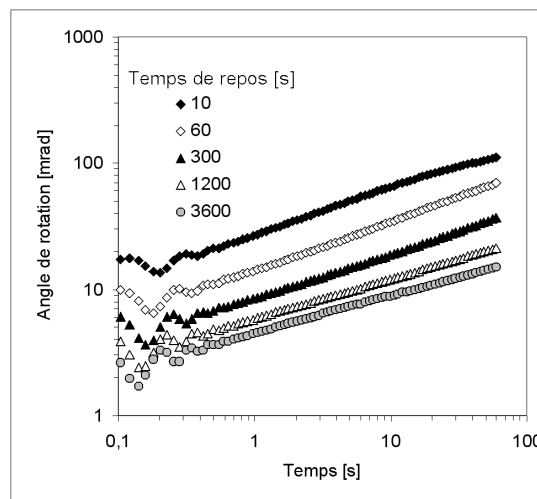


Figure 20 : évolution de la déformation pour une même contrainte appliquée en fonction du temps de repos, sur une boue à 6.6% MS.

Ce résultat rejoint celui obtenu au paragraphe 1.1.4 lors de l'étude de l'influence du temps de repos sur le comportement rhéologique :

$$\tau = \alpha \cdot \left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n \approx \beta \cdot t^n$$

Équation 8

On peut donc considérer que lors de l'application de la contrainte, on ne part pas d'un état structuré qui se déstructure progressivement, mais d'un état dans lequel cohabitent à chaque instant structuration (liée à la floculation) et déstructuration (liée à la défloculation). En effet, si tel n'était pas le cas, plus la structure initiale serait fragile, plus la déformation augmenterait rapidement, ce qui n'est pas le cas ici. La cinétique de compétition entre structuration et déstructuration ne dépend que de la contrainte appliquée et de l'état initial de la structure.

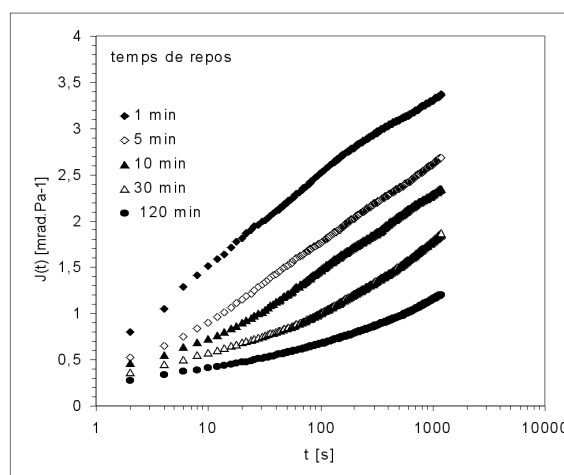


Figure 21 : Evolution de la complaisance pour une boue pâteuse (15% MS) en fonction du temps de repos.

L'analyse de la complaisance du matériau, définie par la déformation divisée par la contrainte appliquée, montre effectivement que la cinétique de restructuration ne dépend bien que du temps de repos. En effet, comme la déformation, la complaisance diminue lorsque le temps de repos augmente (fig. 21) : pour atteindre la même complaisance, J_0 , il faudra imposer la contrainte d'autant plus longtemps que le temps de repos préalable aura été long.

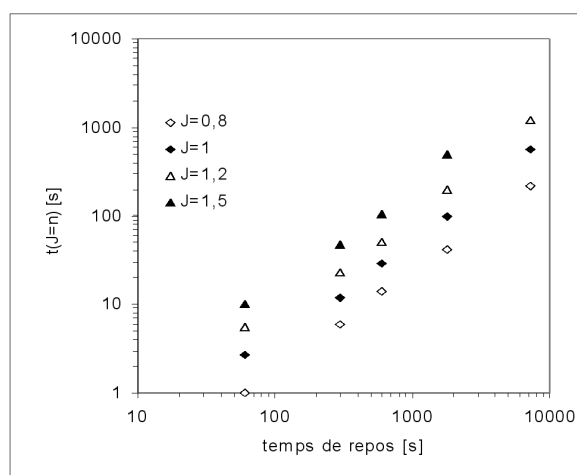


Figure 22 : Evolution du temps nécessaire pour atteindre une même valeur de complaisance en fonction du temps de repos pour une boue pâteuse, (15% MS).

Cette durée d'application de la contrainte est une fonction puissance du temps de repos, (fig. 22) :

$$t(J_0) = g(J_0) \cdot t_r^n \Rightarrow J(\tau) = g^{-1}\left(\frac{t}{t_r^n}\right) \quad \text{Équation 9}$$

où n est appelé exposant de vieillissement.

La complaisance suit donc une courbe maîtresse lorsque le temps est réduit par le temps de repos élevé à la puissance n , (fig. 23). Il est intéressant de noter qu'un résultat similaire a déjà été observé pour le vieillissement des verres colloïdaux (Struick, 1978) : la boue résiduaire semble également présenter quelques similitudes avec les systèmes vitreux.

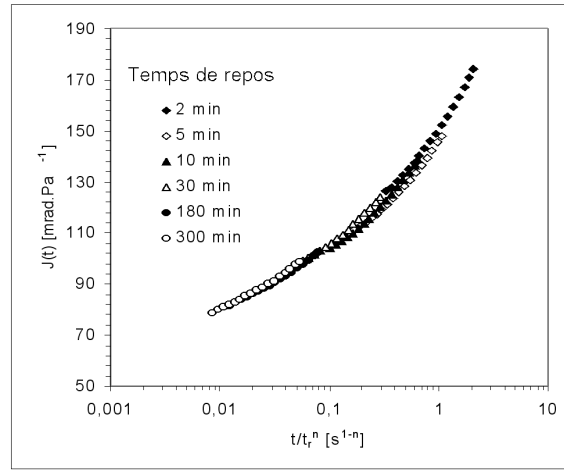


Figure 23 : Evolution de la complaisance en fonction du temps réduit par une puissance du temps de repos pour une boue liquide (2% MS).

$$\text{Ainsi, } J(t) = \frac{\varphi(t)}{\tau} = g^{-1}\left(\frac{t}{t_r^n}\right) \Leftrightarrow \varphi(t) = \tau \cdot g^{-1}\left(\frac{t}{t_r^n}\right) \quad \text{Équation 10}$$

Mais nous avons aussi la relation : $\varphi(t) \propto t^m$

Ce qui nous permet d'écrire que, pour une contrainte donnée :

$$\varphi(t) \propto t_r^n \cdot t^m \text{ quand } t \rightarrow \infty \quad \text{Équation 11}$$

Par conséquent, plus une boue sera restée longtemps au repos (dans un laps de temps suffisamment court pour négliger la fermentation), plus elle paraîtra solide par rapport à une boue similaire fraîchement cisaillée. Il y a donc réellement une notion d'*histoire du matériau* à intégrer lorsque l'on cherche à définir le comportement rhéologique d'une boue résiduaire. Cet aspect revêt une importance capitale dans le suivi des traitements où, au cours d'un procédé, la boue peut être laissée au repos puis reprise par pompage : on ne peut pas considérer la boue, dans le dimensionnement des installations, uniquement sous son aspect "concentration".

2.2.2.2 Comportement aux fortes contraintes

Lorsque la contrainte augmente, la déformation engendrée tend vers une droite de pente 1 : la boue s'écoule et la structure ne se reforme plus, (fig. 24). En régime permanent, aux temps longs, la déformation se modélise par une simple droite, dont la pente est une fonction de la contrainte appliquée :

$$\varphi(t, \tau) \approx b(\tau) \cdot t \text{ quand } t \rightarrow \infty$$

Équation 12

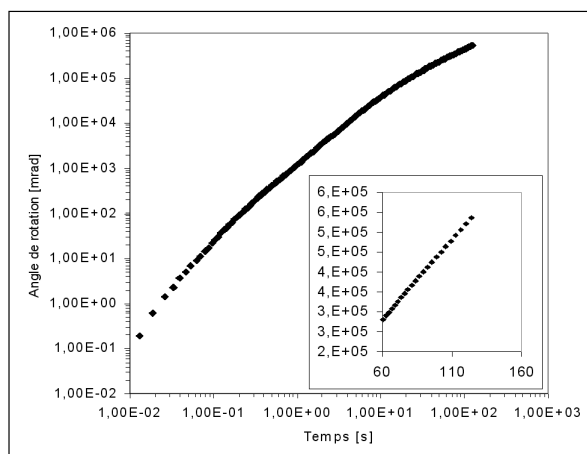


Figure 24 : Angle de rotation pour une contrainte élevée avec une boue liquide à 4% de MS. L'insert représente la réponse aux temps longs en coordonnées cartésiennes.

Si l'on considère de nouveau l'évolution de la complaisance en fonction du temps de repos pour ces contraintes élevées, les courbes se rejoignent toutes aux temps longs, lorsque le régime permanent est atteint, (fig. 25). Cependant, en adimensionnant le temps par le temps de repos à la même puissance que pour les faibles contraintes, on obtient de nouveau une courbe maîtresse sur la zone transitoire (fig. 26).

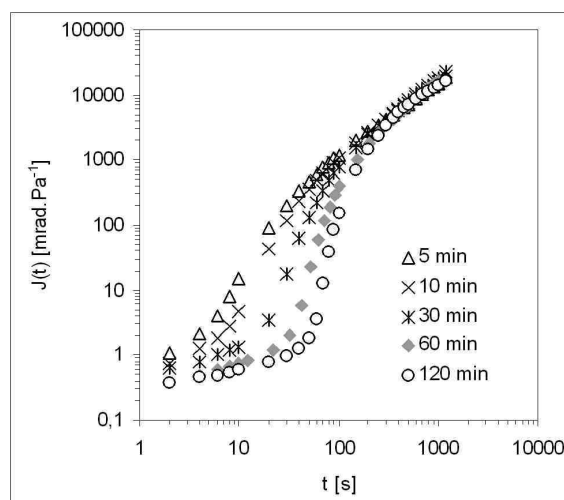


Figure 25 : Evolution de la complaisance en fonction du temps de repos lorsqu'on applique une forte contrainte sur une boue pâteuse à 15% MS.

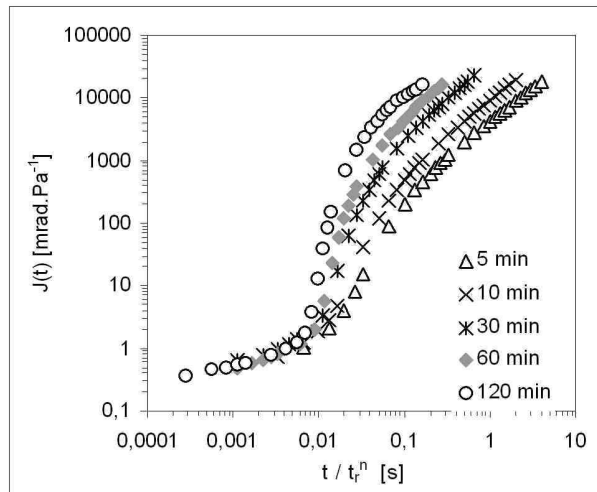


Figure 26 : Evolution de la complaisance lorsque le temps est réduit par une puissance du temps de repos.

Ainsi, dès que la structure solide est rompue, pour les contraintes élevées, l'histoire du matériau s'efface complètement. Cependant, le régime permanent n'est atteint au bout d'un temps d'autant plus long que le temps de repos aura été important.

En considérant de nouveau l'équation de formation des floes, $R_{floc} = \kappa \cdot R_{collision} - R_{rupture}$, lorsque le régime permanent est atteint, le taux de croissance des floes est égal au taux de rupture et le taux de formation des floes R_{floc} est nul. Cet état d'équilibre n'est cependant atteint qu'au bout d'un temps de cisaillement d'autant plus long que la structure initiale de la boue est dense (ou solide). En effet, plus le temps de repos est long, plus la structure s'est organisée et plus les floes sont gros : il faut donc cisailier la boue plus longtemps, d'une durée proportionnelle à t_r^n pour que les floes atteignent leur taille d'équilibre vis-à-vis du cisaillement appliqué.

2.2.3 Synthèse des essais en fluage

Pour résumer les paragraphes précédents, au cours du pré-cisaillement, la boue est complètement déstructurée et la taille des floes atteint un état d'équilibre dépendant de la vitesse de cisaillement. Au repos, ces floes grossissent naturellement et d'autant plus rapidement qu'ils sont petits, sous l'action de lents mouvements diffusifs. La croissance des floes est proportionnelle à une puissance (inférieure à 1) du temps (de repos).

Lorsqu'une contrainte est appliquée, ces floes se rompent progressivement et la déformation aux temps longs se modélise par une loi de puissance dont l'indice augmente avec la contrainte jusqu'à devenir égal à 1 (fig. 27). Lorsque cette valeur est atteinte, le taux de croissance des floes est nul : le seuil de contrainte est franchi et la boue s'écoule en régime permanent.

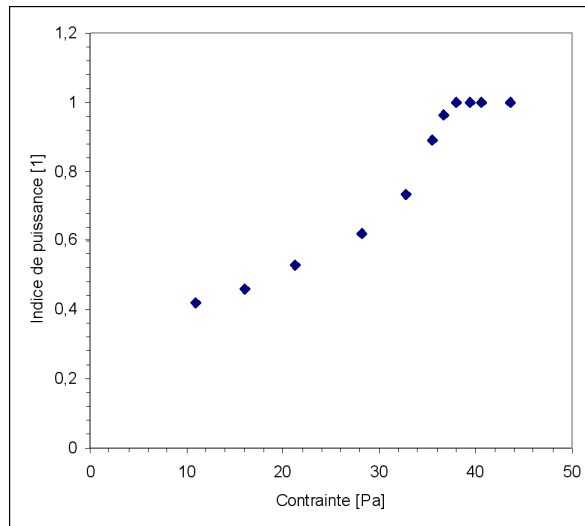


Figure 27 : Evolution de l'indice de puissance de la fonction fluage pour des contraintes croissantes avec une boue à 6% de matières sèches.

Ainsi, tant que le seuil de contrainte n'est pas franchi, la boue se restructure continuellement tandis qu'au-delà du seuil, elle se déstructure jusqu'à atteindre un état d'équilibre, dépendant de l'intensité du cisaillement : la mise en écoulement de la boue est à la fois progressive et de type "tout ou rien". Progressive parce que le régime permanent n'est atteint qu'après un régime transitoire d'autant plus long que le temps de repos aura été long, et de type tout ou rien parce que le régime permanent n'est atteint qu'au-delà d'une limite de contrainte.

2.2.4 La méthode de reconstruction

La méthode de reconstruction est une approche pas à pas du comportement rhéologique que j'ai mise au point en 2003-2004 et qui permet de visualiser le profil des vitesses instantanées dans une géométrie Couette. Elle permet également de déterminer précisément la loi de comportement et, *in fine*, d'harmoniser les résultats publiés jusqu'ici pour définir le comportement rhéologique des boues.

2.2.4.1 Principe

Dans une géométrie à cylindres coaxiaux, la distribution spatiale de la contrainte de cisaillement est parfaitement contrôlée. Cela implique que lorsqu'on applique une contrainte donnée, à une certaine distance de l'axe de rotation, toute l'histoire de la déformation subie par un élément de volume est connue. Ainsi, une série de tests avec plusieurs valeurs de couple de cisaillement revient à appliquer plusieurs valeurs de contraintes de cisaillement, chacune associée à une vitesse de rotation propre, aux éléments du matériau à plusieurs distances de l'axe, selon la formule :

$$\tau = \frac{M_1}{2\pi R_1^2 L} = \frac{M_2}{2\pi R_2^2 L} \quad \text{Équation 13}$$

où M représente le couple appliqué, R et L sont respectivement le rayon et la longueur du mobile (virtuel) considéré.

L'ensemble des vitesses de rotation obtenues avec plusieurs contraintes fournit au final la réponse des éléments du matériau à l'intérieur même de l'entrefer, en considérant que ce qui se passe à proximité du mobile pour un couple donné se produit exactement de la même manière à une distance plus lointaine pour un couple appliqué supérieur. Ce principe constitue l'élément de base de la méthode de reconstruction du profil de vitesse à l'intérieur de l'entrefer d'une géométrie à cylindres coaxiaux lorsqu'on applique des contraintes contrôlées.

A noter cependant que la méthode n'est valable qu'à la seule condition, à vérifier a posteriori, que l'on ait une vitesse nulle près de la paroi extérieure : on ne peut donc utiliser que des fluides à seuil dans une gamme de contrainte d'autant plus restreinte que l'entrefer est petit. En outre, cette méthode a été validée par des mesures indépendantes d'imagerie par résonance magnétique, (IRM), qui permet d'obtenir plus rapidement l'information voulue, mais à un coût très supérieur et uniquement en régime permanent. L'intérêt majeur de la méthode de reconstruction est de donner accès au régime transitoire des déformations, dès les premiers instants du cisaillement.

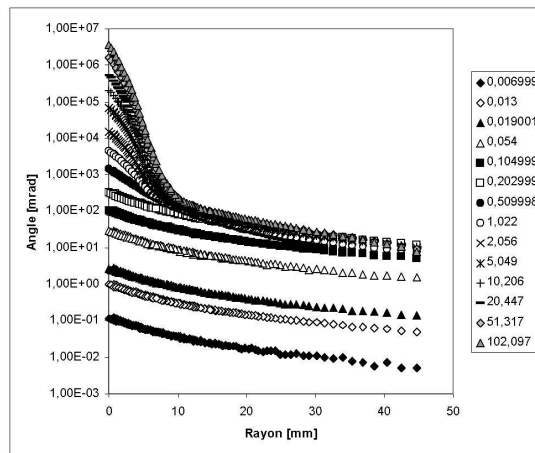


Figure 28 : Evolution de l'angle de déformation à l'intérieur de l'échantillon au cours du temps lorsqu'on applique un couple constant, (boue à 4.4% MS).

En pratique, le matériau est précisailé à une vitesse suffisamment élevée pour que tout l'entrefer soit effectivement cisailé. Ensuite, il est laissé au repos pendant une durée fixée. Enfin, on applique un couple de cisaillement et l'on mesure l'évolution de l'angle de rotation en fonction du temps. Cette séquence (précisaillement, repos, palier), est répétée autant de fois que nécessaire pour balayer toute l'entrefer, avec une précision spatiale suffisante. Il est à noter que plus on veut de précision, plus longue est l'expérience. Il est donc nécessaire de trouver un équilibre entre la précision des résultats et la durée totale de l'expérience, en tenant compte de la fermentation du matériau.

De plus, la valeur du couple de précisaillement permet de suivre l'évolution du matériau et de prévenir d'éventuels phénomènes perturbateurs. Ainsi, dans le cas de petites variations du couple obtenu pendant le précisaillement, on corrige les données mesurées pendant le palier par une simple règle de trois, en ramenant l'intensité du précisaillement pendant le palier à la valeur du palier initial. Durant les premiers instants, la boue se déforme de manière homogène sur la totalité de l'échantillon (fig. 28). Les lignes parallèles indiquent un comportement

viscoélastique qu'on peut qualifier de linéaire : en divisant les courbes $\varphi(r, t)$ par $\varphi(r_0, t)$, on obtient une unique courbe (fig. 29), ce qui signifie :

$$\varphi(r, t) = g(r) \cdot f(r_0, t)$$

Équation 14

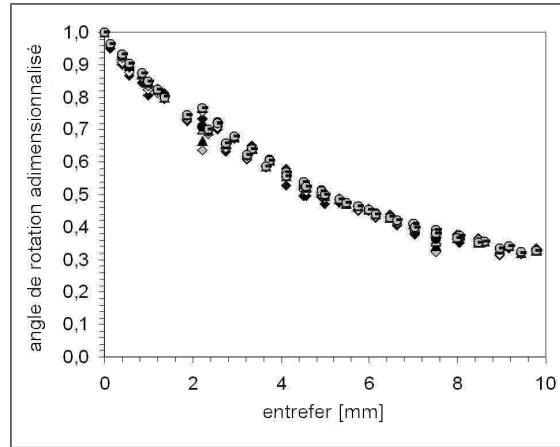


Figure 29 : Angle de rotation adimensionné en fonction de l'entrefer pendant les premiers instants du cisaillement, (même boue que fig. 25).

Cependant, contrairement aux courbes classiques de viscoélasticité linéaire, les courbes $\frac{\varphi}{\tau}$ en fonction du temps ne se superposent pas (fig. 30) : la fonction g n'est pas uniquement représentative de la contrainte, un autre paramètre intervient, sans doute lié à un phénomène de relaxation ou de restructuration sous contrainte (cf. écroutissage).

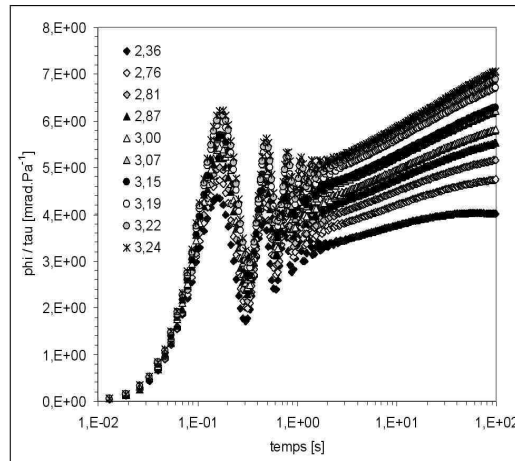


Figure 30 : Rapport angle /contrainte en fonction du temps pour plusieurs.

Dans les paragraphes précédents, j'ai montré que, aux temps longs, lorsque la contrainte (faible) est fixée, la déformation s'exprime par le produit d'une fonction de la contrainte, d'une puissance du temps de repos et d'une puissance du temps. Ici, le temps de repos est fixé, mais la contrainte varie : la vitesse de déstructuration est donc différente, ce qui aboutit à la non-superposition des courbes.

$$g(r) \neq \tau; \left(\tau = \frac{M}{2\pi L \cdot r^2} \right)$$

Lorsque l'angle de rotation dépasse localement une valeur critique, une transition brutale, qui apparaît d'autant plus tôt que la contrainte appliquée est forte, se produit : le régime n'est plus linéaire (fig. 28). Ensuite, le matériau se scinde en deux parties (fig. 31) : à proximité du mobile, le matériau s'écoule en régime permanent (les courbes de vitesses sont superposées) tandis que la vitesse de rotation diminue progressivement dans l'autre partie.

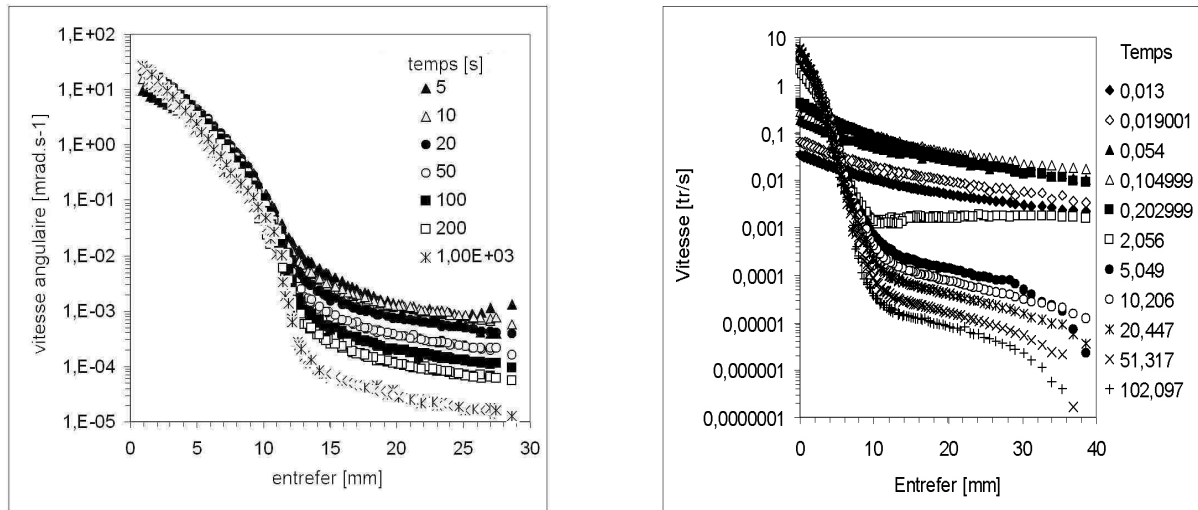


Figure 31 : Evolution de la vitesse de déformation au cours du temps pour deux boues différentes et deux durées de cisaillement différentes (boue à 4% MS à gauche, 1.5% MS à droite).

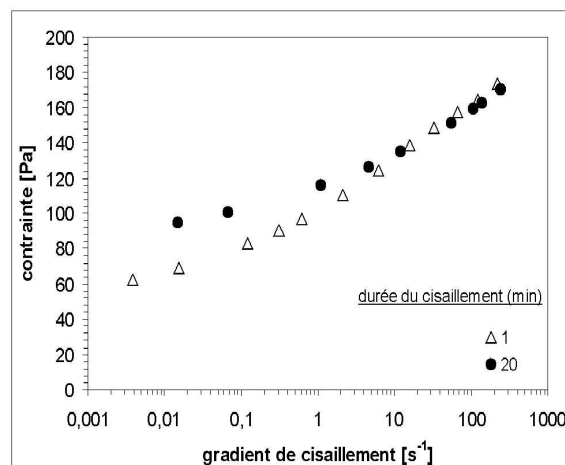


Figure 32 : Le comportement apparent évolue, pour un même matériau, en fonction de la durée du cisaillement, avec une boue à 6% MS).

A ce stade, si on calcule le gradient de vitesse à partir des données issues des mesures de fluage, $\left(\dot{\gamma} = r \cdot \frac{\partial \dot{\phi}}{\partial r}; \tau = \frac{M}{2\pi L \cdot r^2} \right)$, le modèle rhéologique définissant le comportement des boues est un modèle de Herschel-Bulkley dont le seuil est une fonction croissante du temps de cisaillement, (fig. 32-33). Dans l'exemple présenté ci-dessus, les courbes sont qualitativement semblables dans la mesure où l'écoulement tend à s'arrêter pour une contrainte non nulle, mais qui est d'autant plus élevée que les paliers de contrainte durent longtemps.

Seul le comportement aux fortes vitesses est identique. Ce seuil tend vers une asymptote égale à la contrainte correspondant à la limite entre la zone où l'écoulement est homogène et la zone où la vitesse de rotation diminue (fig. 33).

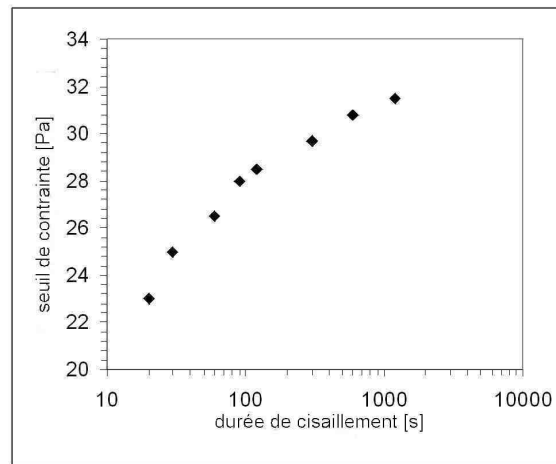


Figure 33 : Evolution du seuil de contrainte extrapolé d'un modèle de Herschel-Bulkley en fonction de la durée de cisaillement pour une boue à 7% MS.

Le comportement rhéologique des boues résiduelles habituellement défini par un modèle de Herschel-Bulkley n'est donc qu'un comportement apparent, dépendant des conditions expérimentales, essentiellement le temps de cisaillement, et qui inclut des effets temporels liés à la restructuration du matériau. On observe donc successivement au sein de l'entrefer une déformation homogène de la structure du matériau qui se rompt ensuite, mais qui progressivement se reconstruit si la contrainte appliquée n'est pas suffisante. Cependant, lorsque la contrainte est suffisante, le matériau s'écoule. On peut donc définir trois zones à l'intérieur de l'entrefer :

- une première zone où le matériau est toujours viscoélastique,
- une zone limitée par un rayon critique où il est toujours visqueux dès que la structure s'est rompue (après un temps de cisaillement suffisamment long),
- une zone intermédiaire où le matériau est d'abord viscoélastique solide avant de devenir temporairement un liquide visqueux qui se restructure pour redevenir solide.

Il apparaît alors tout à fait logique de considérer que la déformation est simplement la somme d'un terme solide et d'un terme liquide, tous deux associés à un poids λ dépendant de l'état de la structure, valant 1 lorsque la structure est intacte et 0 lorsqu'elle est totalement rompue :

$$\begin{aligned}\varphi(t, r) &= (\lambda(t, r)) \cdot \varphi_s + (1 - \lambda(t, r)) \cdot \varphi_l \\ \Leftrightarrow \varphi(t, r) &= \left(\frac{S(t, r)}{S_0} \right) \cdot \varphi_s + \left(1 - \frac{S(t, r)}{S_0} \right) \cdot \varphi_l\end{aligned}\quad \text{Équation 15}$$

où S_0 représente l'état de la structure à l'instant initial, compte-tenu du précisaillement et du repos préalables. A noter que ce genre de comportement est proche de celui utilisé pour définir les liquides viscoélastiques de Maxwell, le paramètre de structure en plus.

Compte-tenu des résultats précédents, notamment (i) la superposition des courbes de fluages dans l'entrefer aux tous premiers instants où il est raisonnable d'écrire que le comportement correspond à un régime purement élastique et (ii) la linéarité de la déformation aux contraintes élevées, la composante solide peut-être assimilée à un simple solide élastique et la composante liquide à une fonction linéaire du temps :

$$\varphi(t, \tau) = \left(\frac{S(t, \tau)}{S_0} \right) \cdot \frac{\tau}{G} + \left(1 - \frac{S(t, \tau)}{S_0} \right) \cdot a(\tau) \cdot t \quad \text{Équation 16}$$

2.2.4.2 Détermination de la fonction de structure

Ce paragraphe est un aperçu des mes orientations actuelles concernant la rhéologie de la matière molle. Il témoigne de mes interrogations quant à la compréhension des cinétiques de structuration et de déstructuration. Les résultats n'ont pas encore été publiés : dans l'état actuel de mes travaux, je manque encore de recul et de "rigueur mathématique" pour franchir ce cap.

Nous avons vu que l'état instantané de la structure est une compétition entre structuration et déstructuration. L'évolution de la contrainte au cours du repos obéit à une loi de puissance (cf. équation (4)) et témoigne de l'état de "consolidation" de la structure : elle est donc représentative du taux d'accroissement des flocs. Par conséquent, lorsqu'aucune contrainte n'est appliquée, le taux de croissance des flocs obéit à une loi de puissance similaire à l'équation (7) :

$$R_{floc} \propto \left(1 + \frac{t}{t_0} \right)^n$$

Parallèlement, à partir d'un état de structuration donné après un repos suffisant, lorsque la boue est soumise à un gradient de vitesse de cisaillement constant, (ainsi la restructuration est négligeable), la contrainte diminue progressivement jusqu'à tendre vers une asymptote horizontale (fig. 34). Cette décroissance se modélise par une exponentielle étirée de la forme :

$$\tau(t) = \tau_{asymp} \cdot \left(1 + k \cdot \exp(-\lambda \cdot t^p) \right) \quad \text{Équation 17}$$

où τ_{asymp} représente la contrainte asymptotique. Expérimentalement, lorsque le temps de repos préalable au cisaillement est constant, k semble indépendant de la contrainte.

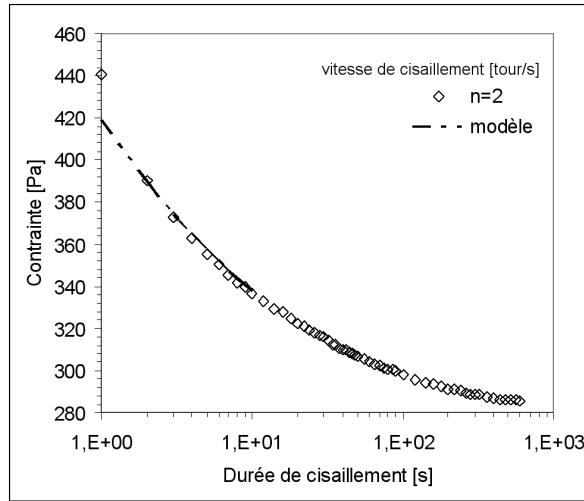


Figure 34 : Evolution de la contrainte résultante d'une vitesse de cisaillement constante. La ligne pointille représente le modèle de l'équation (18) avec les paramètres suivants :

$$k = 2500; \lambda = 2.86s^{-p}; p = 0.11; \tau_{asymp} = 279Pa$$

L'état instantané de la structure est une compétition entre les cinétiques de structuration et de déstructuration sauf lorsque la boue est au repos. On peut donc écrire :

$$S(t, \tau) \propto \left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n - (1 + \xi \cdot \exp(-\lambda t^p)) \text{ et } S_0(t, \tau) = \left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n$$

D'où :

$$\frac{S(t, \tau)}{S_0(t)} \approx 1 - \frac{1 + \xi \cdot \exp(-\lambda \cdot t^p)}{\left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n}$$

Par construction, $\frac{S(0, \tau)}{S_0(0)} = 1 \Rightarrow \xi = -1$, ce qui aboutit à :

$$\frac{S(t, \tau)}{S_0(t)} = 1 - \frac{1 - \exp(-\lambda \cdot t^p)}{\left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n}$$

Équation 18

La dérivée du paramètre de structure par rapport au temps est du signe opposé de :

$$p\lambda \cdot t^{p-1} \cdot \exp(-\lambda t^p) \cdot \left(1 + \frac{t}{t_0}\right) - (1 - \exp(-\lambda \cdot t^p)) \cdot \frac{n}{t_0} = \left[p\lambda \cdot t^{p-1} \cdot \left(1 + \frac{t}{t_0}\right) + \frac{n}{t_0} \right] \cdot \exp(-\lambda t^p) - \frac{n}{t_0}$$

Le paramètre de structure est d'abord décroissant, puis devient croissant à partir d'un temps critique sauf lorsque n est nul. Dans ce dernier cas, la déformation tend vers une droite dont la pente varie avec la contrainte. La boue est alors en écoulement et ne peut se restructurer sous cisaillement (fig. 35).

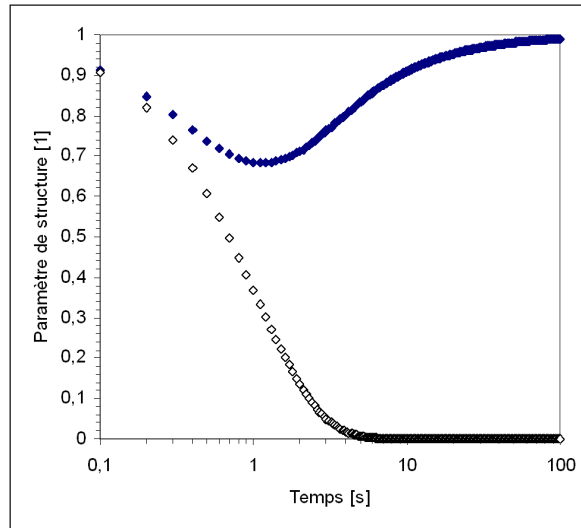


Figure 35 : Evolution schématique du paramètre de structure avec les paramètres suivants :
 $\lambda = p = n = t_0 = 1$ (losanges pleins) et $\lambda = p = t_0 = 1$ et $n = 0$ (losanges vides)

Le modèle défini par les équations (16) et (18), aboutissant à (19) est en très bonne adéquation avec les données expérimentales (fig. 36).

$$\varphi(t, \tau) = \left(1 - \frac{1 - \exp(-\lambda \cdot t^p)}{\left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n} \right) \cdot \frac{\tau}{G} + \left(\frac{1 - \exp(-\lambda \cdot t^p)}{\left(1 + \frac{t}{t_0}\right)^n} \right) \cdot a(\tau) \cdot t \quad \text{Équation 19}$$

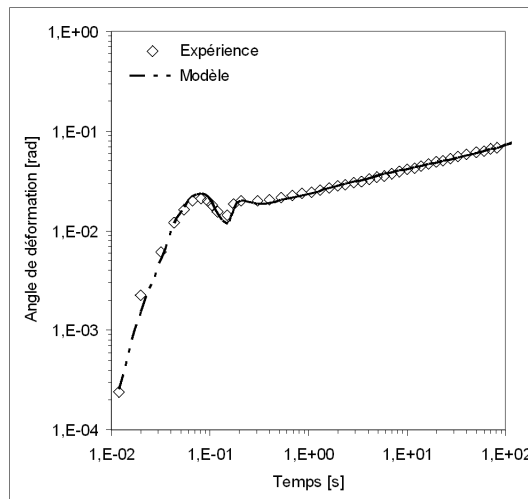


Figure 36 : Modélisation du comportement en fluage d'une boue soumise à une contrainte de 44 Pa avec le modèle défini par l'équation (20) avec les paramètres suivants :
 $G = 800$, $a = 0.0016$; $\lambda = 1.33$; $n = 0.33$; $p = 0$; $t_0 = 1$

On remarque de plus que les oscillations enregistrées lors de l'application de la contrainte se retrouvent sur le modèle, sans faire intervenir de terme inertiel : c'est l'évolution de la structure qui semble donner naissance à ces oscillations.

2.2.4.3 Définition de la loi de comportement en régime permanent

Connaissant l'expression théorique de l'angle de déformation en fonction du temps et du rayon (ou de la contrainte), on peut déterminer l'expression des gradients de vitesse de cisaillement locaux, associés aux contraintes locales :

$$\dot{\gamma} = r \frac{\partial(\dot{\phi})}{\partial r} = r \frac{\partial^2}{\partial r \cdot \partial t} \left(\left(\frac{S(t, \tau)}{S_0} \right) \cdot \frac{\tau}{G} + \left(1 - \frac{S(t, \tau)}{S_0} \right) \cdot a(\tau) \cdot t \right) \approx r \cdot \frac{\partial}{\partial r} \left(\left(1 - \frac{S(t, \tau)}{S_0} \right) \cdot a(\tau) - a(\tau) \cdot \frac{t}{S_0} \cdot \frac{\partial S}{\partial t} \right)$$

$$\tau = \frac{M}{2\pi \cdot L}$$

Équation 20

Ainsi, tant que $\frac{\partial S}{\partial t}$ n'est pas nulle, le gradient de vitesse de cisaillement est une fonction décroissante du temps. Cette condition est vraie tant que la contrainte appliquée est inférieure à une contrainte critique, notée τ_c , à partir de laquelle la structure de la boue n'est plus capable de se reconstruire. Au delà de τ_c , $\frac{\partial S}{\partial t} = S = 0$, après une phase transitoire, d'autant plus courte que la contrainte est forte, pendant laquelle la structure se rompt.

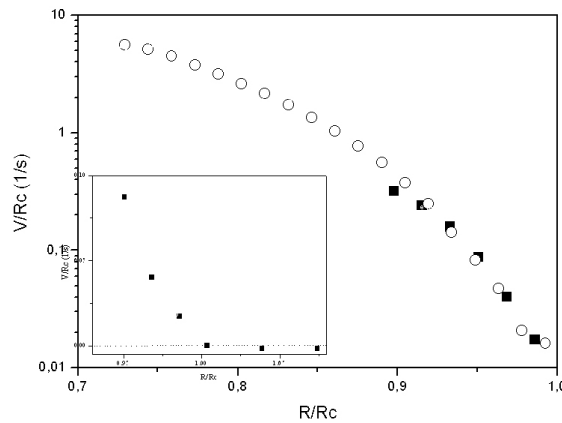


Figure 37 : Profil de vitesse mesuré par IRM pour une boue pâteuse. R_c représente le rayon critique.

En amont du rayon critique, le matériau s'écoule en régime permanent tandis qu'en aval il se restructure jusqu'à ce que la vitesse s'annule. Ces observations se corrélaient parfaitement avec les résultats obtenus à l'IRM pour mesurer le profil instantané des vitesses à l'intérieur du matériau, (fig. 37). La vitesse s'annule brutalement au voisinage du rayon critique : au delà de celui-ci, le matériau est à l'arrêt. Lorsque le profil des vitesses obtenu avec différentes vitesses de rotation suit une courbe maîtresse, on peut alors l'écrire :

$$v(r) = R_c \cdot f\left(\frac{r}{R_c}\right)$$

ce qui donne : $\dot{\gamma} = R_c \cdot F(r)$. On peut alors déduire une relation générale entre le gradient de vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement en écrivant :

$$\frac{\tau}{M} = \frac{1}{2\pi r^2 L} = \frac{1}{2\pi L \left(F^{-1} \left(\frac{\dot{\gamma}}{R_c} \right) \right)^2} = G \left(\frac{\dot{\gamma}}{R_c} \right)$$

Ce qui est particulièrement vrai pour un couple tel que le rayon critique serait égal à 1. Ainsi, $\tau = M_1 \cdot G(\dot{\gamma})$.

Pour n'importe quel autre couple, en éliminant la contrainte locale, on obtient :

$$G \left(\frac{\dot{\gamma}}{R_c} \right) = \frac{\tau}{M} = \frac{\tau}{M_1} \cdot \frac{M_1}{M} = \frac{M_1}{M} \cdot G(\dot{\gamma}) \Rightarrow G(\alpha \cdot \dot{\gamma}) = \beta(\alpha) \cdot G(\dot{\gamma})$$

où $\beta = \frac{M_1}{M}$ est une fonction de la variable $\alpha = \frac{1}{R_c}$. On peut alors successivement montrer que : $G(\alpha^p) = G(\alpha \cdot \alpha^{p-1}) = \beta(\alpha) \cdot G(\alpha^{p-1}) = \beta(\alpha)^p \cdot G(1)$ pour n'importe quel entier p , puis pour n'importe quel nombre rationnel $\frac{p}{q}$, et enfin pour n'importe quel nombre réel x .

En particulier, $G(x) = G(\exp(\ln x)) = x^{\ln(\beta(e))} \cdot G(1)$, ce qui implique que G décrit une simple loi-puissance. La relation entre le gradient et la contrainte de vitesse est alors une loi de puissance tronquée uniquement valide pour des gradients de vitesse de cisaillement supérieurs à $\dot{\gamma}_c$, définie par :

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \Leftrightarrow \frac{\tau}{\tau_c} = \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^n, \tau \geq \tau_c$$

$$\dot{\gamma} = 0, \tau < \tau_c$$

Équation 21

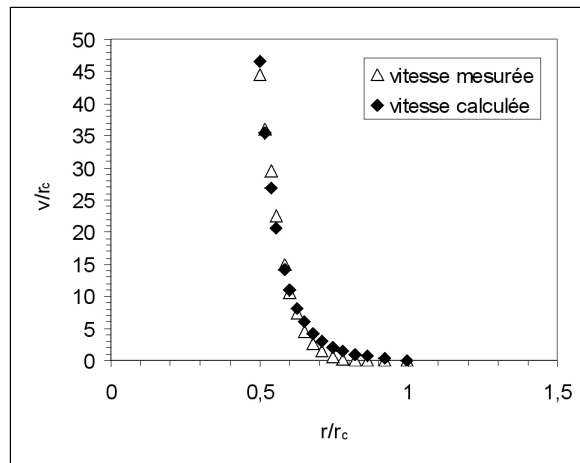


Figure 38 : Modélisation du profil de vitesse à l'intérieur de l'échantillon dans la zone "liquide" On trouve $\alpha = 0.21$, $m=7.77$, $r_c=25$ mm.

Puisque la loi de comportement est une loi de puissance, alors la vitesse de rotation ne peut s'exprimer que sous la forme :

$$\frac{v}{r_c} = \alpha \cdot \left(\frac{v}{r_c} \right)^{-m} - \beta \cdot \left(\frac{v}{r_c} \right) \quad \text{Équation 22}$$

$$\text{avec } n = \frac{2}{m+1}, \dot{\gamma}_c = \frac{\alpha(m+1)}{r_c} \text{ et } \tau_c = \frac{M}{2\pi r_c^2 L}$$

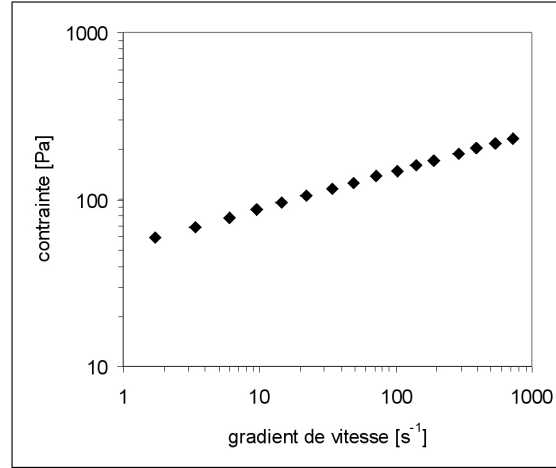


Figure 39 : Courbe d'écoulement réelle pour une boue résiduaire, quelque soit sa consistance. Dans l'exemple avec une boue pâteuse (6% MS), on ne peut pas descendre sous un gradient critique inférieur à $1.5s^{-1}$.

Tous ces calculs permettent de tracer point par point la courbe d'écoulement réelle de la boue résiduaire, (fig. 39) qui n'existe (en régime permanent) que dans la gamme de gradient de vitesse $[\gamma_c, \infty[$. Il est impossible de définir un gradient de vitesse de cisaillement constant inférieur à γ_c .

2.3 Conclusion

Malgré toute la diversité de la bibliographie consacrée aux boues résiduaires, une analyse systématique montre que ces matériaux présentent de fortes similitudes avec les polymères ou les systèmes vitreux. Des phénomènes de relaxation et de restructuration sous cisaillement sont notamment observés.

De plus, en cisaillement simple, le régime solide et le régime liquide s'expriment sous la forme d'une équation unique intégrant un paramètre de structure. C'est ce dernier qui, *in fine*, régit le comportement de la boue. En effet, tant que la structure n'est pas totalement rompue, la boue se restructure, parfois lentement, et il est impossible de définir un gradient de vitesse de cisaillement en régime permanent. Il faut deux conditions pour que l'écoulement en régime permanent ait lieu : que la déformation dépasse une déformation critique et que le taux de déformation soit également supérieur à une valeur seuil. Si ces deux conditions ne sont pas

réunies, le régime permanent ne peut être atteint, ce qui occasionne, sur site, des bouchages de tuyauteries ou des zones mortes dans les bassins.

Finalement, tous les résultats rencontrés dans la littérature, à savoir la modélisation du comportement des boues tantôt pour une loi de puissance, tantôt par un modèle de Herschel-Bulkley, sont cohérents : une loi de puissance simple est souvent proposée pour les boues faiblement concentrées, c'est-à-dire celles pour lesquelles le gradient critique est faible, voire non mesurable, tandis que le modèle de Herschel-Bulkley correspond davantage aux boues plus concentrées, pour lesquelles la valeur du seuil dépend de la durée du protocole.

2.4 Publications relatives à ce chapitre

Publications dans des revues scientifiques à comité de lecture.

Baudez, J.C. (2008). Physical aging and thixotropy in sludge rheology. *Applied Rheology*, 18, 13495 1-8.

Tabuteau, H., Coussot, P., Baudez, J.C. (2006). A new approach to the thixotropic behaviour of sewage sludge. *Journal of Residuals Science & Technology*, Vol. 3, No. 4, 233-240.

Baudez, J.C. (2006). About peak and loop in sludge rheograms. *Journal of Environmental Management*, 78(3), 232-239.

Rodts, S., Baudez, J. C., & Coussot, P. (2005). From "discrete" to "continuum" flow in foams. *Europhysics Letters*, 69(4), 636-642.

Baudez, J. C., Rodts, S., Chateau, X., & Coussot, P. (2004). New technique for reconstructing instantaneous velocity profiles from viscometric tests: Application to pasty materials. *Journal of Rheology*, 48(1), 69-82.

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Bertrand, F., & Coussot, P. (2004). Mechanical characteristics and origin of wall slip in pasty biosolids. *Rheologica Acta*, 43(2), 168-174

Baudez, J. C., Coussot, P. (2004). Abrupt transition from viscoelastic solidlike to liquidlike behavior in jammed materials. *Physical Review Letters*, 93(12), 128302-1-128302-4.

Baudez, J.C. (2003). Pourquoi les boues ne tiennent pas en tas. *Déchets Sciences et Techniques*, 32, 3-7.

Baudez, J.C., Coussot, P., & Thirion, F. (2002). Rheological behaviour of pasty sewage sludge. *Techniques - Sciences - Methodes*, (10), 73-79.

Raynaud, J.S., Moucheron, P., Baudez, J.C., Bertrand, F., Guilbaud, J. P., & Coussot, P. (2002). Direct determination by nuclear magnetic resonance of the thixotropic and yielding behavior of suspensions. *Journal of Rheology*, 46(3), 709-732.

Baudez, J.C & Coussot, P. (2001). Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges. *Journal of Rheology*, 45(5), 1123-1140.

Communication dans des congrès avec actes

Baudez, J.C., 2006. Physical aging and thixotropy in sludge rheology. Proceedings of the specialized conference “sustainable sludge management: state of the art, challenges and perspectives”, International Water Association, Moscow, Russia.

Baudez, J.C., 2006. Vieillissement physique des boues résiduaire sous cisaillement et influence de la concentration. Actes du 41^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Cherbourg, France.

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Coussot, P., 2003. Caractéristiques du glissement des boues de STEP. Actes du 38^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Brest, France.

Baudez, J.C., Coussot, P., 2001. Généralités sur la rhéologie des boues résiduaire pâteuses. Actes du 36^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Marne-la-Vallée, France.

Communication dans des congrès sans actes

Baudez, J.C., Rodts, S., Château, X., Coussot, P., 2004. A new technique for reconstructing instantaneous velocity profiles from viscometric tests - Application to the solid-liquid transition in pasty materials. XIVth International Congress on Rheology, Seoul, Korea.

Baudez, J.C., Rodts, S., Bertrand, F., Coussot, P., 2003. Velocity profile reconstruction from viscometric creep tests for yielding fluids. 1st Annual European Rheology Conference, Guimarães, Portugal.

Baudez, J.C., Coussot, P., 2002. Pasty sewage sludge: a double yield stress fluid. Eurhéo, 6th European Congress on Rheology, Erlangen, Germany.

3 Paramètres influençant le comportement

Le chapitre précédent a défini clairement le comportement rhéologique des boues résiduaire, de manière qualitative. Cependant, quantitativement, ce comportement est fortement dépendant de la composition de la boue, qu'il s'agisse de la concentration ou de la formulation chimique, que de paramètres extérieurs, comme la température.

3.1 Influence de la concentration

Au regard des résultats présentés dans le chapitre précédent, deux cas doivent être considérés.

Soit aucune structure n'existe et chaque particule n'est pas influencée par ses voisines. Le paramètre de structure précédemment défini est alors toujours égal à 0. On se retrouve dans le cas d'une suspension diluée de particules non interactives avec un comportement de type Newtonien.

Soit une structure existe, auquel cas, on détermine une contrainte critique et le comportement rhéologique est dual : liquide ou solide avec une transition brutale entre les deux, lorsque le régime permanent est établi. Dans ces conditions, en appliquant toutes les mesures effectuées pour définir le comportement rhéologique, on montre que selon la consistance de la boue, les valeurs de τ_c , $\dot{\gamma}_c$ augmentent selon une loi-puissance avec la concentration solide (fig. 40).

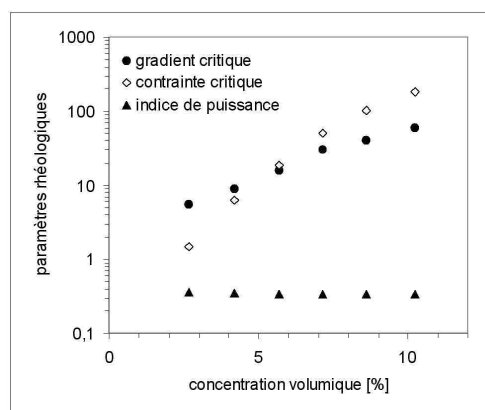


Figure 40 : Evolution des paramètres de la loi de comportement en fonction de la concentration pour une boue dont la composition est qualitativement fixée.

Pour une composition de la matière sèche fixée, c'est à dire avec des échantillons dilués, la contrainte et le gradient critiques sont des fonctions croissantes de la concentration, valables uniquement au delà d'une concentration critique ϕ_0 en deçà de laquelle la boue sédimente tandis que l'indice de puissance de la loi de comportement reste constant :

$$\tau_c = \alpha \cdot (\phi - \phi_0)^\beta$$

$$\dot{\gamma}_c = a \cdot (\phi - \phi_0)^b$$

Équation 23

Le paramètre ϕ_0 de l'équation (24), fait écho à un seuil de percolation en dessous duquel la concentration serait insuffisante pour qu'une structure continue existe. Pour une concentration inférieure à ϕ_0 , les floes vont naturellement grossir sous l'action de lents mouvements diffusifs et vont progressivement sédimenter jusqu'à ce que la concentration atteigne *localement* la quantité ϕ_0 .

Pour évaluer rapidement la concentration critique, il suffit donc de laisser sédimenter une boue (liquide) et de mesurer la concentration solide après avoir enlevé l'eau de "crémage". Selon l'origine, la composition ou l'âge de la boue, j'obtiens un intervalle de concentration compris entre 2 et 4% pour ϕ_0 .

3.2 Influence de la fermentation

La boue est un milieu particulièrement fermentescible : sa composition chimique varie continuellement sous l'action des bactéries (cf. chapitre 1). Cette évolution chimique influence directement le comportement mécanique : la fermentation induit en effet une fluidification de la boue. Le paramètre k de la courbe d'écoulement (égal au ratio entre la contrainte et le gradient de vitesse élevé à la puissance n) diminue avec le temps de stockage (fig. 41). Dans le même temps, l'indice de puissance augmente (fig. 41) : ce dernier est d'autant plus élevé que la boue est minéralisée.

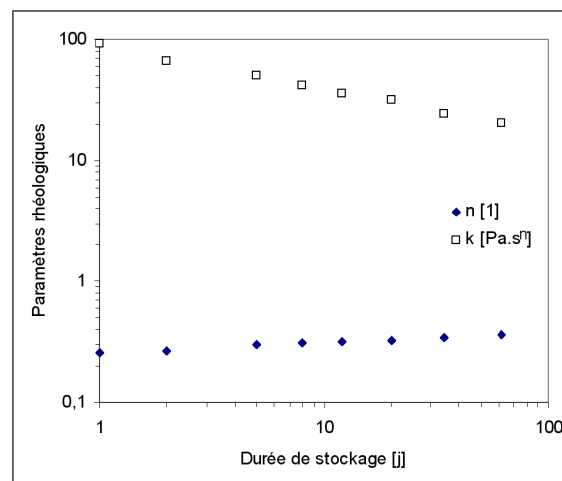


Figure 41 : Evolution pendant le stockage de l'indice de puissance et du facteur k de la loi de comportement d'une boue résiduaire pâteuse à 12% de MS.

De même, ϕ_0 et les autres paramètres de l'équation (24) sont d'autant plus petits que la boue est minéralisée. Ces résultats sont logiques dans la mesure où pendant la fermentation, l'activité des micro-organismes qui consomment de la matière organique conduit à la dégradation des macromolécules en molécules plus petites et en gaz. Plus la boue est

minéralisée, moins elle contient de macromolécules lourdes et de chaînes ramifiées (Nielsen et al., 1996) ; les enchevêtrements sont moins nombreux et la tendance à la sédimentation est plus faible.

Cette évolution du comportement rhéologique pendant la fermentation, alors que la concentration solide n'évolue pas, démontre qu'il est illusoire de vouloir établir une corrélation directe entre la siccité d'une boue et son comportement rhéologique.

3.3 Influence de la température

Au chapitre 2, j'avais souligné, sans m'y attarder, des similitudes entre les boues et les systèmes vitreux qui sont fortement dépendant de la température. Tout comme les systèmes vitreux, lorsque la température augmente, la boue se fluidifie : le module élastique et la viscosité diminuent (fig. 42) en suivant une loi proche du modèle Vogel-Fulcher-Tammann (VTF) :

$$\eta = a \exp\left(\frac{b}{T - T_0}\right) + c; G = \alpha \exp\left(\frac{\beta}{T - T_0}\right) + \delta \quad \text{Équation 24}$$

Dans le modèle original, la température T_0 correspond à la température de transition vitreuse de la phase amorphe du système. Selon Galinski et al. (2006), cette température correspondrait à la température de transition liquide-solide des pâtes.

Dans le cas des boues, la température T_0 est d'environ -30°C et correspondrait davantage à une température de transition pâteux-solide où l'on passe d'un système désordonné à un système plus figé (plus ordonné).

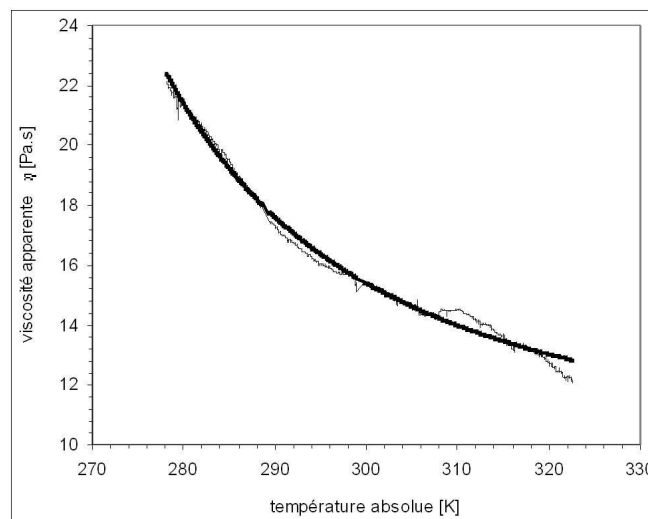


Figure 42: Evolution de la viscosité apparente en fonction de la température pour une boue pâteuse à 15% de matière sèche. La ligne continue représente le modèle de l'équation (23) avec les paramètres : $a=0.95$; $b=90.6$; $T_0=244$; $c=10.5$; $R^2=0.98$

En utilisant les valeurs numériques de l'équation (24) utilisées sur la figure 42, un écart saisonnier de température engendre donc d'importantes variations de la viscosité (passer de 10°C en hiver à 25°C en été implique une variation de 25% de la viscosité apparente d'une

boue), avec une concentration et une composition constantes. Cet exemple souligne encore une fois les difficultés pour répondre simplement aux attentes industrielles.

3.4 Conclusion

La teneur en eau, la fermentation et la température impliquent toutes les trois une fluidification de la boue. Dans tous les cas de figure, cette évolution peut se traduire par une diminution du nombre de connections à l'intérieur de la matrice solide :

- lorsque la concentration diminue, la densité de liaisons entre les floccs est plus faible;
- lorsque la boue fermente, les macromolécules sont scindées en plus petites et les enchevêtrements sont moins nombreux;
- lorsque la température augmente, les liaisons hydrogène se brisent.

En faisant de nouveau un parallèle avec la théorie de la percolation, plus la boue est diluée, vieille ou chaude, moins il y a de 'nœuds' à l'intérieur de la structure : il y a donc d'autant moins de liaisons à rompre pour initier l'écoulement.

Ainsi, bien que les comportements rhéologiques des boues résiduelles soient tous similaires entre eux, les valeurs quantitatives des paramètres, celles qui intéressent directement les industriels, sont difficilement corrélables à un paramètre macroscopique tant elles évoluent avec la concentration, la composition ou la température.

Cependant, comme je l'ai précisé en introduction, les industriels attendent des réponses globales à leurs problèmes locaux, avec des solutions simples et rapides de mise en œuvre permettant de corréler les caractéristiques rhéologiques de leurs boues avec des indicateurs pertinents de l'état de la structure, tout en contournant la variabilité intrinsèque du matériau. Une voie, actuellement à l'étude pour contourner au laboratoire cette variabilité, est l'élaboration d'une boue synthétique qui permettrait d'utiliser un matériau aux caractéristiques constantes ou de faire varier à l'envie les proportions des différents constituants. Les premiers résultats sont encore loin de reproduire la réalité et par conséquent, je ne développerai pas davantage ce volet.

3.5 Publications relatives à ce chapitre

Publications dans des revues scientifiques à comité de lecture.

Baudez, J.C., Ginisty, P., Peuchot, C., & Spinosa, L. (2007). The preparation of synthetic sludge for lab testing. *Water Science and Technology*, 56 (9), 67-74.

Baudez, J.C., Ayol, A., & Coussot, P. (2004). Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids. *Journal of Environmental Management*, 72(3), 181-188.

Baudez, J.C. (2003). Pourquoi les boues ne tiennent pas en tas. *Déchets Sciences et Techniques*, 32, 3-7.

Baudez, J.C. (2002). Rheology and physico-chemistry of pasty sewage sludge in view of storing and spreading. *La Houille Blanche*, (6-7), 98-103.

Baudez, J.C & Coussot, P. (2001). Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges. *Journal of Rheology*, 45(5), 1123-1140.

Communication dans des congrès avec actes

Baudez, J.C., Ginisty, P., Peuchot, C., Spinosa, L., 2007. The preparation of synthetic sludge for lab testing. Proceedings of the specialized conference “facing sludge diversities, challenges, risks and opportunities”, International Water Association, Antalya, Turkey.

Baudez, J.C., Coussot, P., 2001. Généralités sur la rhéologie des boues résiduelles pâteuses. Actes du 36^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Marne-la-Vallée, France.

4 Pertinence d'une double caractérisation électrique et rhéologique

Les boues sont des suspensions de particules chargées dont la stabilité est contrôlée par la résultante de forces, essentiellement électrostatiques. D'après Forster (1982; 2002), les charges de surfaces et la force ionique influencent directement les propriétés d'écoulement des boues. Parallèlement, ces facteurs sont aussi connus pour agir sur les propriétés électriques des matériaux. C'est pourquoi, outre la rhéologie, l'utilisation des mesures diélectriques, comme la résistivité, peut apporter des informations supplémentaires quant à la caractérisation des boues, notamment pour le suivi et le contrôle des procédés de traitement.

Cette partie est issue du travail de thèse d'Emilie Dieudé-Fauvel, que j'ai encadrée de janvier 2004 à février 2007. Elle répond en partie à la recherche d'un paramètre discrétisant les différentes boues à partir de la mesure de la résistivité.

En effet, pour les matériaux électrolytes, il existe une relation univoque entre la résistivité et la viscosité :

$$\rho \approx 6\pi\eta_0 \left(\frac{1}{Fe} \right) \cdot \left(\sum_i \frac{z_i c_i}{r_i} \right)^{-1} \quad \text{Équation 25}$$

Cette équation n'est fondamentalement rien d'autre que l'équation de Stokes-Einstein pour le coefficient de friction visqueuse d'éléments sphériques dans un média uniforme. Pour les milieux fortement dilués, elle peut facilement se modifier afin de tenir compte de la présence d'une phase isolante de fraction volumique Φ , en utilisant le modèle de Maxwell pour la conductivité et le modèle d'Einstein pour la viscosité. Résistivité et viscosité sont alors liées à ϕ par deux relations très simples :

$$\rho = \frac{\rho_0}{(1 - \phi)}$$

$$\eta = \eta_0 (1 + 2.5\phi)$$

Pour des concentrations très faibles, la linéarité de l'équation (25) reste approximativement vraie. Cependant, lorsque la concentration augmente, les relations d'Einstein et de Maxwell ne sont plus vraies mais ne persiste-t-il pas, malgré tout, une relation univoque entre ces deux propriétés ?

La résistivité est fortement dépendante de la température et de la concentration en sels dissous. Aussi, nous avons donc successivement observé l'influence de ces paramètres ainsi que de la fermentation au cours de laquelle la composition varie (et où la teneur en sels varie également).

Dans toute la suite, la viscosité apparente des boues résiduelles a été calculée avec un gradient de vitesse de cisaillement de 100 s^{-1} , de manière à être en phase liquide. Des travaux complémentaires en phase solide doivent être menés dans un futur proche.

4.1 Influence de la température

Pour des boues concentrées, la résistivité diminue avec la température, comme la viscosité, en suivant une loi de type VTF, légèrement modifiée, avec la même énergie d'activation que la viscosité, ce qui suggère que ce sont les mêmes mouvements moléculaires et les mêmes interactions qui sont impliqués dans les écoulements visqueux et la mobilité des charges (fig. 43).

$$\rho = \alpha \exp\left(\frac{\beta}{T - T_0}\right) + \delta \quad \text{Équation 26}$$

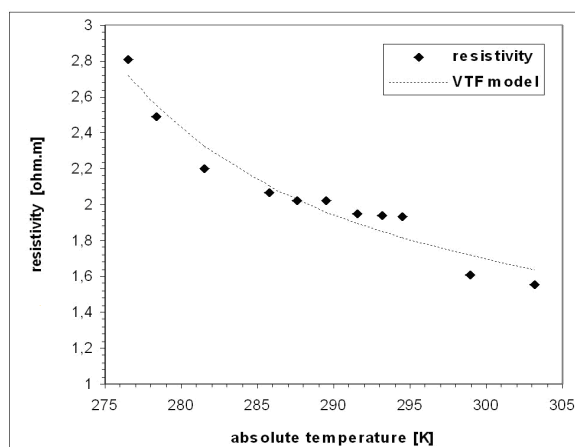


Figure 43: Evolution de la résistivité en fonction de la température pour une boue pâteuse à 15% de matière sèche. La ligne continue représente le modèle de l'équation (23) avec les paramètres: $\alpha=3.17$; $\beta=91.0$; $T_0=233$; $\delta=9.71$; $R^2=0.97$

L'égalité des énergies d'activation implique également une relation linéaire entre viscosité et résistivité :

$$\rho = k(\dot{\gamma})\eta + \lambda(\dot{\gamma}) \quad \text{Équation 27}$$

Les paramètres de l'équation (27) sont dépendants du gradient de vitesse dont dépend également la viscosité apparente.

Pour une boue de composition donnée, il existe donc une relation univoque entre la résistivité et la viscosité, ce qui conforte la pertinence d'une double caractérisation permettant de distinguer les boues entre elles.

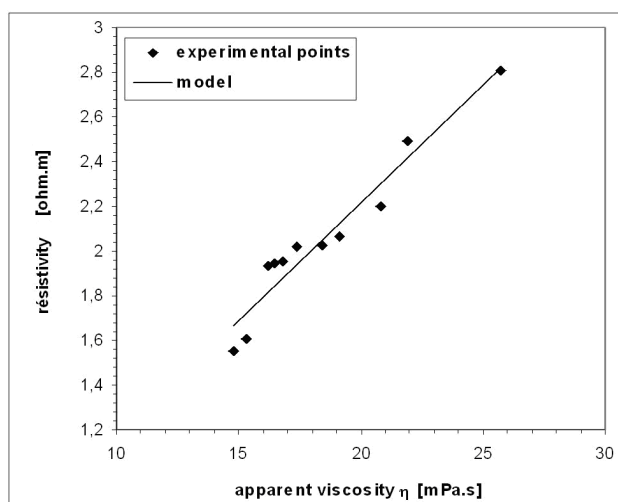


Figure 44: Relation entre la résistivité et la viscosité d'une boue pâteuse. La ligne continue représente le modèle de l'équation (24) avec : $k=0.106$; $\lambda=0.101$; $R^2=0.94$

4.2 Modification des charges libres

Pour faire varier la concentration en charges libres, nous avons simplement ajouté du KCl en concentration croissante, tout en restant sous la limite de solubilité. On observe qu'augmenter la concentration de charges libres dans une boue entraîne une diminution conjointe de la viscosité et de la résistivité. Cependant, la corrélation entre résistivité et viscosité n'est pas une droite comme précédemment (fig. 45), ce qui suggère que les paramètres k et λ de l'équation (27) dépendent non seulement du gradient de vitesse mais également de la composition de la boue.

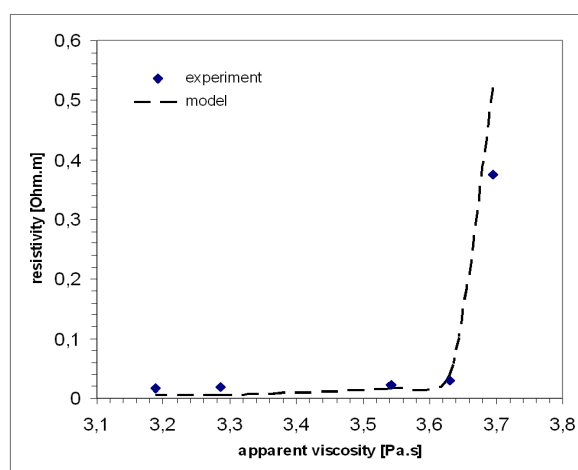


Figure 45: Evolution de la résistivité en fonction de la viscosité apparente pour une boue pâteuse dont la composition en charges libres a été modifiée par l'ajout de KCl. La ligne continue représente le modèle de l'équation (25) avec les paramètres : $n=0.78E-03$; $m=3.70$; $R^2=0.99$

En considérant l'évolution de la résistivité en fonction du ratio $\frac{\rho}{\eta}$, qui représente la concentration des espèces ioniques dans les électrolytes, on obtient une relation linéaire (fig. 46), ce qui implique une nouvelle fois une relation univoque, certes plus complexe, entre la résistivité et la viscosité :

$$\rho = m \cdot \frac{\rho}{\eta} + n \Leftrightarrow \rho = \frac{n\eta}{m - \eta} \quad \text{Équation 28}$$

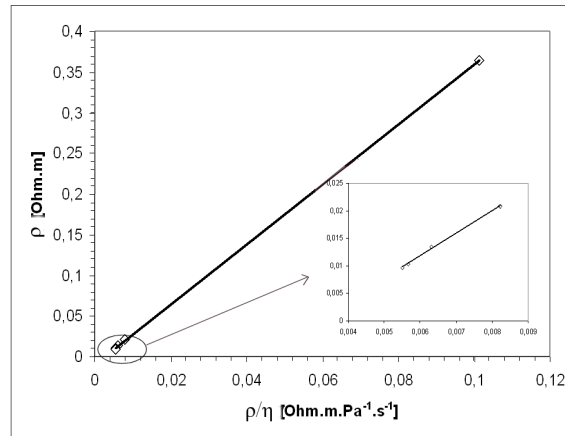


Figure 46: Relation entre la résistivité et le ratio résistivité sur viscosité pour une boue pâteuse à des concentrations en sels dissous variables.

4.3 Fermentation des boues

Les résultats précédents démontrent que (i) les mêmes mouvements moléculaires et les mêmes interactions conditionnent l'écoulement visqueux et la mobilité des charges, (ii) il existe une relation linéaire entre la viscosité et la résistivité quand la composition de la boue reste inchangée et que seule la température varie et (iii) il existe une relation linéaire entre la résistivité et le ratio résistivité/viscosité quand des charges libres sont ajoutées, toutes choses restant égales par ailleurs.

Ainsi, il apparaît logique de considérer qu'à la fois la structure et les espèces ioniques conduisent le courant et, considérant que le passage du courant à travers la structure est la résultante des charges de surface qui elles mêmes donnent une image de la structure solide et de ses interactions, il vient :

$$\rho = f(\text{charges libres; charges de surface}) = f\left(\frac{\rho}{\eta}; \eta\right)$$

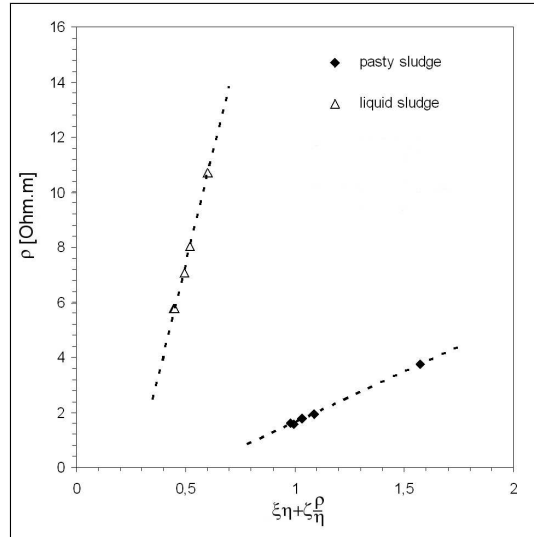


Figure 47: Evolution de la résistivité en fonction d'une combinaison linéaire de la viscosité et du ration résistivité sur viscosité. Les lignes pointillées représentent le modèle de l'équation (27) pour une boue liquide et une boue pâteuse. Les paramètres du modèle sont : : $\xi=0.1$; $\zeta=1.5$; $p=3,7$; $q=-2.05$; $R^2=0.99$ (pâteuse) and $\xi=7$; $\zeta=1.2E-03$; $p=32.1$; $q=-8.7$; $R^2=0.99$ (liquide)

Lorsque les boues fermentent, au stockage ou dans un digesteur, la concentration en sels dissous et la composition chimique évoluent : la résistivité est simplement une fonction linéaire d'une combinaison linéaire de la viscosité et du ratio résistivité/viscosité (fig. 47) :

$$\rho = p \cdot \left(\xi \cdot \eta + \zeta \cdot \frac{\rho}{\eta} \right) + q \Leftrightarrow \rho = g(\eta) \quad \text{Équation 29}$$

4.4 Conclusion

La résistivité et la viscosité apparente des boues sont directement liées lorsque la température varie ou lorsque la boue fermente. Cette variation de résistivité lorsque la boue vieillit (chimiquement) permet de contourner la variabilité intrinsèque de la composition du matériau : quels que soient leurs origines, leurs traitements, leurs compositions, les boues peuvent être différenciées seulement grâce à leurs caractéristiques rhéologiques et électriques.

De plus, grâce à la relation univoque existant entre viscosité et résistivité, la simple mesure de cette dernière, qui est rapide et non destructive, peut également permettre de suivre en continu l'évolution de la viscosité des boues pendant les phases de traitement.

La caractérisation électrique des boues résiduaire peut donc être un outil complémentaire de caractérisation des boues, permettant notamment de définir l'évolution de l'état de la structure du matériau. Cependant, à ce stade, nous ne sommes pas encore en mesure de déterminer l'évolution des paramètres de l'équation (29) en fonction de la valeur du gradient de vitesse de cisaillement, de la concentration ou de la température. Ce travail sera la prochaine étape, de manière à établir un faisceau de droites, comparativement à la figure 40, en fonction des paramètres rhéologiques des boues, et répondre à la question suivante : peut-on déterminer le gradient de vitesse critique ou le paramètre de structure grâce aux mesures de résistivité ?

4.5 Publications relatives à ce chapitre

Publications dans des revues scientifiques à comité de lecture.

Dieudé-Fauvel, E., VanDamme, H., Baudez, J.C. (2008). Improving rheological sludge characterization with electrical measurements. Soumis à *Chemical Engineering Research and Design*.

Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.C., VanDamme, H. (2007). Correlation between electrical and rheological measurements on sewage sludge. *Water Practice & Technology*, vol. 2, 1.

Baudez, J.C., Coussot, P., & Thirion, F. (2002). Rheological behaviour of pasty sewage

Communication dans des congrès avec actes

Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.C., Coussot, P., VanDamme, H., 2006. Correlation between electrical and rheological measurements on sewage sludge. Proceedings of the specialized conference “sustainable sludge management: state of the art, challenges and perspectives”, International Water Association, Moscow, Russia.

Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.C., Coussot, P., VanDamme, H., 2006. Apport couplé des propriétés rhéologiques et électriques pour l’optimisation du traitement et de la valorisation des boues résiduaires. Actes du 41^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Cherbourg, France.

Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.C., Coussot, P., VanDamme, H., 2005., Correlation between impedance and rheology measurements on sewage sludge: a preliminary study. Proceedings of the 1st International Conference on Engineering for Waste Treatment, Albi, France.

Communication dans des congrès sans actes

Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.C., Van Damme, H., 2007. Study of aging in bentonite suspensions by rheological and electrical measurements. 4th Annual European Rheology Congress, Naples, Italy.

5 Applications industrielles

Je l'ai plusieurs fois mentionné dans les chapitres précédents : mon moteur reste la demande sociétale, pour améliorer les traitements et la valorisation des boues résiduelles. Mes travaux sur la caractérisation rhéologique des boues résiduelles ont pour vocation à être utilisés dans des applications industrielles. De part l'origine même de mes travaux, il était normal que la première orientation soit dirigée vers la valorisation agricole et la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu dans la phase d'épandage. Cependant, des industriels impliqués dans l'amont de la chaîne de traitement ont été davantage demandeurs d'informations et d'avancées scientifiques que la filière agricole. Je me suis donc naturellement tourné vers eux et ai été réceptif à leurs interrogations qui rejoignent les miennes, à savoir pourquoi les boues sont si difficiles à déshydrater.

5.1 Etude du comportement de la boue sur un disque en rotation : application à l'épandage

Cette partie est le fruit du travail de thèse de Hervé Tabuteau, consacré à l'étude de fluides viscoélastiques soumis à une force centrifuge sur un disque en rotation (novembre 2001-janvier 2005). Elle est également une illustration de la transition solide-liquide des matériaux pâteux. L'objectif de cette thèse, très appliquée et tournée vers la valorisation agricole des boues, était d'étudier l'étalement de la boue sur le disque pour optimiser la répartition au champ : est-ce que la boue glisse ? Comment s'étale-t-elle ?

5.1.1 Travaux sur maquette

La première approche a été effectuée sur la base d'observations expérimentales, à partir d'essais sur maquette. Le matériau est déposé au centre du disque, moulé dans un gabarit cylindrique de dimensions telles qu'il ne se déforme pas sous son propre poids. Sa hauteur doit par conséquent être inférieure à une hauteur limite dépendant des caractéristiques du matériau, notamment le seuil de contrainte :

$$h_0 = \frac{\sqrt{3} \cdot \tau_c}{\rho g}$$

Équation 30

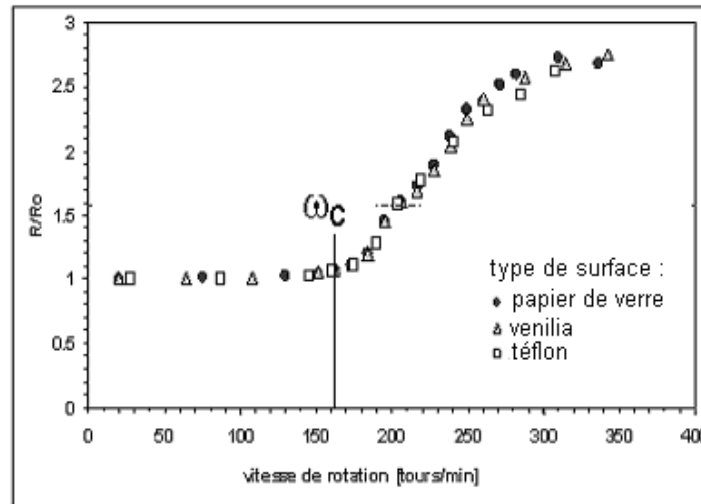


Figure 48 : Variation du rayon moyen d'étalement R , avec la vitesse de rotation, pour trois états de surface différents.

Quelque soit l'état de surface, l'échantillon se déforme de la même manière : aucun glissement n'est constaté (fig. 48). Par ailleurs, lorsqu'on fait varier les niveaux de vitesse de rotation, il n'y a pas d'évolution du rayon de l'échantillon tant que la vitesse reste inférieure à une vitesse critique ω_c (fig. 48) : l'étalement ne démarre qu'au delà de ω_c .

De plus, cette vitesse critique augmente lorsque la hauteur diminue tandis que le rayon reste constant et augmente également lorsque le rayon diminue tandis que la hauteur reste constante. Dans tous les cas, ω_c diminue continuellement avec le volume de l'échantillon (fig. 49). On a conjointement un effet de forme et un effet de volume du matériau.

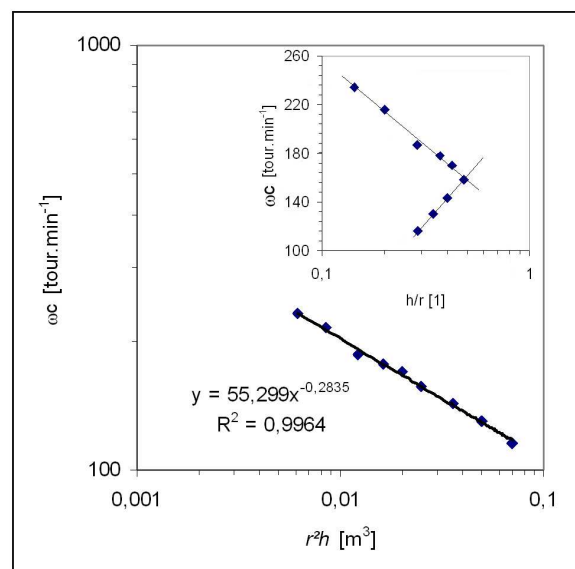


Figure 49 : Evolutions de la vitesse critique de rotation en fonction du volume et du ratio h/r de l'échantillon

Lorsque le disque est mis en rotation, le matériau commence d'abord par se déformer radialement (fig. 50) tout en restant parfaitement cylindrique tant que la vitesse de rotation est inférieure à ω_c . Dans cette gamme de vitesse, la contrainte σ exercée par la force centrifuge reste inférieure au seuil de contrainte du matériau τ_c et le matériau reste dans le régime solide :

$$\sigma = \frac{1}{2} \rho \omega^2 R^2 < \tau_c \quad \text{Équation 31}$$

Lorsque la vitesse atteint la valeur critique, le matériau commence à s'écouler localement, en tout point où la contrainte "centrifuge" égale le seuil : la hauteur de l'échantillon ne diminue plus de manière uniforme.

Expérimentalement, on observe un creusement à proximité du centre, donnant naissance à un dôme central où le matériau reste ou revient rapidement à l'état solide et à un bourrelet périphérique où le matériau est passé à l'état liquide (fig. 45) jusqu'à ce que la contrainte exercée par la force centrifuge devienne inférieure au seuil.

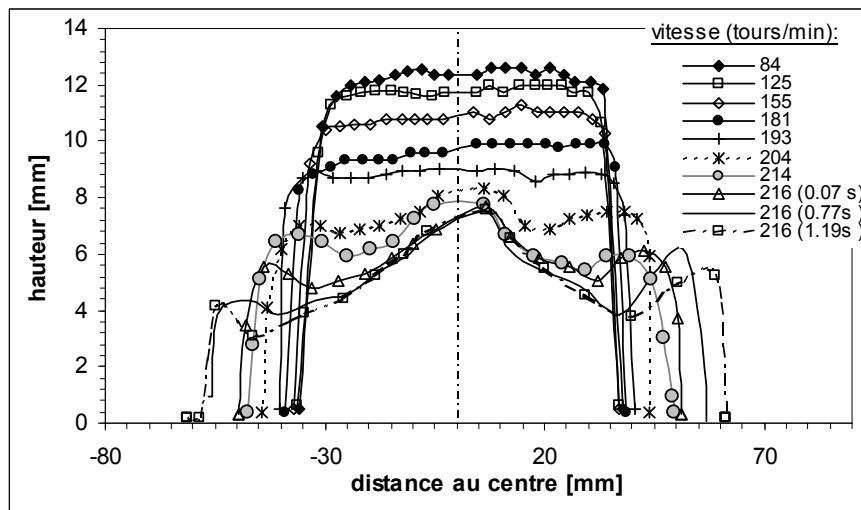


Figure 50 : Evolution du profil de l'échantillon au cours d'une rampe de vitesse suivie d'un palier. Dans cet exemple, la vitesse de rotation critique est égale à 175 tours. min⁻¹.

La modélisation mathématique d'un tel comportement est difficile à expliciter dans le cadre général, notamment à cause des effets de forme et de volume. Cependant, des cas simples peuvent néanmoins être traités d'une part dans le régime solide et d'autre part dans le régime liquide, en laissant de côté la transition entre les deux.

5.1.2 Déformation dans le régime solide

Dans le cas particulier où $H/R \gg 1$, les effets de bord peuvent être négligés (Tabuteau et al., 2007) et seule la force centrifuge intervient dans l'évolution de la déformation du matériau.

En supposant que dans le régime solide la boue peut être assimilée en toute première approximation à un solide de Kelvin-Voigt (*cette partie est chronologiquement antérieure à*

l'établissement de l'équation (20)), dont les paramètres caractéristiques sont représentés par une élasticité instantanée G et un coefficient visqueux μ , l'équation du mouvement s'écrit :

$$\mu a + G \int_0^t a dt = \rho \omega^2 \frac{r^2}{2} \quad \text{Équation 32}$$

où a représente le taux de déformation qui ne dépend que du temps et qui s'exprime également sous la forme $a = \frac{2\dot{r}}{r}$ dans le cas présent où le matériau a une forme cylindrique.

De plus, les observations expérimentales ayant montré que les variations du rayon restent faibles tant que la boue est dans le régime solide (fig. 50), il est possible, en première approximation, de substituer r à R dans le membre de droite de l'équation précédente.

Ainsi, dans le cas d'un palier de vitesse ($\omega = cte$) ou d'une rampe ($\omega = k \cdot t$), l'évolution du rayon au cours du temps s'exprime par :

$$r = R \cdot \exp \left[\frac{\rho \omega^2 R^2}{4G} \left(1 - \exp \left(-\frac{G}{\mu} t \right) \right) \right] \text{ si } \omega = cte$$

$$r = R \cdot \exp \left[\frac{\rho k^2 R^2}{4G} \left[\frac{\mu^2}{G^2} \left(1 - \exp \left(-\frac{G}{\mu} t \right) \right) + \left(t^2 - \frac{2\mu t}{G} \right) \right] \right] \text{ si } \omega = k \cdot t$$

Équation 33

Dans le cas d'un palier de vitesse, ce qui est *in fine* le cas lors des épandages (en négligeant toutefois la chute du matériau sur le disque), le matériau quitte l'état solide lorsque la vitesse de rotation dépasse la vitesse critique ω_c , à un instant fini égal à (Tabuteau et al., 2007):

$$t_c = -\frac{\mu}{G} \ln \left[1 - \left(\frac{\omega_c}{\omega} \right)^2 \right] \quad \text{Équation 34}$$

A une vitesse de rotation du disque fixée, suffisamment élevée pour que l'on puisse considérée que $\frac{\omega_c}{\omega}$ est constant, le temps critique ne dépend que des caractéristiques de la boue, qui évoluent au stockage.

Par conséquent, entre une boue fraîche et une boue stockée depuis plusieurs mois, on n'aura pas le même comportement et donc pas le même étalement qui influence directement la répartition au sol. En effet, considérons deux échantillons de boues dont le rapport $\frac{\mu}{G}$ est différent d'un facteur 10 : le temps caractéristique d'étalement sera également égal à un facteur 10. Or, si l'on considère un disque en rotation à 3000 tours par minutes et deux temps caractéristiques de 0,1 et 0,01 seconde, dans le premier cas le disque aura parcouru 5 tours avant le début de l'étalement, contre 0.5 dans le second. En supposant que l'étalement est quasi-immédiat, la direction de projection n'est pas du tout la même. La variabilité du matériau à l'intérieur de la benne est un des facteurs pouvant expliquer les problèmes de répartition, ce qui fait écho à la nécessité de pouvoir caractériser rapidement le matériau, sur site, de manière à régler au mieux les épandeurs.

5.1.3 Ecoulement dans le régime liquide

Dans ce paragraphe, nous nous focaliserons uniquement sur le cas particulier où $H/R \ll 1$ et nous supposons que l'écoulement est essentiellement radial. Pour illustrer ce cas de figure, la motte de boue est tombée de l'épandeur sur la table et s'est étalée sous l'action conjuguée de l'accélération gravitaire et de ses caractéristiques rhéologiques.

L'équation du mouvement peut s'écrire :

$$-\rho\omega^2 r = -\frac{\partial p}{\partial r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \quad \text{Équation 35}$$

Connaissant la distribution de pression à l'intérieur de l'échantillon, $p = p_0 + \rho g(h(r) - z)$, la distribution de contrainte dans le fluide s'écrit :

$$\tau_{rz} = \left(\rho\omega^2 r - \rho g \frac{\partial h}{\partial r} \right) (h - z) \quad \text{Équation 36}$$

Dans le cas spécifique d'un échantillon cylindrique avec une surface supérieure plane, $\frac{\partial h}{\partial r} = 0$, l'écoulement débute lorsque la contrainte périphérique (maximale) dépasse le seuil de contrainte, c'est-à-dire pour une vitesse de rotation égale à :

$$\omega_c = \sqrt{\frac{\tau_c}{\rho R H}} \quad \text{Équation 37}$$

Dans ce cas de figure, le seuil de contrainte se mesure facilement, au slump test (Baudez et al., 2002) et il est donc possible, moyennant un prélèvement représentatif du volume chargé dans l'épandeur de déterminer la vitesse de rotation critique, si l'on est en mesure de chiffrer les dimensions de l'échantillon qui tombe sur le disque à chaque instant.

En pratique toutefois, les disques tournent à des vitesses bien supérieures aux vitesses critiques déterminées sur maquettes, de l'ordre de la centaine de radians par seconde : l'étalement a donc toujours lieu. Le problème de la répartition au champ serait donc davantage du soit à un débit irrégulier en sortie de benne, soit à la projection de mottes de forme et de poids hétérogènes ayant des propriétés balistiques très disparates.

A travers cette thèse, j'ai essayé d'enclencher une dynamique scientifique complémentaire des essais et travaux appliqués (sur la machine, indépendamment du matériau) que mes collègues développent. Force est de reconnaître que les constructeurs n'ont pas été très intéressés par ces travaux, sans doute encore trop éloignés de leurs problématiques actuelles. Il faudrait, à l'instar des épandages d'engrais minéraux, que les normes relatives aux épandages soient plus drastiques pour que ces constructeurs aient un quelconque intérêt à perfectionner leur matériel, ce qui n'est pas le cas aujourd'hui. Ce volet de mes activités est donc pour l'instant entre parenthèses car il ne répond pas aux attentes sociétales du moment. La demande émane plus des professionnels du traitement des boues vers lesquels je me suis tourné.

5.2 Comparaison de traitements

Ce paragraphe résume brièvement une étude réalisée pour la Saur et démontre que la rhéologie peut être un outil d'optimisation de traitement des boues. Du fait de la confidentialité des travaux, les résultats présentés seront succincts et limités aux seules données autorisées.

Le procédé MyCET® est un procédé de réduction du volume des boues à la source : des mycéliums sont ajoutés à la boue pour dégrader la matière organique et rendre la boue plus facile à déshydrater. L'étude commandée par la Saur consistait à quantifier ces gains, par l'utilisation entre autre de la rhéologie.

Par des mesures de fluage successives, j'ai d'abord démontré qu'à concentration égale, avant et après traitement, la boue est effectivement plus fluide (fig. 51) : pour une même contrainte appliquée, la vitesse de rotation du mobile diffère. Dans le cas de la boue brute, avant traitement, le régime liquide n'est pas atteint : les floccs se reforment et on observe un arrêt progressif de l'écoulement, tandis que dans le cas de la boue traitée, à la sortie du réacteur, la boue tend à s'écouler en régime permanent.

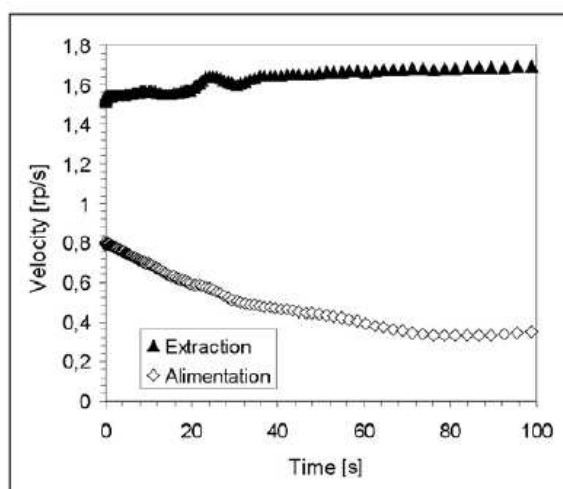


Figure 51 : Evolution de la vitesse de cisaillement d'une même boue, avant et après traitement mycélien, et soumise à la même contrainte.

La méthode de reconstruction a également montré que la boue traitée s'écoule plus facilement : pour une même vitesse initiale du mobile, la zone effectivement cisailée est beaucoup plus importante pour la boue traitée que la boue brute et la décroissance de la vitesse dans la zone de restructuration est beaucoup plus lente. Concrètement, cela signifie qu'on diminue, après traitement, le volume des zones mortes non brassées dans les bassins d'aération et qu'on limite également les dépôts dans les canalisations : du point de vue énergétique, le procédé permet de substantielles économies car les équipements (comme les pompes) sont plus performants compte-tenu des propriétés physiques du matériau traité.

Parallèlement, une analyse chimique a montré une diminution significative de la teneur en azote des boues, ce qui aboutit à la conclusion que le cocktail mycélien dégrade les protéines, expliquant d'une part la meilleure déshydratabilité des effluents traités et d'autre part la meilleure fluidité de la boue : le traitement mycélien s'attaque aux macromolécules protéiques qu'il hydrolyse. Le matériau perd son aspect gélifié pour un aspect plus "boueux".

Ce travail avec la Saur m'a permis de démontrer que la rhéologie pouvait être un instrument de contrôle des procédés mais aussi un instrument de compréhension des mécanismes mis en jeu. J'espère désormais convaincre les autres acteurs que sont Suez et Veolia que la rhéologie peut les aider à améliorer les traitements, notamment la méthanisation, qui revient au goût du jour, avec l'envolée des prix du pétrole.

5.3 La déshydratation des boues

Ce thème est, à mes yeux mais aussi pour beaucoup d'industriels, le plus important en ce qui concerne la gestion et le devenir des boues. En effet, quelque soit la filière de valorisation retenue, qu'elle soit agricole ou énergétique, la déshydratation est le centre névralgique pour conformer le matériau aux spécifications requises. Pour mieux comprendre les freins mécaniques et physico-chimiques à la déshydratation des boues, j'encadre depuis novembre 2007 la thèse de Mickael Raynaud sur le sujet : je présenterai donc ici davantage des pistes de réflexion que des résultats.

L'objectif de cette thèse est de comprendre pourquoi certaines boues se déshydratent mieux que d'autres : quels sont les facteurs qui affectent la déshydratation ? Ces travaux vont se dérouler en deux temps. La première partie, en cours, sera d'abord consacrée à la compréhension des mécanismes de déshydratation, en cellule de filtration-compression, de manière à intégrer une composante rhéologique dans les modèles habituellement utilisés afin de prendre en compte les phénomènes de relaxation et de restructuration. La seconde partie, dans les mois à venir, sera consacrée à la comparaison de plusieurs boues, de manière à isoler deux groupes, l'un se déshydratant bien, l'autre se déshydratant mal, pour chercher les points communs à l'intérieur d'un même groupe et les différences entre les deux groupes.

5.3.1 Les mécanismes de la déshydratation

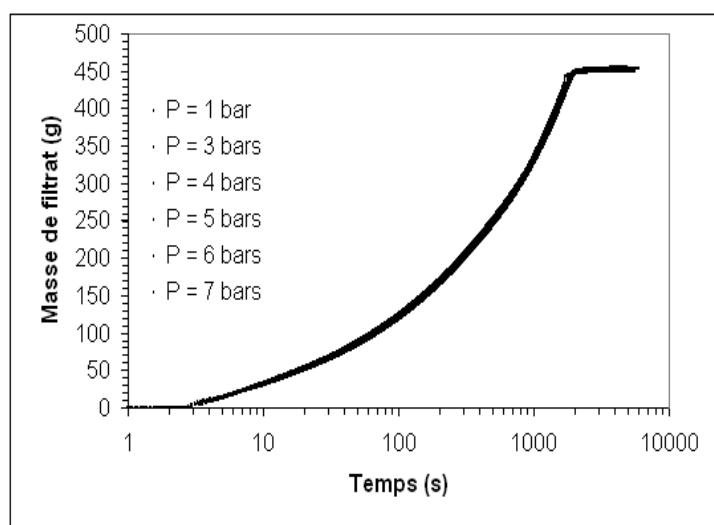


Figure 52 : Evolution de la masse de filtrat recueillie au cours de la phase de filtration pour des pressions croissantes

La déshydratation mécanique suit théoriquement deux phases successives : une filtration et une compression que l'on étudie généralement avec une cellule de filtration-compression. Les performances de la déshydratation sont principalement déterminées par les propriétés du gâteau, notamment la résistance spécifique de filtration et le coefficient de compressibilité.

Les premiers résultats de la thèse montrent que la phase de filtration est indépendante de la pression appliquée : quelle que soit cette dernière, la cinétique de filtration reste la même (fig. 52).

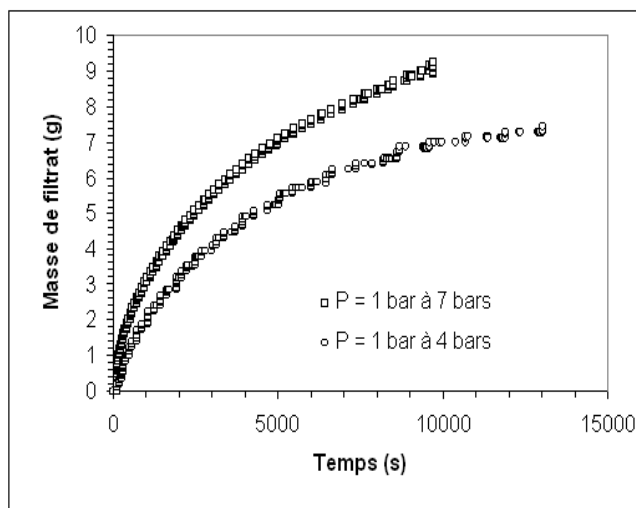


Figure 53 : Evolution de la quantité de filtrat en phase de compression pour deux paliers de pression différents

Dès l'entrée en phase de compression, la cinétique de déshydratation devient dépendante de la pression. En effet, si l'on fait brutalement varier la pression pendant la phase de compression, on s'aperçoit que la quantité de filtrat recueilli dépend non seulement de l'intensité de la pression appliquée (fig. 53) mais aussi de l'histoire du matériau (fig. 54). En début de compression, le matériau est au repos et sous contrainte, il se réorganise lentement. Plus la réorganisation aura été longue, moins la boue sera sensible au saut de pression car sa structure sera plus à même de supporter cette variation : un phénomène similaire à l'écrouissage se produit pendant la compression. On extrait donc d'autant moins d'eau que la boue a eu le temps de se restructurer.

Ainsi, la porosité moyenne du gâteau en phase de compression dépend non seulement de la pression appliquée mais également de l'histoire de la boue (comme un temps de relaxation). Il faut donc coupler les caractéristiques rhéologiques et leurs évolutions – dont le paramètre de structure – avec la loi de Darcy pour modéliser le débit de déshydratation en cellule de filtration-compression.

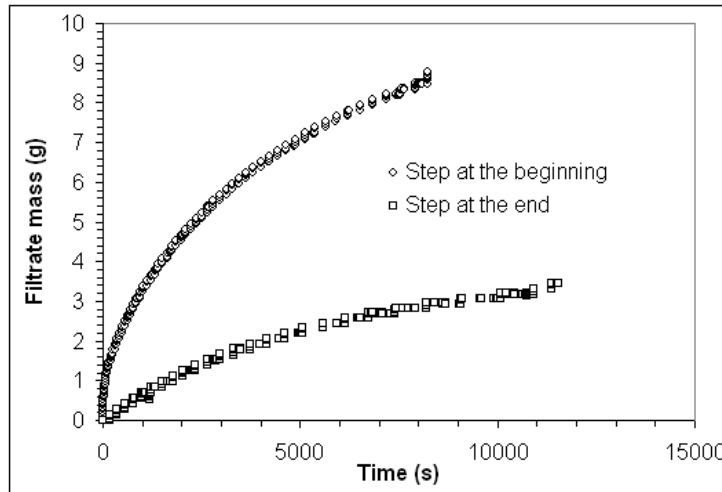


Figure 54 : Evolution de la quantité de filtrat recueilli en phase de compression, pour une même pression appliquée après deux durées de restructuration différentes

Si l'on considère la théorie de la consolidation de Terzaghi, les contraintes totales appliquées au complexe solide-liquide se décomposent en une contrainte effective, transmise par le réseau solide, et une pression neutre, transmise par le liquide interstitiel.

Lorsqu'on applique une pression constante par l'intermédiaire de la cellule de filtration-compression sur le gâteau de boue, cette surcharge ponctuelle est encaissée en partie par la phase solide et en partie par l'eau interstitielle (augmentation de la pression liquide) : sous l'effet de cette augmentation de pression, un écoulement transitoire prend naissance. Il y a drainage de l'eau et augmentation progressive de la contrainte effective, d'où '*tassement*' par réduction de la porosité et récupération de l'eau.

Par ailleurs, en tenant compte des phénomènes de relaxation que l'on considère inclut dans le paramètre de structure défini au chapitre 3, la relation entre la contrainte de compression et la diminution de volume se définit par :

$$-\frac{dV}{V} = \frac{1}{G(\phi)} \cdot \frac{S(t, \tau)}{S_0} \cdot d\tau$$

En supposant incompressibles l'eau et les éléments solides de la boue, cette variation de volume est entièrement due à la variation de la porosité :

$$dV = dV_{pores}$$

La porosité totale se définit par :

$$\omega = \frac{V_p}{V_s + V_p} \Rightarrow d\omega = (1 - \omega) \frac{dV}{V}$$

Par conséquent, nous pouvons écrire que :

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} = (1 - \omega) \cdot \frac{1}{G(\phi)} \cdot \frac{S(t, \tau)}{S_0} \cdot \frac{\partial p}{\partial t} \quad \text{avec} \quad d\tau = -dp \quad \text{où } p \text{ représente la pression du liquide interstitiel.}$$

De fait, à partir de l'équation de continuité et de la loi de Darcy, il vient :

$$\operatorname{div}\left(\overline{\overline{K}} \cdot \overrightarrow{\operatorname{grad} p}\right)=\rho g(1-\omega) \alpha \frac{\partial p}{\partial t}+\rho g q$$

Équation 38

$$\text{avec } \alpha=\frac{1}{G(\phi)} \cdot \frac{S(t, \tau)}{S_0}$$

où $\overline{\overline{K}}$ représente le tenseur de perméabilité et q le débit prélevé. Si l'on considère que la perméabilité est isotrope et constante (ce qui reste à démontrer), l'équation (38) s'écrit :

$$q=\frac{K}{\rho g} \nabla^2 p-(1-\omega) \alpha \frac{\partial p}{\partial t}$$

Équation 39

Dans le cas d'un écoulement unidirectionnel, l'équation (39) devient :

$$\Rightarrow q=\frac{K}{\rho g} \frac{\partial^2 p}{\partial z^2}-(1-\omega) \alpha \frac{\partial p}{\partial t}$$

Équation 40

Pour résoudre cette équation, il faut connaître le profil de pression l'intérieur du gâteau et la variation de pression au cours du temps. Cette détermination va se faire en plaçant des capteurs de pression le long de la cellule de filtration-compression pour mesurer localement la pression instantanée et à la surface du gâteau pour mesurer les variations temporelles de la pression liquide.

5.3.2 Détermination des facteurs limitant la déshydratation

Cette partie du travail consistera à comparer des boues *apparemment* similaires, c'est-à-dire provenant de stations d'épuration fonctionnant sur le même principe et équipées des mêmes outils de déshydratation. Idéalement, ces stations seront implantées sur la même commune (comme par exemple à Tarbes ou à Calais où de fortes différences existent entre les stations) pour déterminer les différences et les similitudes entre chaque boue.

5.4 Conclusion

Les applications industrielles de mes travaux sur la rhéologie des boues sont variées mais demandent néanmoins encore beaucoup de travail. Elles sont susceptibles d'intéresser en amont les traiteurs d'eau et en aval les professionnels de la valorisation, qu'elle soit énergétique ou agricole. Cependant, il faut prioriser les tâches et il me semble que le principal nœud reste la déshydratation. En effet, optimiser la déshydratation, c'est réduire les volumes, améliorer la structure du matériau (et donc simplifier les opérations de reprise) ou encore augmenter le PCI. C'est également déterminer les éléments constitutifs de la boue qui pénalisent les rendements de déshydratation et donc orienter les traitements en amont pour les dégrader ou les éliminer. C'est, je pense, la direction à privilégier actuellement et sur laquelle il faut concentrer temps, énergie et communications.

5.5 Publications relatives à ce chapitre

Publications dans des revues scientifiques à comité de lecture.

Tabuteau, H., Baudez, J. C., Chateau, X., & Coussot, P. (2007). Flow of a yield stress fluid over a rotating surface. *Rheologica Acta*, 46(3), 341-355.

Tabuteau, H., Coussot, P., Baudez, J.C. (2006). A new approach to the thixotropic behaviour of sewage sludge. *Journal of Residuals Science & Technology*, Vol. 3, No. 4, 233-240.

Baudez, J.C., Ayol, A., & Coussot, P. (2004). Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids. *Journal of Environmental Management*, 72(3), 181-188.

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Coussot, P. (2003). La rhéologie au service de l'amélioration des épandages de boues résiduaires pâteuses : résultats d'expérience sur maquette. *Ingénieries E.A.T.*, n° spécial Technologies pour les agrosystèmes durables, 33-46

Baudez, J.C., Chabot, F., & Coussot, P. (2002). Rheological interpretation of the slump test. *Applied Rheology*, 12(3), 133-141.

Communication dans des congrès avec actes

Raynaud, M., Heritier, P., Baudez, J.C., Vaxelaire, J., 2008. Activated sludge dewatering in filtration compression cell: deviations in comparison to classical theory. European Conference on Sludge Management, Liège, Belgique.

Baudez, J.C., Fleury, S., 2005. MyCET® : a fluid but less hydrophilic sludge. Proceedings of the 1st International Conference on Engineering for Waste Treatment, Albi, France.

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Coussot, P., 2004. Etude expérimentale de l'écoulement de produits viscoélastiques sur un disque en rotation. Actes du 39^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Mulhouse, France.

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Coussot, P., 2003. Caractéristiques du glissement des boues de STEP. Actes du 38^{ème} congrès du Groupe Français de Rhéologie, Brest, France.

Communication dans des congrès sans actes

Tabuteau, H., Baudez, J.C., Coussot, P., 2005. Spin-coating of yield stress fluids. 2nd Annual European Rheology Conference, Grenoble, France.

Synthèse et conclusion

Bien qu'apparentée à un déchet, la boue est un matériau valorisable pour lequel les professionnels de l'épuration ont besoin de connaissances scientifiques, et notamment rhéologiques, pour optimiser les procédés de traitement et de valorisation. Ils ont également besoin de connaissances spécifiques à leurs besoins et à leurs matériaux qui sont extrêmement variables.

Mes travaux ont toutefois montré que malgré cette variabilité, on pouvait extraire des caractéristiques communes. En effet, toutes les boues, dès qu'elles ne sédimentent plus, sont des fluides à seuil, présentant une dualité de comportement solide-liquide. Le comportement rhéologique dans les régimes liquide et solide peut se modéliser par une loi unique, faisant intervenir un paramètre de structure, un coefficient d'élasticité et une fonction de viscosité aboutissant, en régime permanent, à une loi de puissance tronquée les paramètres dépendent de la concentration et de la dimension fractale des floes.

Cependant, la quantification des paramètres rhéologiques dépend de l'histoire de la boue, notamment son état de restructuration, de sa composition initiale et de son degré de fermentation. Il n'est donc pas possible d'établir une corrélation directe entre des paramètres macroscopiques, comme la concentration solide, et les caractéristiques rhéologiques. Pour contourner la variabilité intrinsèque des boues, l'approche électrique, et notamment les propriétés diélectriques, semblent pertinentes dans la mesure où elles sont rapides, non destructives, utilisables in-situ et présentent une relation univoque avec la viscosité. Le couplage des mesures électriques et rhéologiques apporte plusieurs réponses aux demandes industrielles : elle permet d'abord de différencier les boues entre elles et ensuite de suivre en ligne les évolutions du matériau en phase de traitement.

Pour faire progresser les recherches sur les boues résiduelles, notamment pour le traitement et la valorisation, le couplage rhéologie-électricité démontre que la pluridisciplinarité est à développer. Les premières réflexions sur la déshydratation le montrent : plus qu'une succession d'essais, il faut introduire dans les modèles des paramètres faisant référence à l'histoire de la boue, sa cinétique de restructuration et il faut aussi étudier plus en détail, du point de vue chimique, voire peut-être microbiologique, la composition de la boue. Cette approche pluridisciplinaire permettra à terme de différencier les matériaux facilement et difficilement déshydratables, et d'orienter les traitements amont pour dégrader autant que faire se peut les composés entravant la déshydratation.

Au-delà de la seule déshydratation, cette approche est également un tremplin, certes à développer, pour optimiser le traitement des boues, de l'entrée dans la filière jusqu'à l'aire de stockage. Cependant, de même que Rome ne s'est pas construite en un seul jour, tout reste à construire : seules les bases scientifiques ont été établies. Il faut maintenant consolider l'édifice.

En 10 ans de recherches sur les boues au Cemagref, depuis le démarrage de ma thèse, je me suis efforcé de construire des relations et partenariats avec les universitaires et les industriels pour répondre aux demandes sociétales. Aujourd'hui, ces 10 années sont synonymes de trois

thèses soutenues et d'une quatrième en cours et d'une quarantaine d'articles et de communications dans des congrès. Je pense pouvoir écrire aujourd'hui que la rhéologie des boues est devenue une activité de recherche à part entière dans le paysage scientifique, tant au Cemagref qu'à l'extérieur.

En effet, je suis désormais régulièrement sollicité par des revues scientifiques pour être *reviewer* d'articles (une moyenne de 4 par an, pour des revues telles que Water Research, Journal of Rheology, Enzyme and Microbial Technology, Journal of Environmental Engineering, ou Process Biochemistry). Depuis quelque temps, je participe également plusieurs comités scientifiques et d'organisation de congrès en France (GFR 07, Ecotech 07) et à l'étranger (ECSM 08, IWA 09), ainsi qu'à des jurys de thèse.

Il me reste désormais à convaincre, financièrement et techniquement, les industriels que le Cemagref peut être un partenaire de premier plan pour les aider à résoudre leurs problèmes liés à la gestion et au traitement des boues résiduaires urbaines et ouvrir de nouvelles pistes. Outre la déshydratation et la valorisation agricole, qu'il faut mettre en avant auprès des constructeurs d'épandeurs, la valorisation énergétique est une voie sérieuse à explorer. Je pense notamment à l'optimisation de la digestion anaérobie, pour laquelle actuellement seules les cinétiques chimiques sont prises en compte : la rhéologie des boues, fortement évolutive dans ce contexte, n'est pas encore intégrée. Par ailleurs, le couplage avec d'autres disciplines, notamment chimiques, est à développer, par l'intermédiaire de collaborations externes, pour faire le lien entre la composition des boues et leur comportement mécanique. Vaste chantier...

Bibliographie

AFNOR NF U44-041 juillet (1985). Matières fertilisantes. Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines.

Amirtharajah, A., O'Melia, C.R., (1990). Coagulation processes : destabilisation, mixing and flocculation. In : Pntius, F.W. (Ed.), *Water Quality and Treatment. A Handbook of Community Water Supplies*. McGraw-Hill, New-York.

ASAE Standards, (1999). Norme S358.2 de l'American Society of Agricultural Engineers. St-Joseph, Michigan.

Bache, D.H., Johnson, C., McGilligan, J.F., Rasool, E., (1997). A conceptual view of floc structure in the sweep floc domain. *Water Sci. Technol.*, 36 (4), 49-56.

Baravian, C., (2006). Effets inertiels en rhéométrie instationnaire. *Rhéologie*, 9, 11-21.

Baudez, J.-C. (2001). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduelles pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. *Sciences de l'Environnement*. Paris, Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts: 235p.

Biggs, C.A., Lant, P.A., (2000). Activated sludge flocculation: on-line determination of floc size and the effect of shear. *Water Res.*, 34, 2542-2550.

Boller, M., Blaser, S., (1998). Particles under stress. *Water Sci. Technol.*, 37 (10), 9-29.

Derikx, P. J. L., H. C. Willers and P. J. W. Ten Have (1994). "Effect of pH on the behaviour of volatile compounds in organic manures during dry-matter determination." *Bioresource Technology* 49(1): 41-45.

Green, H., Weltman, H., N., (1943). Thixotropic behaviour of oils. *Ind. Eng. Chem. Anal.*, 15, 424-249.

Guibaud, G., P. Dollet, N. Tixier, C. Dagot and M. Baudu (2003). "Characterization of the evolution of activated sludges using rheological measurements." *Process Biochemistry*.

Jorand, F., F. Zartarian, F. Thomas, J. C. Block, J. Y. Bottero, G. Villemin, V. Urbain and J. Manem (1995). Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs. *Water Research* 29(7 SU -): 1639-1647.

Lolito, V., L. Spinosa, G. Mininni and R. Antonacci (1997). The rheology of sewage sludge at different steps of treatment. *Water Science and Technology* 36(11): 79-85.

Mewis, J., Spaul, A. J. B., (1976). Rheology of concentrated dispersions. *Adv. Colloid Interface Sci.*, 6, 173-200.

Moeller, G. and L. G. Torres (1997). Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 61: 207-211.

Nielsen, P. H., B. Frolund and K. Keiding (1996). Changes in the composition of extracellular polymeric substances in activated sludge during anaerobic storage. *Applied Microbiology and Biotechnology* 44: 823-830.

Sozanski, M. M., E. S. Kempa, K. Grocholski and J. Bien (1997). The rheological experiment in sludge properties research. *Water Science and Technology* 36(11): 69-78.

Tixier, N., G. Guibaud and M. Baudu (2003). Towards a rheological parameter for activated sludge bulking characterisation. *Enzyme and Microbial Technology* 33: 292-298.

Vesilind, P. A. (1994). The role of water in sludge dewatering. *Water Environment Research* 66(1): 4-11.

Yen, P. S. and D. J. Lee (2001). Errors in bound water measurements using centrifugal settling method. *Water Research* 35(16): 4004-4009.