



**HAL**  
open science

# Couplage de caractérisations mécanique et physico-chimique en vue d'analyser les limites de la déshydratation des boues résiduaires urbaines

Martine Raynaud

► **To cite this version:**

Martine Raynaud. Couplage de caractérisations mécanique et physico-chimique en vue d'analyser les limites de la déshydratation des boues résiduaires urbaines. Sciences de l'environnement. Doctorat Génie des Procédés, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2010. Français. NNT : . tel-02594092

**HAL Id: tel-02594092**

**<https://hal.inrae.fr/tel-02594092>**

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.

**THÈSE**

présentée à

**L'UNIVERSITÉ DE PAU ET DES PAYS DE L'ADOUR**

**ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES EXACTES ET DE LEURS APPLICATIONS**

par

**Mickaël RAYNAUD**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR**

Spécialité :

**GENIE DES PROCÉDES**

---

**COUPLAGE DE CARACTERISATIONS MECANIQUE ET  
PHYSICO-CHIMIQUE EN VUE D'ANALYSER LES LIMITES  
DE LA DESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES**

---

*Soutenu le 15 octobre 2010*

Devant la Commission d'examen formée de :

Mme. A. LEONARD	Professeur, Université de Liège	Rapporteur
M. C. DAGOT	Professeur, ENSIL, Limoges	Rapporteur
M. P. CEZAC	Professeur, Université de Pau et des Pays de l'Adour	Président
M. J. VAXELAIRE	Maître de conférences, Université de Pau et des Pays de l'Adour	Directeur
M. J-C. BAUDEZ	Ingénieur de l'Agriculture et de l'Environnement, Cemagref, Montoldre	Co-directeur
M. C. DOUSSET	Responsable procédés, Andritz, Châteauroux	Examineur





**COUPLAGE DE CARACTERISATIONS MECANIQUE ET  
PHYSICO-CHIMIQUE EN VUE D'ANALYSER LES LIMITES  
DE LA DESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES**

Cette thèse a été réalisée grâce à un co-financement de l'ADEME et du Cemagref

**A D E M E**





*A Firsty,*

*"Sans imagination il ne pourrait y avoir création"*

*Albert Jacquard*



# Remerciements

Ce travail n'aurait pu si bien aboutir sans le soutien et l'aide de nombreuses personnes, pour lesquelles il est difficile de retranscrire en quelques lignes l'ensemble de mes ressentis.

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus sincères remerciements à Jean Vaxelaire qui m'a accordé sa confiance et incité à poursuivre dans la voie de la recherche par la réalisation d'un doctorat. Tout le savoir faire que tu as pu me transmettre restera pour moi une référence.

Je remercie aussi Jean-Christophe Baudez pour avoir co-dirigé ces travaux et su être à l'écoute de mes interminables questions. Promis, tu n'entendras plus le bruit de mes pas à travers ce long couloir et te dire : "excuse-moi de te déranger...!"

J'adresse aussi mes remerciements à Angélique Léonard et Christophe Dagot pour avoir accepté de rapporter ce mémoire et pour la pertinence de leurs remarques, ainsi qu'à Pierre Cézac pour avoir bien voulu présider le jury.

Merci à Christian Dousset, responsable procédés de la société Andritz, pour avoir apporté un regard appliqué à ces travaux de thèse.

Merci à l'ADEME et au Cemagref pour avoir co-financé cette étude et à ce dernier pour m'avoir accueilli.

Merci à Marlène Dresch et Etienne Merlin de l'ADEME pour avoir participé au suivi de ces travaux.

Cette thèse n'aurait pas abouti sans les compétences techniques, l'aide et la disponibilité de Philippe Héritier. Je te remercie infiniment pour toutes ces discussions animées autour d'un tableau blanc qui ont su apporter une richesse supplémentaire à ces travaux. Face à un souci technique, je ne pourrai oublier ta fameuse réplique qui restera pour moi gravée : "il n'y a pas de mauvais outils, il n'y a que des mauvais utilisateurs !" Je retiendrai également cette complicité qui a pu naître au cours de ces trois ans et qui j'espère ne cessera à l'avenir...

Un grand merci également à Emilie Dieudé-Fauvel qu'il est facile de déranger et toujours à l'écoute lorsque l'on éprouve le besoin d'échanger à propos du moindre souci technique mais aussi relationnel.

Je tiens également à remercier Guy Brenon et à Henri Chérasse pour leur aide cruciale lors de la conception de la CFC et pour les modifications mécaniques en tous genres.

Merci à Jean-Claude Mégnién et Jean-Christophe Roux qui ont été présents pour m'aider à récupérer ce magnifique matériau odorant à la station lorsque j'étais indisponible suite à différents accros "physiques" extra-professionnels.

Merci aussi à Sandra, stagiaire motivée et impliquée sans qui il aurait été difficile de conclure ces travaux de thèse.

Je tiens à remercier : Thomas, toujours prêt à m'écouter pour résoudre des dilemmes syntaxiques ; Anne-Laure et Mylène pour leur soutien moral et leurs encouragements.

C'est non sans une certaine émotion que je tiens vraiment à vous exprimer toute ma gratitude et sympathie à vous deux, J-C et Vivien. Vous avez su m'apporter joie et bonne humeur à travers de nombreuses soirées inoubliables, se terminant toujours par d'interminables discussions où nous avons refait le monde une bonne centaine de fois... Je n'aurais sans doute jamais mangé d'aussi bons petits plats auvergnats sans toi J-C et appris autant d'expressions bourbonnaises sans ta présence Vivien... J'espère que l'on aura l'occasion de poursuivre à nouveau ces belles soirées au "19 rue de l'île de France" ; merci à toi Denis !

J'aimerais également remercier l'ensemble du personnel avec qui j'ai passé d'agréables moments à travers de nombreuses discussions autour d'un bon gâteau (ou de rillettes) à la pause café.

Enfin, last but not least. Merci à mes parents de m'avoir fait confiance et poussé à poursuivre dans cette voie, même si ça n'a pas été toujours facile. Mais comme tu me le disais si bien ma p'tite mère : "on n'a jamais rien sans rien ; j'ai confiance en toi !" Merci à toi ma petite sœur, tout simplement pour tous ces magnifiques moments passés auprès de toi. Et promis, "quand j'ai des vacances je pars !" Un grand merci à toi Léa pour m'avoir soutenu et aussi supporté lors de cette dernière ligne droite. Merci aussi d'avoir accepté de passer quelques moments avec un fantôme rythmé par : "boulot, traversée de cours (oui y'a pas de métro !), dodo!" Sans oublier non plus, ces agréables moments passés à tes côtés à travers nos petites balades dans l'Auvergne, nécessaires à un bien être personnel.

## Résumé

Dans le contexte social, économique et environnemental actuel, la gestion des boues résiduelles, dont la production ne fait que croître, est une préoccupation majeure. La réduction de leur volume par une amélioration de la déshydratation mécanique est l'étape principale pour réduire leur coût d'élimination. Classiquement, la recherche d'une optimisation de la déshydratation des boues résiduelles est abordée par le développement des procédés mécaniques ou encore par la mise au point de conditionnement physico-chimiques de plus en plus performants. Cependant, avant tout, il semble opportun de mieux connaître le matériau, ses spécificités et les raisons intrinsèques pour lesquelles il demeure difficile à déshydrater.

Dans cet objectif, les principaux paramètres mécaniques et physico-chimiques qui limitent l'aptitude des boues à être déshydratées mécaniquement ont été mis en avant, grâce à une approche expérimentale.

Des expériences de déshydratation en Cellule de Filtration-Compression ont d'abord été menées en modifiant les paramètres de fonctionnement opératoires, notamment la pression appliquée, afin de rechercher les conditions expérimentales favorables à une amélioration de la déshydratation des boues, essentiellement sur la phase de compression. A travers cette étude, l'existence d'une fine couche de gâteau de boue compacte et assez peu perméable a été mise en évidence. Des effets de relaxation du matériau, induit en partie par des phénomènes osmotiques, semblent également largement s'opposer à la compression et limitent ainsi l'aptitude de la boue à être déshydratée.

Dans un second temps, l'étude de l'association d'une caractérisation physico-chimique des boues à des essais de déshydratation a permis la mise en évidence du rôle majeur des EPS mais également des propriétés de surface des floes sur la structure des boues et par conséquent sur leur comportement en déshydratation. Le suivi de l'impact de la teneur en sel monovalent, du pH ou encore du vieillissement sur la structure des floes a été étudié. La solubilisation des EPS couplée à une réduction des forces de répulsions électrostatiques tend à améliorer la déshydratation que ce soit en termes de cinétique et de siccité finale.

**Mots-clés :** Cellule de Filtration-Compression, compression, boues urbaines, effet osmotique, EPS, propriétés de surface

## **Abstract**

According to the current social economical and environmental context, sewage sludge production is increasing and their management is of major concern. The improvement of the mechanical devices used to achieve the volume reduction of this waste is a significant step to reduce the cost of treatment. The development of mechanical processes and the adjustment of the sludge physico-chemical conditioning are usually studied to optimise sludge dewatering. However, it is necessary to well describe specificities and intrinsic factors of this material to highlight the reason why it is hard to dewater.

To reach this goal, an experimental approach have been set up to study the main mechanical and physico-chemical parameters of sludge and point out their impact on the ability of the sludge to be dewatered.

Dewatering experiments were carried out in a Filtration-Compression Cell by varying operating parameters such as the applied pressure. Suitable operating conditions were determined in order to improve sludge dewatering, namely during the expression stage. Through this study, the development of a dense and low permeable layer of cake at the interface cake/filter medium was underlined. Relaxation phenomena, induced in part by osmotic effects, also seem to resist against compression and to limit sludge dewaterability.

Secondly, the major role of EPS and surface flocs properties on sludge structure during dewatering was highlighted by combining physico-chemical characterisation of sludge with dewatering tests. We especially focused on the effects of salt content, pH and also of sludge aging on the floc structure. This study indicated that both the release of EPS to the bulk solution and reducing of electrostatic interactions tend to improve the sludge dewatering in terms of kinetic and also of final dry matter content.

**Key-words:** Filtration Compression-Cell, expression, municipal sludge, osmotic effect, EPS, surface properties

# Sommaire

<b>Remerciements</b> .....	7
<b>Résumé</b> .....	9
<b>Abstract</b> .....	10
<b>Sommaire</b> .....	11
<b>Nomenclature</b> .....	15
<b>Introduction</b> .....	19
<b>Chapitre I</b> .....	23
<b>Les boues résiduaires urbaines : de la production à la caractérisation</b> .....	23
I.1. PRODUCTION DES BOUES RESIDUAIRES.....	25
I.1.1. Procédés d'assainissement des eaux urbaines .....	25
<i>I.1.1.1. Le prétraitement</i> .....	26
<i>I.1.1.2. Le traitement primaire</i> .....	27
<i>I.1.1.3. Le traitement secondaire</i> .....	27
I.1.2. Procédés de traitement des boues .....	28
<i>I.1.2.1. L'épaississement</i> .....	30
<i>I.1.2.2. La stabilisation</i> .....	30
<i>I.1.2.3. Conditionnement et déshydratation des boues</i> .....	30
I.1.3. Filières d'élimination et de valorisation des boues .....	31
<i>I.1.3.1. La valorisation agricole</i> .....	31
<i>I.1.3.2. L'incinération des boues</i> .....	32
<i>I.1.3.3. Mise en Centre d'Enfouissement des Déchets (CSD)</i> .....	33
I.2. CARACTERISATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES.....	33
I.2.1. Composition des boues .....	33
<i>I.2.1.1. Teneur en eau</i> .....	34
<i>I.2.1.2. Les matières solides</i> .....	35
I.2.2. Structure de la boue .....	36
<i>I.2.2.1. Les floccs de boues</i> .....	36
<i>I.2.2.2. Structure des floccs</i> .....	37
<i>I.2.2.3. Les différentes interactions</i> .....	39
I.3. CARACTERISATION DES BOUES EN RELATION AVEC LEUR APTITUDE A LA DESHYDRATATION .....	42
I.3.1. Caractérisation physico-chimique.....	42
I.3.2. Critères d'aptitude à la déshydratation .....	44
I.3.3. Conclusion .....	44
BIBLIOGRAPHIE .....	46

<b>Chapitre II .....</b>	<b>51</b>
<b>Déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines.....</b>	<b>51</b>
II.1. ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE .....	53
II.1.1. Principaux appareils de déshydratation mécanique.....	53
<i>II.1.1.1. Les filtres à bandes .....</i>	<i>53</i>
<i>I.1.1.2. Les décanteuses-centrifugeuses .....</i>	<i>54</i>
<i>I.1.1.3. Les filtres à plateaux.....</i>	<i>55</i>
<i>I.1.1.4. Choix d'une technique de déshydratation mécanique des boues urbaines .....</i>	<i>57</i>
II.1.2. Caractérisation de la déshydratation mécanique en Cellule de Filtration-Compression (CFC).....	58
<i>III.1.2.1. Principe de la filtration-compression.....</i>	<i>58</i>
<i>II.1.2.2. Théorie de la filtration.....</i>	<i>60</i>
<i>II.1.2.3. Transition filtration/compression.....</i>	<i>66</i>
<i>II.1.2.4. Compression.....</i>	<i>69</i>
II.2. MATERIELS ET METHODES .....	75
II.2.1. La Cellule de Filtration-Compression (CFC) .....	75
II.2.2. Préparation des échantillons de boues .....	77
II.3. IMPACT DES PARAMETRES OPERATOIRES SUR LA CINETIQUE DE DESHYDRATATION EN CFC .....	80
II.3.1. Influence de la quantité initiale de boue à déshydrater .....	80
II.3.2. Influence de la concentration initiale en matière solide .....	83
II.3.3. Influence de la pression appliquée.....	85
<i>II.3.3.1. Protocole expérimental.....</i>	<i>85</i>
<i>II.3.3.2. Résultats et discussion.....</i>	<i>87</i>
II.3.4. Conclusion.....	99
II.4. EFFET DE LA FINE COUCHE DE GATEAU SUR LA CINETIQUE DE DESHYDRATATION EN CFC .....	100
II.4.1. Préparation des échantillons de boue.....	100
II.4.2. Mise en évidence de la fine couche .....	101
II.4.3. Influence de la fine couche sur la compression .....	105
II.4.4. Conclusion .....	106
II.5. PHENOMENE DE RELAXATION DES BOUES EN COMPRESSION .....	108
II.5.1. Principe de l'effet osmotique.....	109
II.5.2. L'effet osmotique dans les boues .....	109
II.5.3. Protocole expérimental .....	110
<i>II.5.3.1. Suivi de la remontée du piston.....</i>	<i>110</i>
<i>II.5.3.2. Impact des paramètres expérimentaux .....</i>	<i>111</i>
II.5.4. Impact de la pression initiale .....	111
II.5.5. Impact du temps de déshydratation .....	115

II.5.6. Effet de la teneur en sel monovalent .....	117
II.5.7. Relation avec la couche dense de gâteau.....	118
II.5.8. Conclusion.....	119
CONCLUSION.....	120
BIBLIOGRAPHIE.....	122
<b>Chapitre III.....</b>	<b>127</b>
<b>Caractérisation physico-chimique des boues en lien avec leur comportement en déshydratation .....</b>	<b>127</b>
III.1. ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE .....	129
III.1.1 Le rôle des EPS .....	129
<i>III.1.1.1. Origine .....</i>	<i>129</i>
<i>III.1.1.2. Composition .....</i>	<i>131</i>
<i>III.1.1.3. Rôle des EPS sur la structure des floccs.....</i>	<i>132</i>
<i>III.1.1.4. Influence des EPS sur la déshydratabilité.....</i>	<i>133</i>
<i>III.1.1.5. Extraction des EPS.....</i>	<i>135</i>
<i>III.1.1.6. Propriétés de surface des floccs en lien avec les EPS.....</i>	<i>137</i>
III.1.2. Rôle des cations.....	143
<i>III.1.2.1. Mécanismes de floculation.....</i>	<i>143</i>
<i>III.1.2.2. Effet des cations sur la stabilité et la déshydratabilité des floccs de boues .</i>	<i>144</i>
III.1.3. Influence du pH.....	146
<i>III.1.3.1. Rôle du pH sur la structure des floccs .....</i>	<i>146</i>
<i>III.1.3.2. Rôle du pH sur la déshydratabilité des boues.....</i>	<i>147</i>
III.1.4. Influence de l'âge des boues .....	148
II.2. MATERIELS ET METHODES .....	150
II.2.1. Préparation des échantillons de boue.....	150
II.2.2. Méthodes analytiques de caractérisation physico-chimique .....	150
<i>II.2.2.1. Mesure de la turbidité.....</i>	<i>150</i>
<i>II.2.2.2. Mesure de la teneur en charges de surface négatives par titration colloïdale .....</i>	<i>152</i>
<i>II.2.2.3. Mesure du caractère hydrophobe de la suspension de boue.....</i>	<i>153</i>
<i>II.2.2.4. Extraction et dosage des EPS.....</i>	<i>154</i>
II.2.3. Suivi de la déshydratation en Cellule de Filtration-Compression .....	161
III.3. INFLUENCE DE LA TENEUR EN NaCl .....	162
III.3.1. Conditionnement des échantillons de boue.....	163
III.3.2. Effet du NaCl sur la structure des floccs de boues .....	163
III.3.3. Influence de la teneur en NaCl sur la déshydratation.....	167
<i>III.3.3.1. Etude de la déshydratation en phase de filtration .....</i>	<i>168</i>
<i>III.3.3.2. Etude de la déshydratation en phase de compression.....</i>	<i>169</i>
III.4. INFLUENCE DU PH .....	173
III.4.1. Conditionnement des échantillons de boue.....	173

III.4.2. Effet du pH sur la structure des floccs de boues .....	173
III.4.3. Influence du pH sur la déshydratation.....	177
<i>III.4.2.1. Etude de la déshydratation en phase de filtration.....</i>	<i>178</i>
<i>III.4.2.2. Etude de la déshydratation en phase de compression.....</i>	<i>179</i>
III.5. INFLUENCE DE L'AGE DES BOUES .....	183
III.5.1. Effet de l'âge des boues sur la structure des floccs .....	183
III.5.2. Influence de l'âge des boues sur la déshydratation.....	189
III.6. CONCLUSION .....	192
BIBLIOGRAPHIE .....	194
<b>Conclusion et perspectives.....</b>	<b>201</b>
<b>Table des illustrations .....</b>	<b>205</b>
FIGURES .....	205
TABLEAUX .....	208
<b>Communications et articles associés à la thèse .....</b>	<b>210</b>

## Nomenclature

### Abréviations

ADN	Acide Désoxyribonucléique
ARN	Acide Ribonucléique
BATH	Bacterial Adherence To Hydrocarbons
CFC	Cellule de Filtration-Compression
CST	Temps de Succion Capillaire
DCO	Demande Chimique en Oxygène
EPS	Polymères ExoCellulaires
ERU	Eaux Résiduaire Urbaines
MES	Matières En Suspension
MS	Matières sèches
MVS	Matières Volatiles en Suspension
RSF	Résistance Spécifique à la Filtration
STEP	Station d'EpuratIon des eaux usées

### Autres

$A$	Surface de filtration ( $m^2$ )
$b$	Facteur de compressibilité (-)
$B$	Rapport de la compression secondaire sur la compression totale (-)
$c$	Rapport de quantité de gâteau déposé sur le volume de filtrat recueilli ( $kg.m^{-3}$ )
$C_e$	Coefficient de compressibilité ( $m^2.s^{-1}$ )
$e$	Epaisseur de la fine couche dense de gâteau (m)
$F$	Rapport de la compression tertiaire sur la compression totale (-)
$h$	Hauteur de gâteau (m)
$h^*$	Paramètre d'adimensionnement de la hauteur de gâteau (-)
$h_0$	Hauteur initiale de gâteau (m)
$i$	Nombre de surface filtrante (-)
$J_w$	Flux d'eau à travers une membrane semi-perméable ( $kg.m^{-2}.s^{-1}$ )

$k_w$	Perméabilité de la membrane ( $\text{s.m}^{-1}$ )
$L$	Épaisseur du gâteau à un temps de compression (m)
$L_0$	Épaisseur du gâteau en début de compression (m)
$L_\infty$	Épaisseur du gâteau au maximum de compression (m)
$m^*$	Paramètre d'adimensionnement de la masse de filtrat (-)
$m_0$	Masse initiale d'eau contenue dans le gâteau (kg)
$n$	Facteur de compressibilité (-)
$P_a$	Pression de référence (Pa)
$P_{app}$	Pression appliquée dans la Cellule de Filtration-Compression (Pa)
$P_L$	Pression liquide (Pa)
$P_S$	Pression solide ou effective (Pa)
$q$	Flux de filtrat à travers le gâteau ( $\text{m}^3.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ )
$R$	Constante universelle des gaz parfaits ( $\text{J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )
$R_c$	Résistance du gâteau ( $\text{m}^{-1}$ )
$R_m$	Résistance du média filtrant ( $\text{m}^{-1}$ )
$T$	Température du système (K)
$t$	Temps de filtration (s)
$t^*$	Paramètre d'adimensionnement du temps de filtration (-)
$t_c$	Temps de compression (s)
$t_c^*$	Temps de fin de compression (s)
$U_c$	Taux de compression (-)
$u_0$	Vitesse d'écoulement du filtrat à la sortie du gâteau ( $\text{m.s}^{-1}$ )
$V$	Volume de filtrat ( $\text{m}^3$ )
$V_m^*$	Volume molaire de l'eau ( $\text{m}^3.\text{mol}^{-1}$ )
$W_s$	Masse du gâteau de filtration sur base sèche (kg)
$x_w$	Fraction molaire de l'eau dans la solution (-)
$z$	Épaisseur du gâteau (m)

$\alpha$	Résistance spécifique du gâteau par unité d'épaisseur ( $\text{m}^{-2}$ )
$\alpha_{s_0}$	Perméabilité du gâteau non soumis à contrainte ( $\text{m}^{-2}$ )
$\beta$	Perméabilité du gâteau ( $\text{m}^2$ )
$\beta_0$	Perméabilité du gâteau non soumis à contrainte ( $\text{m}^2$ )
$\delta$	Facteur de compressibilité (-)
$\Delta P_c$	Chute de pression liquide à travers le gâteau (Pa)
$\Delta P_T$	Chute de pression à travers le gâteau (Pa)
$\varepsilon$	Porosité du gâteau (-)
$\varepsilon_{s_0}$	Porosité du gâteau de filtration non soumis à contrainte (-)
$\varepsilon_{smoy}$	Porosité moyenne du gâteau de filtration (-)
$\eta$	Constante de fluage ( $\text{s}^{-1}$ )
$\Omega$	Section du média filtrant ( $\text{m}^2$ )
$\pi$	Pression osmotique (Pa)
$\mu$	Viscosité du filtrat (Pa.s)
$\mu_w$	Potentiel chimique de l'eau ( $\text{J.mol}^{-1}$ )
$\mu_w^0$	Potentiel chimique standard de l'eau ( $\text{J.mol}^{-1}$ )
$\omega$	Volume total de solide par unité d'aire de surface filtrante ( $\text{m}^3.\text{m}^{-2}$ )



## Introduction

Dans un rapport présenté à la Commission Européenne, en application de la Directive Eaux Usées de 1991, la France a annoncé, sur la période 1992-2005, une augmentation de 26 % de la capacité des systèmes de collecte et de 72 % de la capacité des stations d'épuration. Concrètement, cela se traduit par une augmentation du volume de boues résiduaire produit, pour atteindre aujourd'hui environ 1,3 million de tonnes de matières sèches par an en France.

Face aux évolutions réglementaires, les possibilités d'élimination ou de valorisation des boues se restreignent. Les problèmes environnementaux et économiques liés à leur gestion continuent de s'amplifier. En France, depuis 2002, les boues sont essentiellement dirigées vers deux filières : la valorisation agricole, pour environ 70 % et l'incinération pour 20 % ; la mise en centre d'enfouissement technique (environ 10 %) étant réservée aux déchets ultimes qui ne sont plus susceptibles d'être valorisés dans les conditions techniques et économiques du moment.

La gestion des boues (incluant leur élimination), représente actuellement plus de la moitié des coûts de fonctionnement et d'investissement des filières de traitement. Dans ce contexte, pour les professionnels du traitement des eaux usées comme pour les collectivités locales, la priorité est de limiter les coûts d'élimination des boues résiduaire.

Une des voies est la réduction des volumes produits, qui passe inévitablement par une amélioration de la déshydratation des boues. En termes de consommation d'énergie, les appareils de déshydratation mécanique restent le moyen le plus communément employé mais aussi le plus adéquat pour atteindre cet objectif.

L'amélioration de l'étape de déshydratation se fait classiquement en intervenant sur les machines, sur les traitements (biologiques ou non) ou encore sur le choix de l'additif à utiliser lors du procédé (Neyens et Baeyens, 2003 ; Neyens *et al.*, 2004 ; Saveyn *et al.*, 2005).

Cependant, avant tout, il semble opportun de mieux connaître le matériau, ses spécificités et les raisons intrinsèques pour lesquelles il demeure difficile à déshydrater. A l'heure actuelle, il n'existe pas de consensus général quant aux éléments entravant l'obtention de rendements élevés de déshydratation.

En effet, les boues présentent d'importantes variations de composition selon leur origine ou leur âge et les traitements qu'elles ont subi peuvent amplifier ces variations, ce qui influence directement leur comportement mécanique pendant l'étape de déshydratation.

De nombreuses recherches ont ainsi été réalisées afin de mettre en évidence les liens existant entre les paramètres caractéristiques des boues avec leur aptitude à être déshydratées.

Cependant, les paramètres classiquement utilisés pour rendre compte de la déshydratabilité des boues (Temps de Succion Capillaire (CST) et de Résistance Spécifique à la Filtration (RSF) (Karr et Keinath, 1978 ; Wu et *al.*, 1982 ; Novak et *al.*, 1998 ; Mikkelsen et Keiding, 2002)) ne décrivent pas complètement le processus de déshydratation des boues. La détermination du CST doit être considérée comme une méthode de caractérisation de la floculation plutôt que comme un test représentatif de la déshydratation (Herwijn, 1996 ; Smiles, 1998). En parallèle, les mesures de RSF renseignent essentiellement sur la filtrabilité des boues et assez peu sur la compressibilité. Or, dans la plupart des procédés de déshydratation mécanique la plus grande quantité d'eau est éliminée par pressage et non par filtration (par exemple les filtres à bandes travaillent essentiellement en pressage, l'élimination de l'eau par filtration étant généralement réalisée en amont sur une table d'égouttage). Les phénomènes mis en jeu sont alors différents et les principaux tests de déshydratabilité évoqués ci-dessus prennent mal en compte ces différences. Afin de caractériser plus complètement le comportement mécanique des boues lors de leur déshydratation, des essais en Cellule de Filtration-Compression (CFC) peuvent être menés. Ce test de laboratoire est actuellement le plus représentatif des différents appareils de déshydratation mécanique ; il permet notamment d'analyser distinctement les phénomènes de filtration et de compression.

L'objectif de cette thèse est de mettre en évidence et d'analyser les principaux paramètres mécaniques et physico-chimiques des boues résiduelles limitant les performances de la déshydratation. Notre démarche vise à terme à optimiser le fonctionnement des outils de déshydratation mécanique en fonction des caractéristiques intrinsèques de la boue.

Le premier chapitre de ce manuscrit présente le contexte général de la production à l'élimination des boues résiduelles en décrivant globalement les procédés d'épuration des eaux usées et les filières d'élimination. Il s'attache également à décrire les caractéristiques principales des boues, notamment en termes de structure et de composition.

Le second chapitre du mémoire est consacré à l'étude de l'impact des paramètres opératoires classiques (concentration en matières solides, volume initial à déshydrater et pression appliquée) sur la cinétique de déshydratation des boues en CFC, en distinguant bien les deux phases que sont la filtration et la compression.

Le troisième chapitre s'attache à présenter le rôle de certains paramètres physico-chimiques importants (charges de surface, concentration et composition en EPS, hydrophobicité...) sur la structure des floccs de boue et tente d'étudier leur rôle sur leur aptitude à être déshydratés.

Enfin, nous terminerons par une conclusion générale rappelant les principaux résultats de cette étude avant d'aborder les différentes perspectives dégagées aussi bien au niveau d'une recherche industrielle qu'académique.



# **Chapitre I**

## **Les boues résiduaires urbaines : de la production à la caractérisation**



## **I.1. Production des boues résiduaires**

Les Eaux Résiduaires Urbaines (ERU) représentent les eaux souillées collectées dans les zones résidentielles, les commerces, les institutions et les industries reliés au réseau d'assainissement. Selon la nature de ce réseau (unitaire ou séparatif), les eaux pluviales et d'éventuelles eaux d'infiltration sont également incorporées dans les ERU (Tchobanoglous *et al.*, 2003). L'épuration des ERU génère inévitablement des sous-produits dont les boues constituent de loin la quantité la plus importante. La problématique de la gestion des boues résiduaires urbaines repose d'un point de vue technique sur trois points essentiels : la nature complexe de ce type de matériau, sa forte variabilité et sa mauvaise aptitude à la déshydratation mécanique. Afin de mieux appréhender ces aspects, il est important de considérer au préalable les filières de traitement des eaux usées qui ont un impact significatif sur la qualité des boues.

### **I.1.1. Procédés d'assainissement des eaux urbaines**

Le procédé de traitement des eaux usées par boues activées est le plus utilisé. Il reprend de façon industrielle l'effet "auto-épurateur" des rivières. Ce procédé permet la mise en contact dans un réacteur biologique aéré des eaux chargées d'éléments polluants avec des floccs de micro-organismes en suspension. Cette épuration consiste globalement en un transfert de la pollution organique et minérale de la phase liquide (eau) vers une phase solide (les boues) et une phase gazeuse (rejet de CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>...). Elle s'effectue au sein des stations d'épuration (STEP) dont l'organisation est généralement la suivante (Figure I. 1).

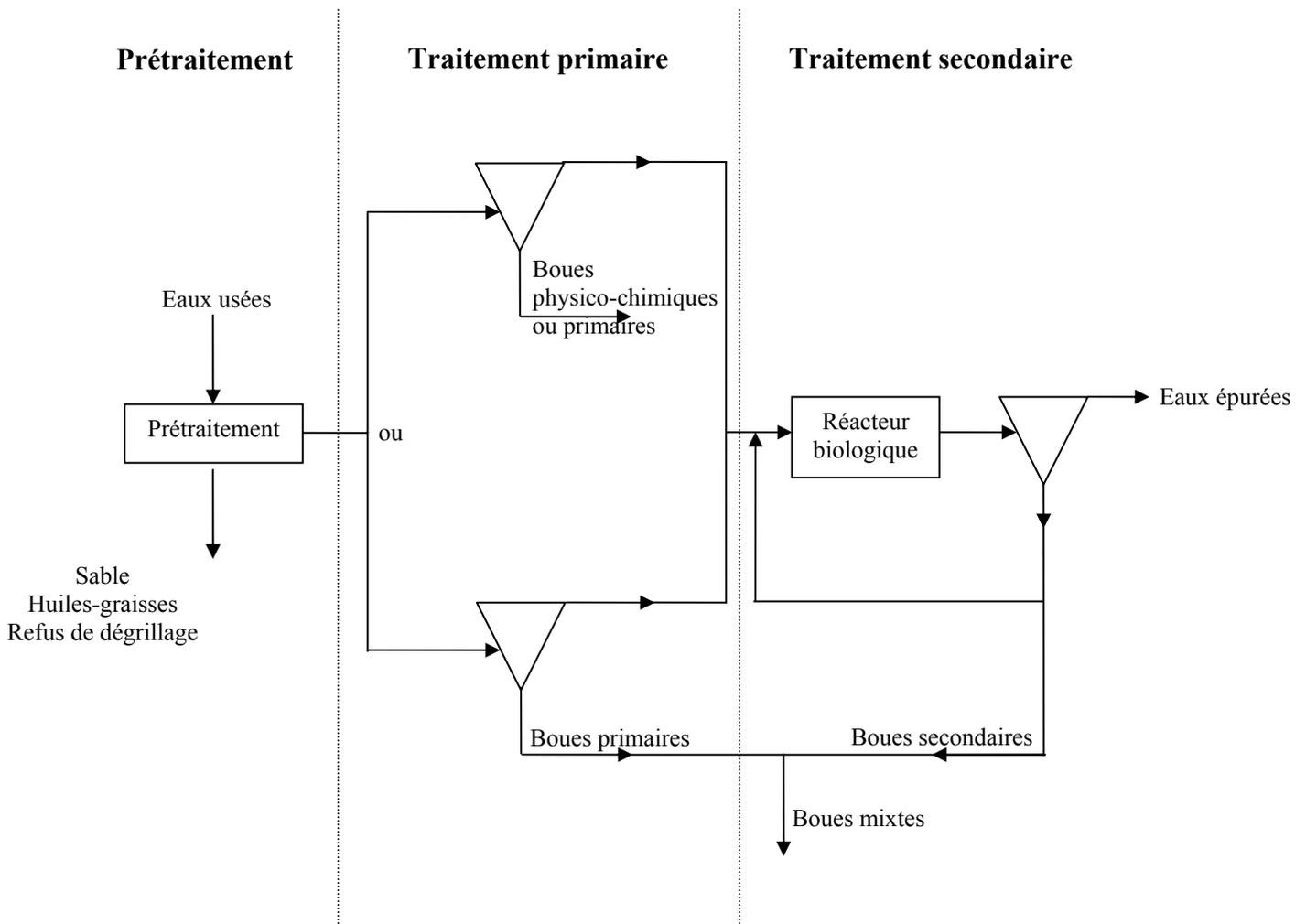


Figure I. 1 : Représentation schématique d'une station d'épuration (adaptée de Léonard, 2003)

#### 1.1.1.1. Le prétraitement

Le prétraitement, à l'entrée de la station d'épuration, a pour rôle l'élimination des éléments gênants au bon fonctionnement de l'installation. Les matières de tailles importantes (quelques centimètres) contenues dans l'eau sont tout d'abord retenues par un dégrillage ou un tamisage. Ensuite, pour éviter l'abrasion des équipements mécaniques les sables sont éliminés par décantation (dessablage) et les graisses retirées par flottation et écrémage (dégraissage). Les déchets générés par cette étape ne rejoignent pas la filière de traitement des boues, exceptées les graisses qui peuvent être injectées dans un digesteur, si la station en est équipée.

### *1.1.1.2. Le traitement primaire*

Le traitement primaire consiste à laisser décanter les particules solides en suspension (MES), de densité supérieure à celle de l'eau, puis à les récupérer par un raclage périodique du fond du bassin. Cette étape permet d'éliminer classiquement 70 % des particules en suspension et permet de réduire, ainsi, significativement la pollution à l'entrée du bassin d'aération. Les boues récupérées sont usuellement appelées boues primaires. Leur production est directement liée au contenu en matières décantables de l'eau brute et à la structure du réseau d'assainissement (unitaire ou séparatif). Les boues primaires sont très peu stabilisées et présentent une forte teneur en matière organique donc un pouvoir fermentescible très élevé. Elles peuvent donc être dirigées vers un atelier de déshydratation où elles sont souvent mélangées aux boues secondaires (digérées ou non) pour constituer les boues mixtes. Pour des raisons principalement financières, les petites stations d'épuration ne possèdent pas de décanteur primaire, les eaux usées subissent alors, après le prétraitement, l'épuration biologique dans le bassin secondaire. En entrée de la filière de déshydratation des boues, il y a dans ce cas, uniquement des boues secondaires.

### *1.1.1.3. Le traitement secondaire*

Le traitement secondaire peut se faire soit par voie physico-chimique soit par voie biologique. Celui par voie biologique est le plus souvent employé pour les ERU et vient en remplacement ou à la suite du traitement physico-chimique. Le procédé le plus répandu est celui par boues activées. Les effluents prétraités sont conduits dans un réacteur aéré où résident différentes populations de micro-organismes. Grâce à un apport d'air direct ou induit par un brassage dans le bassin d'aération, les micro-organismes en suspension vont consommer la pollution carbonée pour satisfaire leurs besoins de croissance et énergétique, en libérant majoritairement du dioxyde de carbone et de l'eau. Actuellement, le traitement de la pollution carbonée est de plus en plus complété par un traitement des pollutions azotées et phosphorées. L'élimination de l'azote peut s'effectuer par voie biologique avec alternance d'une phase d'anoxie et d'une phase aérobie. La pollution est alors transformée en azote gazeux qui est évacué dans l'atmosphère. La pollution phosphorée peut être éliminée par voie biologique (alternance de phases aérobies et anaérobies) ou par ajout de sels de fer, ou d'aluminium, qui provoquent la précipitation des phosphates (voie physico-chimique).

Au cours de cette épuration biologique, il se forme alors, dans les systèmes à cultures libres, des agrégats, communément nommés floccs bactériens. Ces suspensions de floccs bactériens (ou boues activées) ont, dans les procédés conventionnels, une teneur en matières en suspension de l'ordre de 3-4 g/L.

A l'issue du traitement biologique l'eau épurée doit être séparée des floccs bactériens. Cette étape dite de clarification de l'eau, s'effectue généralement dans un décanteur ; la biomasse, mélangée aux fractions particulières minérales et organiques non traitées, est soutirée à la base de l'ouvrage et une partie est recyclée dans le bassin d'aération. Afin de maintenir la concentration en biomasse constante dans le bassin d'aération, et du fait de la croissance bactérienne, l'autre partie des boues soutirées est extraite pour être ensuite traitée dans une filière spécifique. Ces boues biologiques, dites secondaires, sont essentiellement composées de la biomasse épuratrice (floccs bactériens) et possèdent un pouvoir fermentescible variable selon les conditions du procédé.

#### I.1.2. Procédés de traitement des boues

Les boues d'épuration sont les sous produits inévitables du processus d'élimination des matières polluantes contenues dans les eaux usées. Elles sont constituées d'éléments polluants, qui peuvent être de nature très variée selon les étapes de traitement pratiquées. Les filières mises en œuvre pour traiter ces sous-produits dépendent de la nature et de la qualité des boues. Cependant d'autres facteurs, notamment économiques, réglementaires, sociaux, sanitaires et environnementaux, doivent être pris en compte dans les choix des techniques à employer (Figure I. 2).

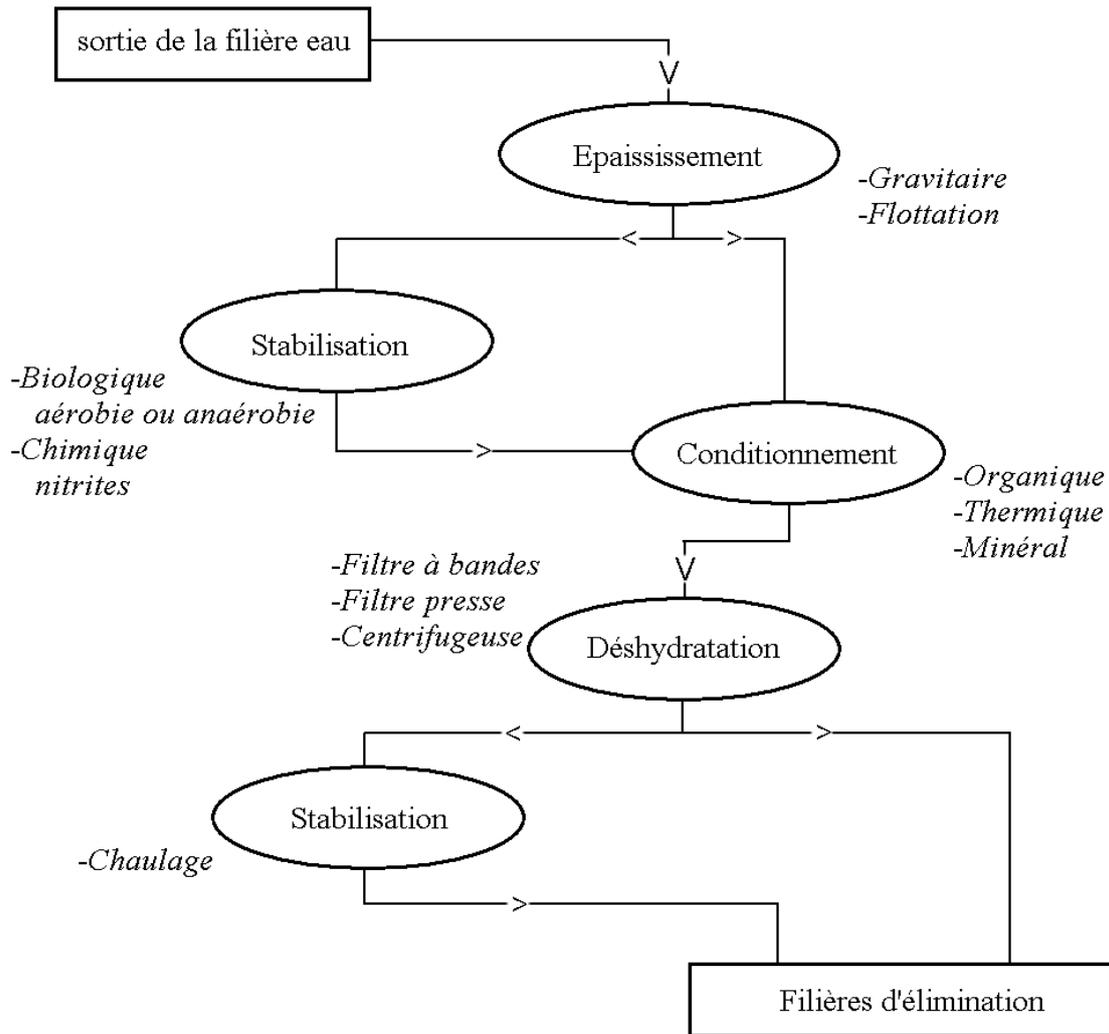


Figure I. 2 : Représentation schématique d'une filière de traitement des boues

Les filières de traitement des boues ont plusieurs finalités. En premier lieu elles ont pour but une réduction des volumes de boues produits pour permettre leur élimination à moindre impact économique et environnemental. Des étapes de stabilisation (visant à réduire les nuisances olfactives) et d'hygiénisation sont ensuite classiquement mises en oeuvre. Ainsi, le passage en revue des différentes étapes susceptibles de composer la filière boue va nous permettre de mieux cerner le matériau.

### *1.1.2.1. L'épaississement*

Cette étape consiste à réduire la teneur en eau dans les boues. L'épaississement peut être, selon le type de boue à traiter, statique (décantation) ou dynamique (flottation, égouttage ou centrifugation après conditionnement). Pour une boue activée, l'épaississement dynamique par flottation peut être envisagé car les particules en suspension sont de gros diamètre et de faible densité. Par contre, pour les boues primaires, l'épaississement statique (gravitaire) permet de concentrer la boue de deux à huit fois, en l'amenant de quelques grammes par litre à quelques dizaines de grammes par litre (OTV, 1997). L'épaississement dynamique sur table d'égouttage est quant à lui largement utilisé pour les boues urbaines. La boue est floculée avec un polymère synthétique, puis déposée sur une toile filtrante à travers laquelle l'eau est éliminée. Les siccités obtenues par égouttage sont classiquement de l'ordre de 5-6%.

### *1.1.2.2. La stabilisation*

Afin de limiter la reprise des réactions de fermentation et le développement d'odeurs nauséabondes, une étape de stabilisation peut être mise en place. Dans le même temps, la réduction du taux d'agents pathogènes contenus dans les boues permet d'assurer leur hygiénisation. L'étape de stabilisation peut être réalisée par voie biologique (digestion anaérobie, stabilisation aérobie thermophile ou compostage), chimique (chaulage) ou thermique (séchage à une siccité supérieure à 90 %) (Apeša, 2000).

### *1.1.2.3. Conditionnement et déshydratation des boues*

Préalablement à leur déshydratation mécanique, les boues doivent être conditionnées. L'ajout de floculants minéraux ou organiques (chlorure ferrique, chaux, alginates, polymères cationiques...etc.) permet la formation de floccs qui facilitent significativement la séparation des matières solides avec la phase aqueuse. Les boues sont ensuite déshydratées mécaniquement dans un filtre à bandes, un filtre à plateaux ou bien en centrifugeuse. Le filtrat récupéré est généralement recyclé en tête de station afin d'être à nouveau épuré. Les boues issues de ces procédés de déshydratation sont soit pâteuses (14-25 % de siccité), soit solides (plus de 25 % de siccité dans le cas du filtre à plateaux).

### I.1.3. Filières d'élimination et de valorisation des boues

Les principales issues pour les boues sont la valorisation agricole et l'incinération, la mise en centre d'enfouissement étant limitée en Europe aux déchets ultimes depuis 2002 (Figure I. 3).

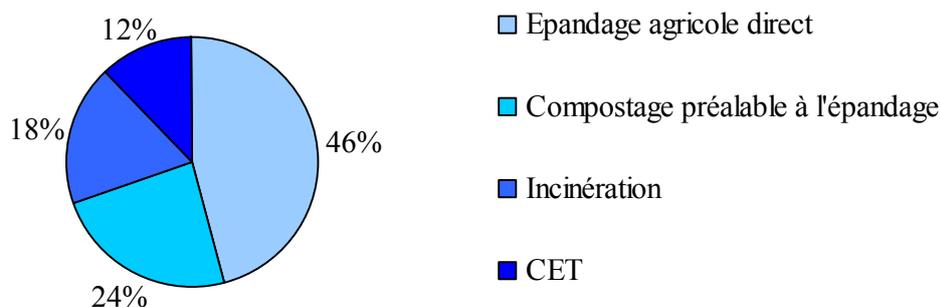


Figure I. 3 : Répartition des principales voies d'élimination des boues en 2007 (source : APCA)

#### *I.1.3.1. La valorisation agricole*

Les boues d'épuration contiennent des éléments fertilisants pour les sols (minéraux, phosphore, azote, matière organique...etc.) leur permettant d'être valorisées en agriculture. Cependant, les boues liquides sont généralement utilisées dans un périmètre restreint autour de la station d'épuration en raison du coût important lié au transport. Une déshydratation mécanique des boues présente donc un intérêt notoire en ce qui concerne l'épandage. Elle engendre notamment une réduction de la masse des boues et donc des coûts de transport jusqu'au lieu d'épandage.

### *1.1.3.2. L'incinération des boues*

On distingue l'incinération spécifique (des boues seules) et la co-incinération des boues avec les ordures ménagères.

#### ➤ L'incinération spécifique

Le principal avantage de l'incinération est la très nette réduction du volume des boues, puisqu'il ne reste au final plus que les cendres (matière minérale). Ce volume de cendres représente 5 à 15 % du volume des boues déshydratées mécaniquement (Olivier, 2003). Cependant, cette technique reste très coûteuse puisqu'elle nécessite l'apport d'une quantité importante d'énergie et d'être à proximité d'un incinérateur.

Par ailleurs, on estime pour les boues que l'auto-combustibilité est atteinte vers  $2 \text{ kJ.kg}_{\text{boues humides}}^{-1}$ . Elle peut donc être atteinte vers 25 % de siccité pour une boue secondaire et vers 35 % pour une boue digérée. L'utilisation des boues en incinération est donc idéale si elles sont suffisamment déshydratées, ce qui nécessite généralement un séchage préalable. Or une étude (Bongiovanni, 1998) montre que quelle que soit la pression de compression appliquée en déshydratation mécanique, la cinétique de séchage des boues ne varie pas. Par conséquent, il est économiquement intéressant de presser au maximum les boues urbaines avant de les sécher.

L'amélioration des performances des appareils de déshydratation mécaniques prend donc également toute son importance dans l'optique d'une élimination des boues par incinération.

#### ➤ La co-incinération

La co-incinération est certainement la filière d'élimination la plus intéressante économiquement puisque son coût de fonctionnement est plus faible que celui de l'épandage. Toutefois, cette technique nécessite la présence d'un four adapté à la co-incinération (investissement important). C'est pourquoi cette option est envisagée lorsque le volume de boue ne justifie pas la construction d'un four et qu'un incinérateur d'ordures ménagères est situé à proximité.

La capacité thermique du four doit être telle qu'elle permet l'introduction des boues (Léonard, 2003). De plus, le flux de boues ne peut pas dépasser un certain pourcentage du flux total des déchets à incinérer (10 à 20 %).

Les boues sous forme pâteuse (15 à 30 % de siccité) sont plutôt considérées comme un "fluide" de refroidissement alors que les boues de teneur en matières sèches supérieure à 60 % possèdent un pouvoir calorifique inférieur proche des ordures ménagères et font office de combustible.

### *1.1.3.3. Mise en Centre d'Enfouissement des Déchets (CSD)*

L'enfouissement n'est autorisé que sous certaines conditions, très encadrées. En effet, en France, la loi 92-646 du 13 juillet 1992 n'autorise la mise en CSD uniquement que des déchets ultimes, c'est-à-dire, selon la définition de la loi, les déchets n'étant plus susceptibles d'être traités dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de leur caractère polluant ou dangereux. Certaines boues, notamment celles chargées en métaux lourds sont considérées comme des déchets ultimes. Cependant, depuis avril 1999, le droit européen interdit l'enfouissement des boues d'épuration.

## **I.2. Caractérisation des boues résiduaires urbaines**

### I.2.1. Composition des boues

Les boues (secondaires) produites lors du traitement des eaux usées par un procédé biologique classique sont constituées principalement d'eau, de matières minérales et organiques. Plus précisément, la boue est un mélange hétérogène de particules, micro-organismes, colloïdes, polymères organiques et cations, dont la composition dépend de l'origine et de l'âge de l'échantillon (Jorand *et al*, 1995).

### *1.2.1.1. Teneur en eau*

La teneur en eau des boues varie en fonction de leur degré de traitement. Après les premiers traitements d'épaississement (par exemple l'égouttage), la teneur en eau varie entre 90 et 97 %. Les étapes de déshydratation mécanique permettent de réduire cette valeur à des taux compris entre 90 et 60 %, selon le procédé employé. Pour obtenir une boue sèche, avec une teneur en eau inférieure à 10 %, il est nécessaire de passer par un séchage thermique poussé.

D'un point de vue physico-chimique, toute l'eau contenue dans les boues ne se comporte pas de la même manière. En effet, l'eau interagit avec la matière qui l'entoure, et différentes classes d'eau peuvent être distinguées en fonction de ces interactions mises en jeu.

De nombreuses recherches ont été menées pour essayer de caractériser ces différentes catégories d'eau (Vesilind, 1994 ; Colin et Gazbar, 1995 ; Smith et Vesilind, 1995 ; Vaxelaire, 2001 ; Yen et Lee, 2001). D'une manière générale, ces multiples travaux s'accordent pour distinguer l'eau "libre" de l'eau non-libre encore appelée eau "liée". Plusieurs méthodes telles que : la dilatométrie, la calorimétrie à balayage différentielle, le séchage, la centrifugation..., ont été proposées pour différencier l'eau libre et non-libre dans les boues (Vaxelaire et Cézac, 2004). Il découle des résultats obtenus que la notion d'eau liée et les teneurs mesurées sont étroitement dépendantes de la technique employée. Après une revue complète des expériences, Vesilind (1994) propose une classification plus détaillée des différents types d'eau présents dans les boues :

➤ Eau libre

C'est la part de l'eau la plus importante dans une boue liquide, elle est non associée aux particules solides en suspension (pas d'influence de ces dernières). Elle peut être éliminée en partie par drainage, épaississement ou déshydratation mécanique.

➤ Eau interstitielle

Elle est emprisonnée dans les espaces interstitiels formés entre les floccs (inter-floc) ou retenue à l'intérieur des floccs (intra-floc), voire dans les structures de cellules microbiennes, et devenir libre suite à une destruction de ces entités (par un apport énergétique suffisant).

L'effet des interactions avec les surfaces solides n'est pas toujours très clair, mais les résultats suggèrent qu'une partie de cette eau ne se comporte pas physiquement comme de l'eau libre. Elle est également qualifiée par certains auteurs d'eau liée mécaniquement.

➤ Eau vicinale

Il s'agit de plusieurs couches de molécules d'eau liées à la surface des particules solides par des ponts hydrogène. Ces forces agissent normalement sur des faibles distances et sont très intenses près de la surface, engendrant l'apparence de molécules très structurées.

Contrairement à l'eau interstitielle qui est libre de bouger lorsque le confinement physique est éliminé, l'eau vicinale (encore appelée eau liée physiquement) continue d'adhérer à la surface.

➤ Eau d'hydratation

Elle est liée chimiquement aux particules et nécessite de très fortes dépenses en énergie pour être éliminée.

#### *1.2.1.2. Les matières solides*

La phase solide des boues présente une composition extrêmement variée. La matière organique 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 (EPS). La partie non organique est formée de matière minérale (azote, phosphore, calcium, potasse, magnésium, chaux) et d'ions métalliques à l'état d'éléments traces (cadmium, chrome, cuivre, mercure, nickel, plomb, sélénium, zinc). Les boues biologiques sont, par ailleurs, en grande partie composées de micro-organismes. La population microbienne présente dans les boues peut être extrêmement variée, et de nombreuses différences ont été observées selon leur origine (Schmid *et al.*, 2003). Par microscopie, Jorand *et al.* (1995) ont observé majoritairement des bactéries, mais également la présence de protozoaires.

A partir de souches isolées de boues activées, Jorand *et al.* (1995) ont montré que les bactéries présentes peuvent être Gram négatif aux propriétés de surface hydrophiles, ou Gram positif aux propriétés de surface hydrophobes.

## I.2.2. Structure de la boue

### *I.2.2.1. Les floccs de boues*

Les floccs de boues présentent une structure hétérogène à peine plus dense que l'eau, qui néanmoins décante naturellement. Ils résultent de l'agrégation des principaux constituants présents dans la liqueur mixte à savoir les micro-organismes, les particules inorganiques (silicates, oxydes ferriques, phosphate de calcium...), les polymères exocellulaires et les cations multivalents (Figure I. 4). Ce sont les micro-organismes qui constituent la partie principale des floccs. Les substances organiques et inorganiques ainsi que les polymères exocellulaires (EPS) jouent essentiellement un rôle d'agent de liaison et permettent aux bactéries de s'agglutiner en flocc. Les EPS assurent, d'après Urbain *et al.*, (1993), une stabilité importante au flocc. De façon plus générale, la surface des bactéries, les polymères exocellulaires (EPS) et éventuellement les particules inorganiques fournissent des sites d'adsorption négatifs, les floccs sont donc globalement chargés négativement. Grâce à leur capacité à relier les groupes chimiques chargés négativement, les cations divalents  $C^{2+}$ , comme le calcium ou le magnésium, jouent un rôle essentiel dans la structure chimique des agrégats bactériens et accentuent ainsi la stabilité des floccs.

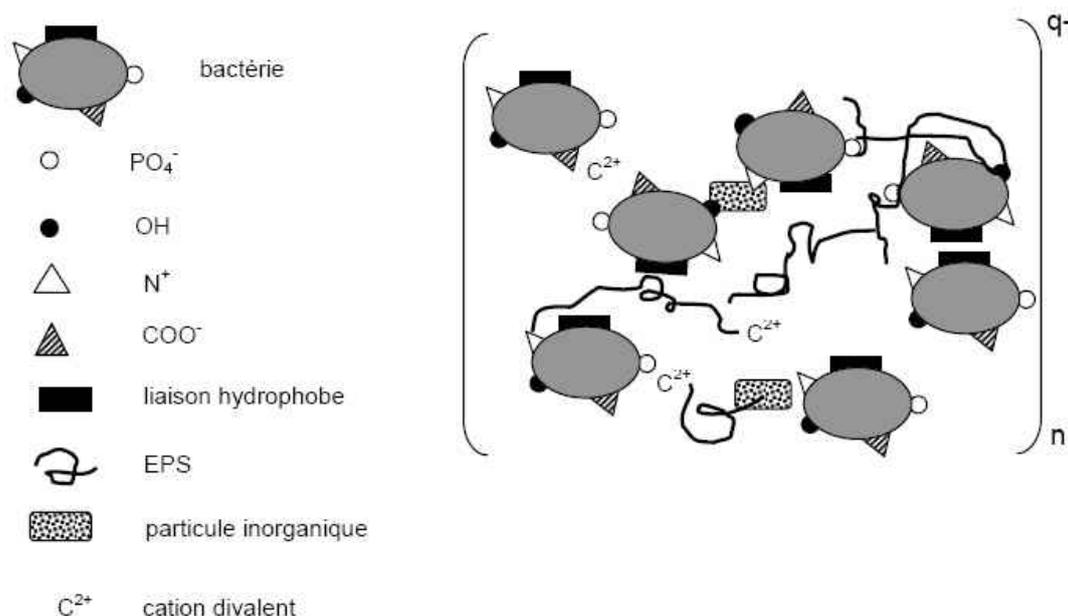


Figure I. 4 : Représentation schématique d'un floccule de boue activée (Urbain et al., 1993)

Les boues activées sont ainsi le siège de plusieurs types d'interactions entre les phases solide et liquide, telles que les liaisons hydrogène, les interactions électrostatiques et hydrophobes, etc.

#### I.2.2.2. Structure des floccs

Les floccs de boues activées présentent plusieurs "niveaux de floculation". Grâce à une étude, sur des floccs de boue activée, couplant sonication et granulométrie laser, Jorand *et al.*, (1995) observent une structure à 3 niveaux où le macrofloc principal de 125  $\mu m$  de diamètre en moyenne est composé d'agrégats de microflocs de diamètre moyen de 13  $\mu m$  eux-mêmes formés de petites particules de 2,5  $\mu m$  (Figure I. 5).

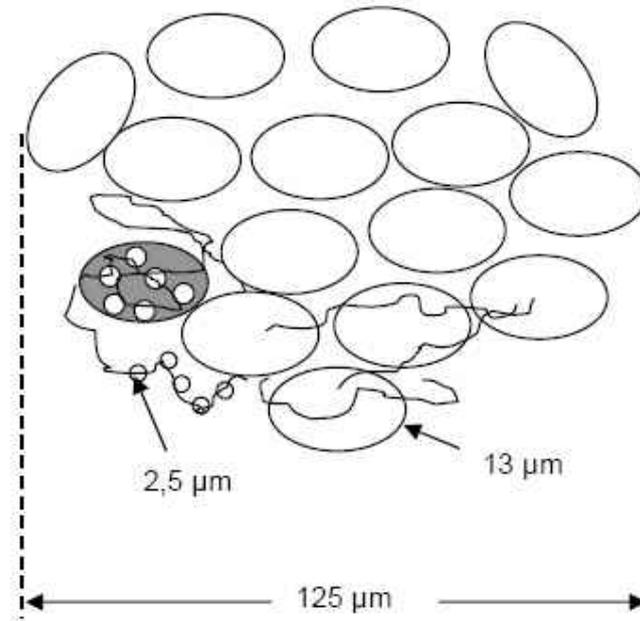


Figure I. 5 : Différentes tailles d'agrégats dans un floc de boue activée

Plusieurs auteurs ont repris cette étude en analysant la structure des floccs par des mesures de dimensions fractales (Wu *et al.*, 2002 ; Jin *et al.*, 2003 ; Schmid *et al.*, 2003 ; Wu *et al.*, 2003). Les observations de Wu *et al.*, (2002) aboutissent notamment à un modèle structural proche de celui établi par Jorand *et al.* (1995) (Figure I. 6), à savoir :

- des particules primaires,
- des particules secondaires ou micro-floccs : structure locale
- une structure tertiaire formée de particules secondaires liées entre-elles par des exopolymères : structure globale.

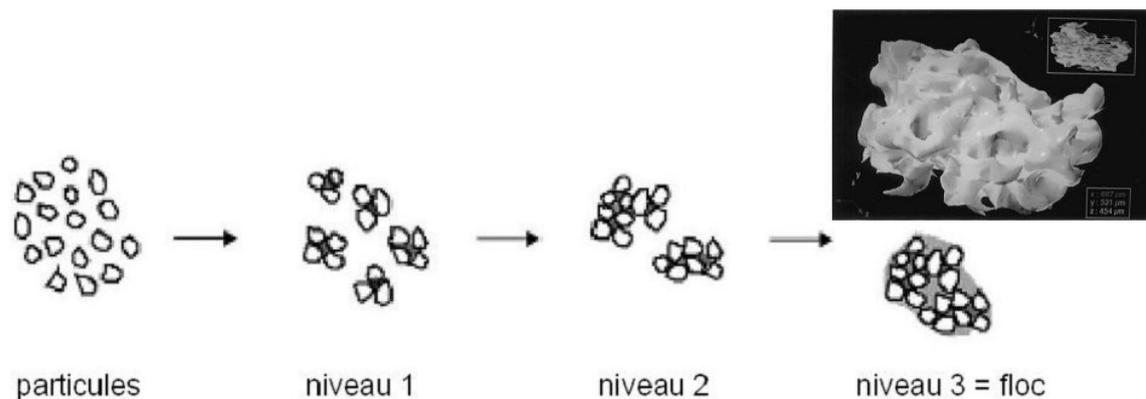


Figure I. 6 : Schéma des floccs de boue (établi à partir des données de Turchiuli et Fargues (2004) et Zartarian *et al.*, (1997))

Les différents niveaux de structuration des floccs sont le fait de la diversité des composés constituant les boues et des différents types d'interactions qui les relient.

### *1.2.2.3. Les différentes interactions*

Différents mécanismes d'agrégation, à différentes échelles, peuvent être distingués : agrégation à l'intérieur des floccs (entre les colonies microbiennes et le reste du flocc) ou entre les floccs. Ces mécanismes peuvent être corrélés à la nature de la boue, et impliquent aussi bien des exopolymères que des cellules bactériennes (Jorand *et al.*, 1995). Ces EPS jouent un rôle majeur puisqu'ils servent de lien entre les différents éléments du flocc. Par ailleurs, plusieurs types de forces interviennent dans ces mécanismes d'interaction. De nature et d'énergie différentes, elles agissent sur le comportement des boues. On distingue principalement le mouvement brownien et les forces d'interaction de type hydrodynamique (dues aux particules voisines), significatifs dans des systèmes peu concentrés.

#### ➤ Mouvement brownien et gravité

Le mouvement brownien est un mouvement incessant de particules microscopiques (inférieures au micromètre) en suspension induit par l'agitation thermique des molécules du fluide. Il est d'autant plus important que la taille des particules est petite et de ce fait devrait jouer un rôle négligeable dans l'étude menée sur les boues.

#### ➤ Forces d'interaction interparticulaires

##### *- Forces de Van der Waals*

Au sein d'une molécule, le mouvement des électrons, chargés négativement, autour du noyau, chargé positivement, engendre des forces électromagnétiques attractives : les molécules se comportent comme des dipôles électriques où les charges opposées s'attirent. L'ensemble de ces forces est communément appelé forces de Van der Waals. Elles sont additives et varient notamment avec la taille et la distance entre les particules.

### - Interactions électrostatiques

Ces interactions sont présentes dans les matériaux contenant des entités chargées : solutions d'acides, bases, sels, polyélectrolytes (polymères chargés), suspensions colloïdales avec particules chargées ou micelles. Elles font intervenir les charges de surface des particules. Ce sont des forces répulsives.

### - Théorie DLVO

Lorsque la gravité ne joue plus un rôle important, le comportement d'une suspension est contrôlé par une compétition entre les interactions attractives et répulsives. Ainsi, d'après la théorie DLVO (Derjaguin et Landau, 1941 ; Verwey et Overbeek, 1948), la force totale entre deux surfaces peut être estimée par la somme des forces de Van der Waals et des contributions électrostatiques.

Selon la valeur de la force résultante une tendance à l'agrégation ou au contraire, la stabilisation d'une suspension colloïdale, peuvent être observées.

#### ➤ Liaison hydrogène

Plus forte que la liaison de type Van der Waals, mais inférieure à la liaison covalente, la liaison hydrogène est un pont qui se crée entre un groupement de type AH (où A est un atome électronégatif), et un atome B, encore plus électronégatif. Les liaisons H peuvent être intramoléculaires ou intermoléculaires et elles peuvent avoir un rôle non négligeable dans la formation des floes de boues activées.

#### ➤ Interactions hydrophobes

Les interactions hydrophobes ont lieu entre les sites apolaires de certaines molécules (lipides ou protéines majoritairement) afin de diminuer leur surface de contact avec l'eau. Ces molécules peuvent alors se regrouper et former des structures spécifiques. L'hydrophobicité diminue avec la quantité de charges de surface des molécules (Liao *et al.*, 2001).

Du fait de ces différentes interactions, les boues constituent un milieu complexe dont la composition et la structure sont difficiles à analyser. Néanmoins, lorsque le milieu est très dilué, les interactions hydrodynamiques prédominent et la consistance des boues est directement corrélée à leur concentration solide. Par contre, quand la teneur en matière sèche augmente, la complexification du milieu est telle que la seule teneur en eau (ou en matière sèche) ne suffit plus à expliquer leur consistance. En particulier, le phénomène de floculation entraîne la formation de structures spécifiques, susceptibles d'emprisonner de l'eau ou de la lier par des interactions plus ou moins fortes, ce qui tend à modifier l'état des boues et par conséquent perturber l'étape de déshydratation.

### **I.3. Caractérisation des boues en relation avec leur aptitude à la déshydratation**

Plusieurs articles disponibles dans la littérature scientifique abordent le sujet généralement en réalisant des études statistiques, sur des boues issues de différentes stations d'épuration. Le but est généralement d'essayer de corrélérer une (ou des) caractéristique(s) physico-chimique(s) des boues avec un critère d'aptitude à la déshydratation.

#### **I.3.1. Caractérisation physico-chimique**

Les tests de caractérisation physico-chimique utilisés à travers la littérature sont nombreux et il est généralement difficile de comparer les données recueillies d'un auteur à l'autre et d'obtenir une représentation claire de la structure d'un floc de boue. Un des soucis majeurs pour la comparaison des différentes données issues de la littérature reste le manque de standardisation des méthodes d'analyse utilisées ; notamment pour les mesures de teneur et composition des EPS, d'hydrophobicité, de teneur en charges de surface et de distribution de taille des particules qui sont les paramètres de caractérisation les plus utilisés mais aussi les plus représentatifs des mécanismes de floculation. Face à cette multitude de données, quatre études ont été plus particulièrement prises en compte durant notre travail, car elles semblent être les plus significatives dans ce domaine (Tableau I. 1).

Tableau I. 1 : caractérisation physico-chimique des boues selon quatre études différentes

<b>BARBER ET VEENSTRA (1986)</b>	<b>HASHIMOTO ET HIRAOKA (1990)</b>	<b>MIKKELSEN ET KEIDING (2002A)</b>	<b>JIN ET AL., (2003, 2004) ; WILEN ET AL. (2003)</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Teneur en matières volatiles</li> <li>• Teneur en eau liée</li> <li>• Taux et longueur des filaments</li> <li>• Teneur en EPS</li> <li>• Diamètre des floes</li> <li>• Taux de particules supracolloïdales</li> <li>• Mobilité électrophorétique (potentiel zêta)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Surnageant (après centrifugation à 720g) pH conductivité</li> <li>• Surnageant (après centrifugation à 11700g) Charge de surface Teneur en EPS Viscosité relative</li> <li>• Boue Matières sèches MES Matières volatiles Taux de fibres Taux de cations (<math>Al^{3+}</math>, <math>Fe^{++}</math>) Charges de surface Viscosité Teneur en EPS Viscosité des EPS</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Teneur en matière sèche</li> <li>• Teneur en matière organique</li> <li>• Teneur en EPS</li> <li>• Distribution de tailles des particules</li> <li>• Turbidité (après centrifugation à 1000g pendant 2 min)</li> <li>• Sensibilité au cisaillement</li> <li>• Degré de dispersion (répartition entre particules colloïdales et floes)</li> <li>• Charges de surface des EPS</li> <li>• Charges de surface des boues</li> <li>• Surface spécifique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Teneur en EPS</li> <li>• Distribution de tailles des particules</li> <li>• Dimension fractale</li> <li>• Aptitude à la floculation (après destruction des floes par sonication)</li> <li>• Hydrophobicité</li> <li>• Taux de filaments (microscopie + analyse d'image)</li> <li>• Charges de surface des boues</li> <li>• Viscosité (<math>100s^{-1}</math> pendant 5 min)</li> <li>• Concentration en cations (<math>Ca^{++}</math>, <math>Na^{+}</math>, <math>K^{+}</math>, <math>Mg^{++}</math>...)</li> </ul>

### I.3.2. Critères d'aptitude à la déshydratation

Les critères principalement mesurés pour essayer d'estimer l'aptitude des boues à être déshydratées sont le temps de succion capillaire (CST) (Karr et Keinath, 1978 ; Lotito *et al.*, 1993 ; Novak *et al.*, 1998 ; Houghton *et al.*, 2001 ; Jin *et al.*, 2004), l'indice de Molhmann (Barber et Veenstra, 1986 ; Novak *et al.*, 1998 ; Jin *et al.*, 2003), la Résistance Spécifique à la Filtration (RSF) (Karr et Keinath, 1978 ; Wu *et al.*, 1982 ; Barber et Veenstra, 1986 ; Kang *et al.*, 1989 ; Novak *et al.*, 1998 ; Mikkelsen et Keiding<sup>1</sup>, 2002), la siccité en fin de filtration (Mikkelsen et Keiding<sup>1</sup>, 2002), le coefficient de compression modifié de Shirato (Ce) (Kang *et al.*, 1989), la siccité obtenue après centrifugation à 45100 g (Lajoie *et al.*, 2000).

Jin *et al.*, (2004) utilisent également la proportion eau libre/eau liée, déterminée par une méthode centrifuge, comme critère de déshydratabilité. Cependant selon Vaxelaire et Cézac (2004) la validité de la technique utilisée reste discutable et les corrélations entre la répartition eau libre/eau liée et les capacités d'une boue à être déshydratée sont loin d'être établies.

Avec une vision plus industrielle, Hashimoto et Hiraoka (1990) mesurent la siccité et l'étalement des boues après passage sur un filtre à bandes, ainsi que la quantité de solide retenue dans les bandes. Ils effectuent également dans cette étude des tests de filtration sur Büchner, des mesures de temps de succion capillaire et d'indice de Molhmann, mais ces deux derniers critères sont ici plutôt considérés comme des éléments de caractérisation de la boue que comme des critères d'aptitude à la déshydratation.

### I.3.3. Conclusion

Il est assez difficile d'avoir une analyse claire de la littérature à propos des corrélations existantes entre les caractéristiques des boues et leur aptitude à la déshydratation, du fait notamment de la diversité des méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées. De plus les phénomènes mis en jeu dans la formation des floccs et dans leur aptitude à "libérer" l'eau peuvent être divers et combinés. De nombreux auteurs ont ainsi cherché à mettre en évidence le rôle de la structure des floccs de boue sur la rétention d'eau en modifiant le conditionnement physico-chimique initial des échantillons de boue.

---

<sup>1</sup> Mesurée en cellule de filtration compression sous 1 bar

L'impact de la digestion aérobie et anaérobie (Katsiris et Kouzeli-Katsiri, 1987 ; Murthy et Novak, 1999 ; Novak *et al.*, 1999, 2001 ; Houghton *et al.*, 2000, 2001), de la teneur en cations mono et multivalents (Bruus *et al.*, 1992 ; Nielsen et Keiding, 1998 ; Sanin et Vesilind, 2000 ; Sobock et Higgins, 2002 ; Jin *et al.*, 2004), d'un traitement acide ou basique (Karr et Keinath, 1978 ; Liao *et al.*, 2002 ; Neyens *et al.*, 2003 ; Chen *et al.*, 2007 ; Shao *et al.*, 2009), d'un traitement par oxydation (Pere *et al.*, 1993 ; Kwon *et al.*, 2001) ou encore d'une action de congélation et décongélation (Wu *et al.*, 1998 ; Ömerci et Vesilind 2001) des échantillons sur la déshydratabilité couplé à une caractérisation physico-chimique des boues a classiquement été abordé. Cependant, les résultats obtenus d'un auteur à l'autre sont très hétérogènes et ne permettent que rarement la mise en évidence de corrélations évidentes entre les paramètres caractéristiques des floccs et leur aptitude à la déshydratation. De plus, les paramètres caractéristiques de déshydratabilité classiquement utilisés (CST, indice de Molhmann...) sont souvent assez peu représentatifs du comportement des boues en déshydratation mécanique ; en général ils ne prennent pas en compte la compression des boues, phase qui reste cependant une étape importante du processus de déshydratation.

## **Bibliographie**

Barber J.B., Venestra J.N. (1986) Evaluation of biological sludge properties influencing volume reduction. *Journal Water Pollution Control Federation*. 58, 149-156.

Bongiovanni J-M. (1998) Traitement des boues résiduaires par l'association en série d'une déshydratation mécanique et d'un séchage thermique. Thèse, Université de Pau et des Pays de l'Adour.

Bruus J.H., Nielsen P.H., Keiding K. (1992) On the stability of activated sludge flocs with implications to dewatering. *Water Research*, 26 (12), 1597-1604.

Colin F., and Gazbar S. (1995) Distribution of water in sludges in relation to their mechanical dewatering. *Water Research*. 29 (8), 2000-2005.

Derjaguin B.V., and Landau L. (1941) Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion on strongly charged particles in solutions of electrolytes. *Acta Physicochemistry URSS*. 14, 633-662.

Dieudé-Fauvel E. (2007) Apport couplé des propriétés rhéologiques et diélectriques pour l'optimisation du traitement secondaire et de la valorisation des boues résiduaires. Thèse. Université Pierre et Marie Curie-Paris 6.

Hashimoto M., Hiraoka M. (1990) Characteristics of sewage sludge affecting dewatering by belt press filter. *Water Science and Technology*. 22, 143-152.

Houghton J.I., Quarmby J., Stephenson T. (2000) The impact of digestion on sludge dewaterability. *Process Safety and Environmental Protection*. 78 (2), 153-159.

Houghton J.I., Quarmby J., Stephenson T. (2001) Municipal wastewater sludge dewaterability and the presence of microbial extracellular polymer. *Water Science and Technology*. 44, 373-379.

Jin B., Wilen B. M., Lant P. (2003) A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal*. 95, 221-234.

Jin B., Wilen B.M., Lant P. (2004) Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal*. 98, 115-126.

Jorand F., Zartarian F., et al. (1995) Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs. *Water Research*. 29 (7), 1639-1647.

Kang S.-M., Kishimoto M., Shioya S., Yoshida T., Suga K.-I., Taguchi H. (1989) Dewatering characteristics of activated sludge and effect of extracellular polymer. *Journal of Fermentation and Bioengineering*. 68, 117-122.

Karr P.R., Keinath T.M. (1978) Influence of particle size on sludge dewatering. *Journal Water Pollution Control Federation*. 50, 1911-1930.

Katsiris N., Kouzeli-Katseri A. (1987) Bound water content of biological sludges in relation to filtration and dewatering. *Water Research*. 21 (11), 1319-1327.

Kwon J.H., Ryu S.H., Park K.Y., Yeom I.T., Ahn K.H. (2001). Enhancement of sludge dewaterability by ozone treatment. *Journal of Chinese institute chemical engineers*, 32 (6), 555-558.

Lajoie C.A., Layton A.C., Gregory I.R., Sayler G.S., Taylor D.E., Meyers A.J. (2000) Zooglear clusters and sludge dewatering potential in an industrial activated sludge wastewater treatment plant. *Water Environment Research*. 72, 56-64.

Léonard A. (2003). Etude du séchage convectif des boues de stations d'épuration – Suivi de la texture par microtomographie à rayon X. Thèse de l'Université de Liège, Faculté des sciences appliquées, Belgique.

Liao B.Q., Allen D.G., Leppard G.G., Droppo I.G., Liss S.N. (2001) Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability. *Water Research*. 35 (2), 339-350.

Liao B.Q., Allen D.G., Leppard G.G., Droppo I.G., Liss S.N. (2002) Interparticle interactions affecting the stability of sludge flocs. *J. Colloid Interf. Sci.* 249, 372-380.

Lotito V., Mininni G., Spinosa L., Lore F. (1993) Developments in laboratory evaluation of sewage sludges dewaterability. *Water Science and Technology*. 28, 103-108.

Mikkelsen L.H., Keiding K. (2002) Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering. *Water Research*. 36, 2451-2462.

Murthy S.N., Novak J.T. (1999) Factors affecting flocs properties during aerobic digestion: implication for dewatering. *Water Environment Research*. 71 (2), 197-202.

Neyens E., Baeyens J. (2003) A review of thermal sludge pre-treatment processes to improve dewaterability. *Journal of Hazardous Materials*. 98, 51-67.

Nielsen P. H., (1998). Disintegration of activated sludge flocs in presence of sulphide. *Water Research*, 32 (2), 313-320.

Novak J.T, Muller C.D, Murthy S.N. (2001) Floc structure and the role of cations. *Water Science and Technology*. 44 (10), 209-213.

Novak J.T., Love N.G, Smith M.L., Wheeler E.R. (1998) The effect of cationic salt addition on the settling and dewatering properties of an industrial activated sludge. *Water Environment Research*. 70, 984-996.

Novak J.T., Sadler M.E., Murthy S.N. (1999) Mechanisms influencing conditioning and dewatering of aerobically and anaerobically digested biosolids. *Proc. Water Env't. Fed. 72nd Ann. Conf. (WEFTEC'99)*, New Orleans, 9-13 October.

Ö merci B., Vesilind P.A. (2001) Effect of dissolved organic material and cations of freeze-thaw conditioning of activated and alum sludges. *Water Research*. 35 (18), 4299-4306.

Olivier J. (2003). Etudes des filtres à bandes pour la déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines. Thèse. Université de Pau et des Pays de l'Adour, Energétique – Transferts et Systèmes disperses, Pau.

OTV (1997). Traiter et valoriser les boues, Aubin Imprimeurs.

Pere J., Alen R., Viikari L., Eriksson L. (1993) Characterisation and dewatering of activated sludge from the pulp and paper industry. *Water Science and Technology*. 28 (1), 193-201.

Sanin D., Vesilind P.A. (2000) Bioflocculation of activated sludge: the role of calcium ions and extracellular polymers. *Environ. Technol.* 21, 1405-1412.

Schmid M.A., Thill U., Purkhold M., Walcher J.Y., Bottero P., Ginestet P.H., Nielsen S. Wuertz and M. Wagner (2003). Characterization of activated sludge flocs by confocal laser scanning microscopy and image analysis. *Water Research*. 37 (9), 2043-2052.

Shao L., Peipei He. P., Yu G., He P. (2009) Effect of proteins, polysaccharides, and particle sizes on sludge dewaterability. *Journal of Environmental Science*. 21, 83-88.

Smith J.K., Vesilind P.A. (1995). Dilatometric measurement of bound water in waterwater sludge." *Water Research*. 29 (12), 2621-2626.

Sobeck D.C., Higgins M.J., (2002) Examination of three theories for mechanisms of cation induced bioflocculation. *Water Res.* 36 (3), 527-538.

Tchobanoglous G., Burton F.L., Stensel H.D. (2003) *Wastewater Engineering: Treatment & Reuse*. 4<sup>th</sup> ed. Wakefield, USA: Metcalf & Eddy, 1819.

Turchiuli C., Fargues C. (2004) Influence of structural properties of alum and ferric flocs on sludge dewaterability. *Chemical Engineering Journal*. 103(1-3), 123-131.

Urbain V., Block J.C., Manem J. (1993) Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach. *Water Res.* 27 (5), 829-838.

Vaxelaire J., Cézac P. (2004) Moisture distribution in activated sludges: a review. *Water Research*. 38, 2214-2249.

Vaxelaire J. (2001). Moisture sorption characteristics of waste activated sludge. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 76, 377-382.

Verwey E.J.W., Overbeek J.G. (1948) *Theory of the stability of lyophobic colloids*. Amsterdam, Elsevier.

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

Wilén B. M., Jin B., Lant P. (2003) The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties. *Water Research*. 37, 2127-2139.

Wu C.C., Huang C., et al. (1998) Bound water content and water binding strength on sludge flocs. *Water Research*. 32 (3), 900-904.

Wu Y.C., Smith Ed D., Novak R. (1982) Filterability of activated sludge in response to growth conditions. *Journal of Water Pollution Control Federation*. 54, 4446-456.

Wu R.M., Lee D. J., Waite T.D., Guan J. (2002) Multilevel structure of sludges flocs. *Journal of Colloid and Interface Science*. 252, 383-392.

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

Zartarian F., Mustin C., Villemin G., Ait-Ettager T., Thill A., Bottero J.Y., Mallet J.L., Snidaro D. (1997). Three-dimensional modeling of an activated sludge floc." *Langmuir* 13 (1): 35-40.



## **Chapitre II**

### **Déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines**



## II.1. Analyse bibliographique

### II.1.1. Principaux appareils de déshydratation mécanique

#### *II.1.1.1. Les filtres à bandes*

Avec ce type d'appareils, la boue est comprimée à travers deux toiles filtrantes qui suivent un agencement de rouleaux, au moyen desquels s'applique la pression (Figure II. 1). Ils offrent un procédé continu du traitement des boues avec un bon taux de capture des matières en suspension. Les performances des presses (ou filtres) à bandes peuvent être améliorées par l'utilisation en amont d'une table d'égouttage qui assure un épaissement préalable de la boue. Ils existent de très nombreuses configurations de filtres à bandes, qui diffèrent par le nombre de rouleaux de pressage (de 5 à plus d'une dizaine), le diamètre des rouleaux, l'intervalle entre chaque rouleau, l'enroulement des toiles autour des rouleaux et la largeur des bandes (Olivier, 2003).

Les filtres à bandes utilisés dans les STEP sont classés en trois catégories (OTV, 1997) :

- les filtres basse pression BP (environ 3-4 bar) utilisés dans les petites stations (< 10000 EH) ;
- les filtres moyenne pression (5 bar environ) ;
- les filtres haute pression (environ 7 bar).

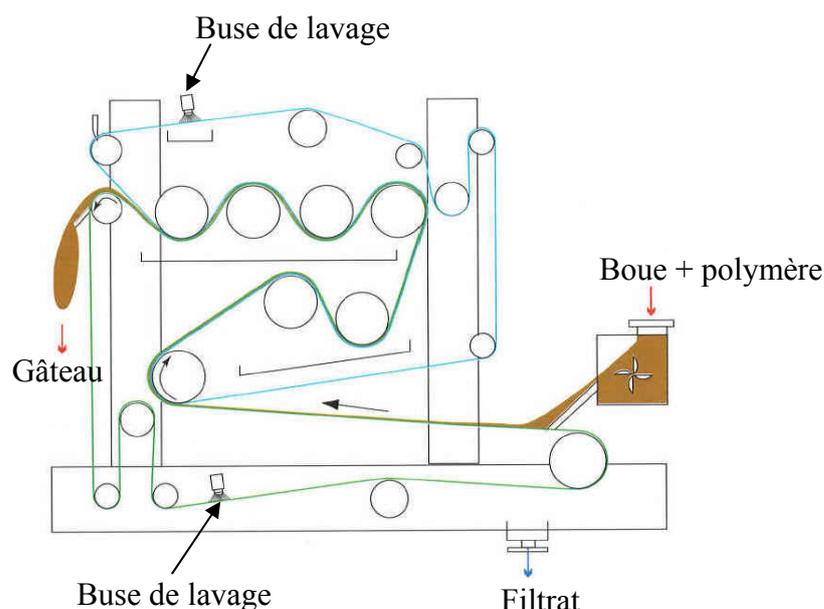


Figure II. 1 : Représentation schématique d'un filtre à bandes (OTV, 1997)

Les coûts raisonnables d'exploitation et d'investissement liés à cette technique continue de déshydratation des boues ainsi que sa facilité de mise en œuvre en font un procédé encore largement utilisé.

Son principal inconvénient réside dans la limitation de la pression appliquée. En effet, au cours de sa compression, la boue peut, si la pression est trop élevée, s'échapper par le bord des toiles. Ce phénomène appelé fluage réduit les performances du procédé. De plus, le lavage des toiles entraîne un retour d'eau important en tête de station (Olivier, 2003).

#### *1.1.1.2. Les décanteuses-centrifugeuses*

Dans ces appareils, les boues initialement conditionnées, avec des polymères synthétiques, sont placées dans un bol en rotation à grande vitesse. L'accélération (3000 à 5000 g) que subit la boue dépend d'un grand nombre de facteurs dont notamment la vitesse de rotation du bol et son rayon (de 15 à 50 cm). Les particules solides sont décantées puis comprimées en périphérie, sur les parois du bol. Un principe de vis sans fin évacue la phase solide du côté opposé au liquide (Figure II. 2). Ce type de procédé permet aussi une déshydratation en continu des boues, et nécessite en principe moins de surveillance que le filtre à bandes lors de son fonctionnement. Il est généralement admis que les centrifugeuses permettent d'atteindre des siccités de 4 à 5 points supérieures au filtre à bandes. De plus, leur compacité et leur aspect totalement capoté en font un procédé attrayant et largement répandu en France à l'heure actuelle.

Par ailleurs, la grande sophistication de ces appareils rend plus délicat leur entretien et nécessite une main d'œuvre plus qualifiée en cas de dysfonctionnement. Les centrifugeuses sont aussi très sensibles à l'usure que peut entraîner la présence de sable et au bourrage qu'entraînent les filasses. Il est donc nécessaire de réaliser un bon conditionnement des boues en amont.

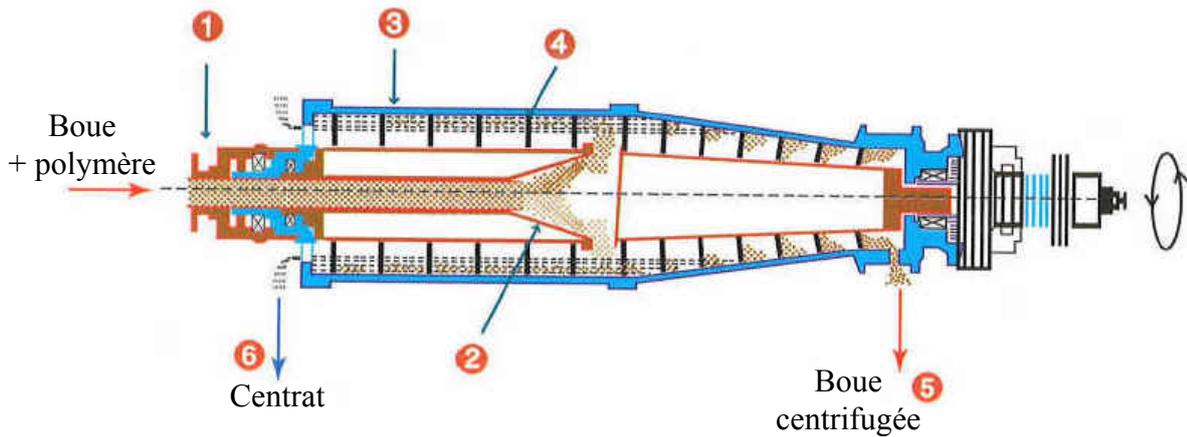


Figure II. 2: Représentation schématique d'une décanteuse centrifugeuse (OTV, 1997)

(1 : tube d'alimentation, 2 : distributeur, 3 : bol, 4 : vis convoyeuse)

### I.1.1.3. Les filtres à plateaux

Ces filtres sont constitués d'une succession de plateaux, recouverts sur leurs deux faces d'une toile filtrante, qui forment des chambres de filtration (Figure II. 3).

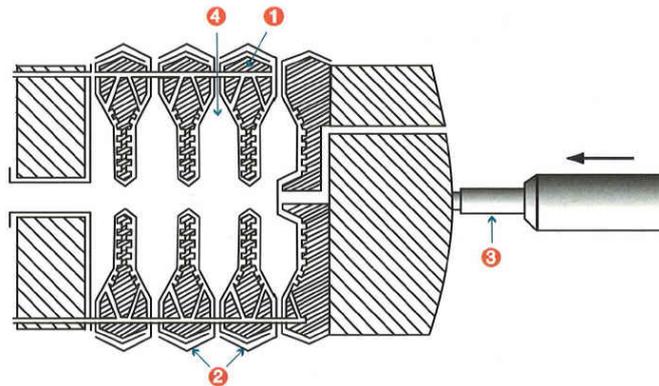


Figure II. 3: Représentation schématique d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)

(1 : plateau, 2 : toiles, 3 : vérin, 4 : chambre)

La boue préalablement conditionnée est introduite sous pression (de 7 à 12 bar) par l'intermédiaire d'une pompe, dans les chambres de filtration (Figure II. 4). Les particules solides sont retenues par les toiles tandis que l'eau passe à travers et est récupérée au centre des plateaux. L'étanchéité de l'ensemble est assurée par de très fortes pressions appliquées sur les cadres des plateaux par des vérins hydrauliques.

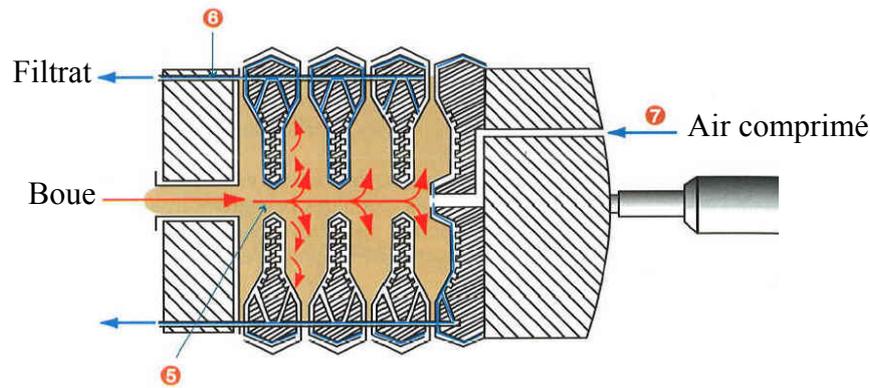


Figure II. 4: Remplissage d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)  
(5 : gâteau, 6 : filtrat, 7 : air de purge)

Quand le gâteau de boue déposé remplit la chambre, la filtration s'arrête. La pression des vérins est relâchée et les plateaux sont désunis (Figure II. 5). C'est la phase de débâtissage au cours de laquelle les gâteaux de boues sont récupérés. C'est donc un procédé discontinu (inconvenient majeur de cette technique qui propose, pour y remédier, de plus en plus de versions automatisées).

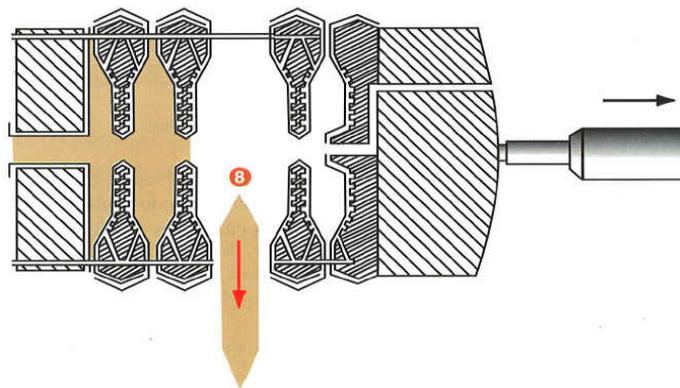


Figure II. 5 : Débâtissage d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)  
(8 : gâteau débâti)

Les surfaces filtrantes des plateaux peuvent être recouvertes (sur une face) d'une membrane gonflable. Ceci permet, en fin de filtration, de réduire le volume de la chambre et de réaliser une compression des boues qui tend à augmenter la siccité de gâteaux formés. Cette amélioration des performances de déshydratation se fait au prix d'un appareillage plus sophistiqué et donc plus cher, et d'une consommation énergétique accrue.

Les dimensions des plateaux varient de 0,3 à 1,5 mètres de côté et l'épaisseur des chambres de 20 à 30 millimètres. La durée d'un cycle complet (remplissage, filtration, débâtissage, lavage) dure habituellement entre 2 et 4 heures.

L'utilisation d'un filtre à plateaux nécessite également un conditionnement préalable de la boue. Des réactifs minéraux ( $\text{FeCl}_3$  + chaux) sont classiquement employés afin de former des petits floccs très résistants. L'usage de ces réactifs accroît artificiellement la matière sèche de la boue et entraîne une augmentation de la teneur en polluants ( $\text{FeCl}_3$ ).

#### *1.1.1.4. Choix d'une technique de déshydratation mécanique des boues urbaines*

Les filtres à bandes restent souvent la solution la moins chère pour la déshydratation des boues (Jacobs et Silver, 1990 ; Andreasen et Nielsen, 1993 ; Ashbrook corp., 1999), et cela pour plusieurs raisons :

- consommation d'énergie faible ;
- consommation de flocculant limitée (qui représente pratiquement 50 % du coût de fonctionnement des procédés de déshydratation mécanique en continu), 2 à 3 fois plus faible que pour les centrifugeuses ;
- investissement à l'achat de l'appareil plus faible que pour les centrifugeuses et les filtres à plateaux.

Cependant les performances de déshydratation des filtres à bandes sont plus faibles que celles des centrifugeuses (4 à 5 points de siccité de moins (OTV, 1997)) et des filtres à plateaux (10 à 20 points de moins avec apport de chaux) (Tableau II. 1).

*Tableau II. 1 : Siccité d'une boue déshydratée (%) classiquement obtenue selon les appareils de déshydratation d'après des sources industrielles*

<b>Filtres à bandes</b>	<b>Décanteuses-centrifugeuses</b>	<b>Filtres à plateaux</b>
10-18	20-30	25-40

D'après Mortgat (1998), tous ces facteurs font que sur le marché, le filtre à bandes reste une solution financière bien adaptée aux petites stations d'épuration (débit de boues  $< 4 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ). Pour les stations de tailles intermédiaires, il existe une concurrence réelle avec les centrifugeuses. Enfin dans le cas des stations plus importantes ( $> 8 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ), les filtres à bandes sont mal adaptés et généralement seuls sont utilisés les centrifugeuses, et de façon plus particulière les filtres à plateaux.

## II.1.2. Caractérisation de la déshydratation mécanique en Cellule de Filtration-Compression (CFC)

### *III.1.2.1. Principe de la filtration-compression*

La déshydratation mécanique d'une suspension par filtration-compression est généralement bien décrite par le déroulement d'essais réalisés en Cellule de Filtration-Compression (CFC). De façon théorique, la déshydratation peut être décomposée en deux étapes successives. Durant la première, dite phase de filtration, les particules solides sont stoppées par le filtre et s'accumulent en formant un gâteau (Figure II. 6). Le liquide est extrait à l'issue de son passage à travers le lit de particules et le média filtrant. Les particules présentes au sein de la suspension, entre le piston et la surface du gâteau, se déplacent sous l'action de la pression, à la différence des particules dans le gâteau qui forment un réseau solide plus ou moins déformable. Au fur et à mesure que l'épaisseur du gâteau augmente (par accumulation des particules initialement présentes dans la suspension), le piston descend progressivement dans la cellule jusqu'à atteindre la surface de ce gâteau : c'est le début de la seconde phase, dite de compression (Koenders et Wakeman, 1996). Le piston comprime alors le gâteau en expulsant une partie de l'eau qui n'a pas été éliminée préalablement lors de la filtration.

Bien que de nombreuses études relatives à la filtration des suspensions se réfèrent à des tests réalisés en CFC, il existe, dans le cas de la déshydratation des boues résiduaires, encore beaucoup de travaux basés sur d'autres tests, notamment la mesure du Temps de Succion Capillaire (CST) et/ou de la Résistance Spécifique à la Filtration (RSF) déterminée par des tests sur Büchner (Karr et Keinath, 1978 ; Wu *et al.*, 1982 ; Novak *et al.*, 1998 ; Houghton *et al.*, 2001 ; Mikkelsen et Keiding, 2002 ; Jin *et al.*, 2004). Malheureusement, ces

mesures renseignent essentiellement sur la filtrabilité des boues et assez peu l'aspect compression.

Dans la plupart des procédés industriels utilisés pour la déshydratation mécanique des boues résiduaires une quantité non négligeable d'eau est extraite grâce au phénomène de compression. A titre d'exemple lors de l'utilisation de filtres à bandes, la filtration a généralement lieu en grande partie sur des tables d'égouttage situées en amont ; la déshydratation dans le filtre proprement dit s'effectue alors essentiellement par pressage entre les rouleaux. Il semble donc que les tests réalisés dans une CFC permettent de renseigner de façon plus complète que le CST ou la RSF sur l'aptitude des boues à être déshydratées et qu'ils devraient être privilégiés pour ce type d'étude.

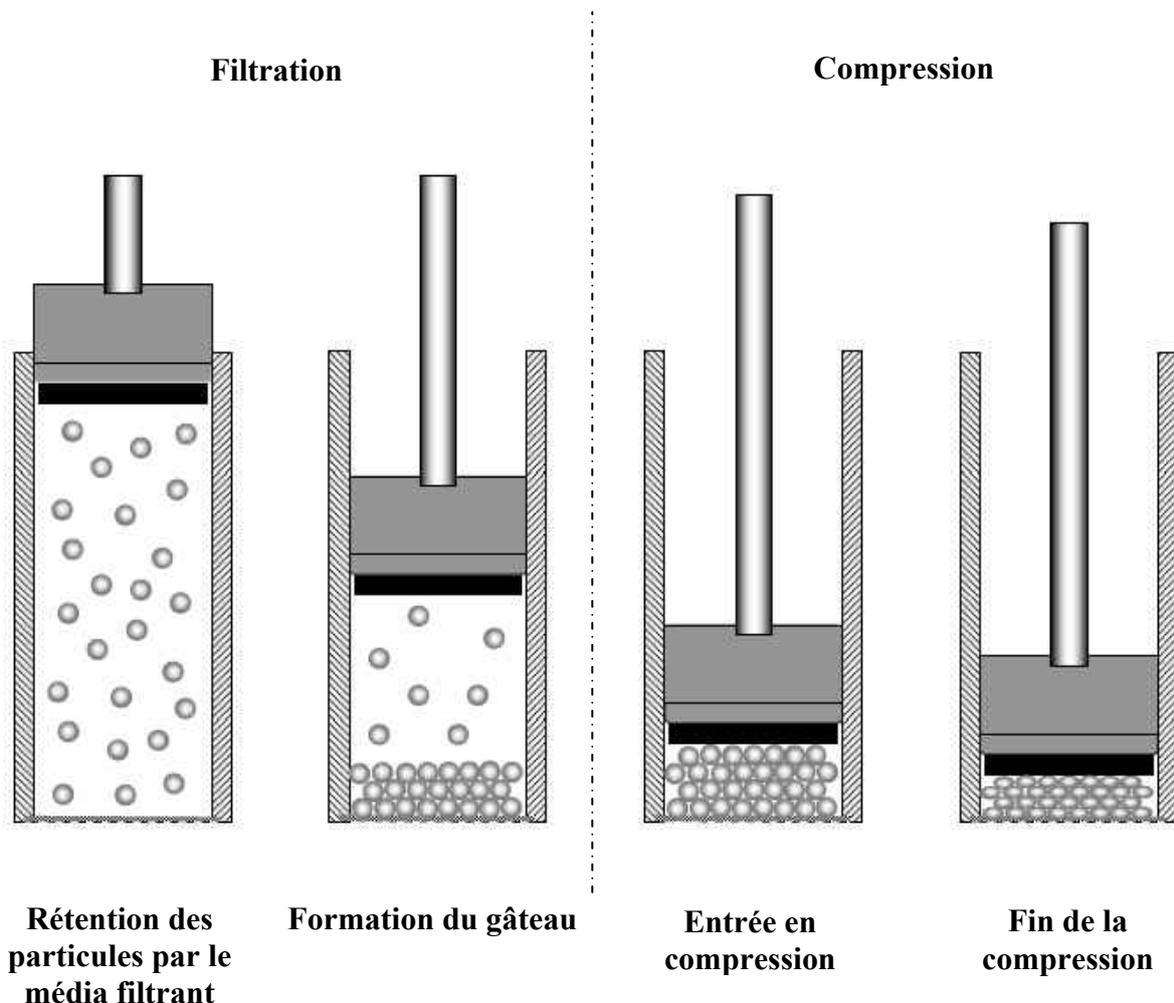


Figure II. 6 : Représentation schématique de la filtration/compression (Saveyn, 2005)

### II.1.2.2. Théorie de la filtration

Classiquement, la théorie de la filtration a pour but de décrire l'écoulement d'un liquide à travers un milieu poreux et se base pour cela sur la loi de Darcy (Darcy, 1856 ; Wakeman et Tarleton, 1999 ; Yükseler et al., 2005). Le flux de liquide dépend alors du gradient de pression hydraulique à travers le milieu poreux considéré et des résistances à l'écoulement de ce dernier. Dans le cas de la filtration sur support, le gâteau et le média filtrant représentent successivement le milieu poreux qui doit être traversé par l'eau.

Ainsi sur la base d'une analogie à la loi d'Ohm, la loi d'écoulement (de type loi de Darcy) peut s'exprimer sous la forme (Yükseler et al., 2005) :

$$\mu u_0 = \frac{\Delta P_T}{R_c + R_m} \quad (\text{II.1})$$

avec  $\Delta P_T$  (Pa) la chute de pression à travers le gâteau,  $R_c$  ( $\text{m}^{-1}$ ) et  $R_m$  ( $\text{m}^{-1}$ ) respectivement la résistance du gâteau et du media filtrant,  $\mu$  la viscosité du filtrat (Pa.s) et  $u_0$  ( $\text{m.s}^{-1}$ ) la vitesse d'écoulement du filtrat à la sortie du gâteau qui est définie comme suit :

$$u_0 = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \quad (\text{II.2})$$

avec A la surface de filtration ( $\text{m}^2$ ) et V le volume de filtrat ( $\text{m}^3$ ).

Dans de nombreuses études, la résistance du gâteau est supposée être proportionnelle à la masse du gâteau de filtration par unité d'aire  $\left(\frac{W_s}{A}\right)$ , et la constante de proportionnalité est communément appelée résistance spécifique moyenne de filtration et notée soit  $\alpha_{\text{moy}}$ , soit *RSF* :

$$R_c = \text{RSF} \frac{W_s}{A} \quad (\text{II.3})$$

En introduisant les équations (II.2) et (II.3) dans l'équation (II.1), et en écrivant  $W_s$  comme le produit du volume de filtrat ( $V$ ) et du rapport ( $c$ ) de la quantité de gâteau déposé (en masse ou en volume) sur le volume de filtrat recueilli :

$$W_s = cV \quad (\text{II.4})$$

il vient :

$$\frac{dt}{dV} = \left( \frac{\mu.RSF.c}{A^2.\Delta P_T} \right) V + \frac{\mu.R_m}{A.\Delta P_T} \quad (II.5)$$

Pour une pression appliquée constante, on intègre cette équation différentielle en supposant que la concentration volumique en solide et la résistance spécifique à la filtration (RSF) sont constantes tout au long de l'étape de filtration ; une expression parabolique entre le volume de filtrat et le temps de filtration est alors obtenue :

$$\frac{t}{V} = \left[ \frac{\mu.RSF.c}{2.A^2.\Delta P_T} \right] V + \frac{\mu.R_m}{A.\Delta P_T} \quad (II.6)$$

Cette équation établie par Ruth (1946) permet à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe  $t/V = V$  de déterminer la RSF (Figure II. 7). Ce paramètre, communément utilisé pour caractériser le comportement d'un matériau en filtration, représente l'inverse de la perméabilité du gâteau de filtration par unité de quantité (volume ou masse) de gâteau déposé. Il s'exprime soit en  $m^{-2}$  soit en  $m.kg^{-1}$ .

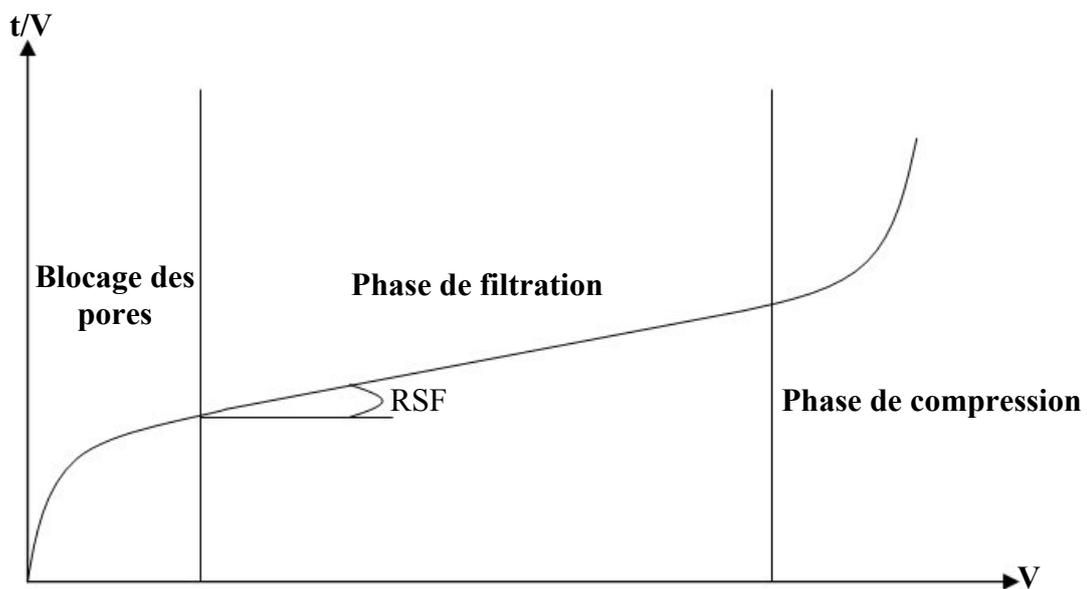


Figure II. 7 : Représentation de la cinétique de déshydratation selon la méthode de Ruth (1946)

De façon théorique l'équation de Ruth a été initialement établie dans le cas de matériaux incompressibles pour lesquels la porosité et le flux de filtrat sont uniformes à travers le gâteau, quelle que soit la pression appliquée. Ainsi, la RSF est une constante qui ne dépend finalement que des paramètres intrinsèques au matériau, tels que la distribution de taille des particules solides ou la porosité à travers le gâteau formé au cours de l'étape de filtration (Sorensen et al., 1996). Cependant, dans le cas des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues résiduaires, l'application d'une pression sur le gâteau formé se traduit par une diminution de sa porosité et une augmentation de sa résistance à l'écoulement ; autrement dit la perméabilité de celui-ci tend à diminuer au cours du temps (Cleveland *et al.*, 1996 ; Tiller et Kwon, 1998) et sa valeur n'est généralement pas uniforme à travers l'épaisseur du gâteau.

L'évolution de cette perméabilité n'est pas linéairement dépendante de la pression appliquée ; un doublement de cette pression appliquée implique classiquement plus qu'un doublement de la résistance spécifique locale du gâteau.

De plus pour des faibles pressions, inférieures à la pression atmosphérique, la pression appliquée ne semble avoir d'influence ni sur le flux de filtrat ni sur la porosité moyenne du gâteau (Cleveland *et al.*, 1996). Par conséquent, la loi établie par Ruth (1946) semble assez limitée pour décrire de façon précise le comportement des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues résiduaires. Dans ce cas, la résistance spécifique du gâteau dépend à la fois de la pression appliquée et du temps. Le flux de liquide n'est pas constant à travers le gâteau du fait d'une compression non uniforme de la structure poreuse locale. La porosité évolue ainsi au cours du temps et à travers l'épaisseur du gâteau. Plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature pour décrire cette double dépendance (Olivier *et al.*, 2007). Parmi ceux-ci, Tiller et Kwon (1998) proposent d'écrire la loi de Darcy dans un repère Lagrangien sur une "tranche" de gâteau, afin de prendre en compte plus facilement le comportement déformable du gâteau :

$$q = \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\mu \cdot \alpha} \frac{dp_L}{d\omega} \quad (\text{II.7})$$

avec  $\alpha$  la résistance spécifique locale et  $\omega$  le volume par unité d'aire de surface filtrante, de solide déposé dans une couche de gâteau d'épaisseur  $z$  :

$$d\omega = (1 - \varepsilon) \cdot dz \quad (\text{II.8})$$

Selon la théorie classique de la filtration, il est usuel d'introduire une pression dite "pression solide" qui traduit le transfert de la pression de la phase liquide vers la phase solide au cours de l'écoulement à travers le gâteau, suite aux phénomènes de frottement. La pression appliquée par le piston sur le gâteau se transmet à la fois à la phase liquide et à la phase solide. Elle reste constante sur toute l'épaisseur mais sa répartition entre les deux phases évolue avec une pression liquide maximale à la surface supérieure du gâteau et minimale à sa base (les frottements sur les parois de la chambre de filtration sont classiquement négligés) :

$$p_L + p_s = p \quad (\text{II.9})$$

$$dp_s + dp_L = 0 \quad (\text{II.10})$$

avec  $p_L$  la pression liquide,  $p_s$  la pression solide (ou effective) et  $p$  la pression appliquée à la surface du gâteau.

Dans le cas des matériaux compressibles l'évolution de la structure du matériau dépend de la pression appliquée sur le "squelette" solide, c'est-à-dire de la pression solide. Ainsi, il est habituel d'écrire la loi de Darcy locale en se basant sur l'évolution de  $p_s$  (Sorensen et Hansen, 1993 ; Sorensen *et al.*, 1996 ; Tiller et Kwon, 1998) :

$$q = \frac{dV}{dt} = - \frac{1}{\mu \cdot \alpha} \frac{dp_s}{d\omega} \quad (\text{II.11})$$

L'intégration de cette dernière équation suppose de connaître les conditions aux limites du système. En phase de filtration il est habituel de supposer une pression solide nulle à la surface du gâteau (et donc une pression liquide égale à la pression appliquée) et égale à la pression appliquée au niveau du média filtrant (si la résistance du média filtrant est négligeable). L'intégration de l'équation (II.11) peut alors s'écrire sous la forme :

$$q = \frac{1}{\mu \cdot \omega_c} \int_0^{\Delta P_c} \frac{1}{\alpha} dp_s \quad (\text{II.12})$$

avec  $\omega_c$  le volume total de solide par unité d'aire ( $\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-2}$ ) et  $\Delta P_c$  la chute de pression liquide à travers le gâteau (Pa).

La difficulté d'utilisation de l'équation 12 réside dans la connaissance du gradient de pression à travers le gâteau. Une Cellule de Compression-Perméabilité (CCP) est souvent utilisée pour atteindre ce type de donnée (Fathi-Najafi et Theliander, 1995 ; LaHeij, 1994, 1996 ; Sorensen *et al.*, 1996 ; Johansson *et al.*, 2004). Ce dispositif (dans lequel le piston est perméable au liquide) permet de fixer différents états stationnaires pour lesquels les pressions solide et liquide sont fixées et le débit de filtrat ainsi que la porosité globale du gâteau sont mesurés. A partir de ce type de mesures, Tiller et Kwon (1998) proposent des équations (les équations constitutives) pour caractériser l'évolution des paramètres de compressibilité du matériau tels que la porosité locale, la perméabilité et la résistance spécifique du gâteau en fonction de  $p_s$  :

$$1 - \varepsilon_s = (1 - \varepsilon_{s0}) \left(1 + \frac{P_s}{P_a}\right)^b \quad (\text{II.13})$$

$$\alpha_s = \alpha_{s0} \left(1 + \frac{P_s}{P_a}\right)^n \quad (\text{II.14})$$

$$\beta = \beta_0 \left(1 + \frac{P_s}{P_a}\right)^{-\delta} \quad (\text{II.15})$$

$$\text{avec } \delta = n + b \text{ et } \alpha_s \cdot \beta \cdot (1 - \varepsilon_s) = 1$$

$\varepsilon_{s0}$ ,  $\alpha_{s0}$ ,  $\beta_0$  étant respectivement la porosité, la résistance spécifique ( $\text{m}^{-2}$ ) et la perméabilité ( $\text{m}^2$ ) d'un gâteau non soumis à contrainte,  $b$ ,  $n$ ,  $\delta$  étant des coefficients de compressibilité, et  $P_a$  une pression de référence (Pa). Les paramètres de ces équations sont classiquement obtenus de façon empirique à partir de mesures réalisées en CCP (Tien *et al.*, 2001 ; Wu *et al.*, 2001 ; Johansson *et al.*, 2004) ou directement d'expériences de filtration réalisées en CFC à des pressions appliquées différentes (Sorensen et Hansen, 1993 ; Fathi-Najafi et Theliander, 1995). Suite à des essais menés sur des boues activées, Tiller et Kwon (1998) proposent le jeu de paramètres caractéristiques suivant :  $\varepsilon_{s0} = 0,95$  ;  $\alpha_{s0} = 3,62 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  ;  $\beta_0 = 5,53 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$  ;  $b = 0,26$  ;  $n = 1,40$  ;  $\delta = 1,66$  ;  $P_a = 0,0019 \text{ bar}$ .

Parmi ces différents paramètres, la valeur des coefficients  $n$  et  $\delta$  est souvent retenue pour discuter du caractère compressible du matériau sous l'action de la pression solide. La hiérarchisation suivante, proposée par Tiller et Yeh (1987) est souvent prise comme référence :

$n < 1$  : faiblement à modérément compressible,

$n > 1$  : fortement compressible (souvent  $n = 1$  à  $2$ ),

$n \gg 1$  : extrêmement compressible.

L'impact de la valeur de paramètres des équations constitutives a été théoriquement étudié par Tiller et Kwon (1998) en faisant l'hypothèse que le débit de filtrat est uniforme à travers tout le gâteau et ne dépend que du temps, et que la concentration de la suspension au-dessus du gâteau en formation reste homogène et égale à la concentration initiale de la suspension. Ainsi sur la base d'un bilan matière intégré sur toute l'épaisseur du gâteau ils établissent les équations suivantes :

$$1 - \varepsilon_{Smoy} = \frac{1 - \delta}{(1 - n)\alpha_{s0}\beta_0} \left[ \frac{\left(1 + \frac{P_{app}}{P_a}\right)^{1-n} - 1}{\left(1 + \frac{P_{app}}{P_a}\right)^{1-\delta} - 1} \right] \quad (II.16)$$

$$\frac{\mu\alpha_{s0}}{\Omega^2 P_a} V \frac{dV}{dt} = \frac{1}{C_{s0}b(n-1)} \left[ 1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{P_{app}}{P_a}\right)^{n-1}} \right] - \frac{1}{(1 - \varepsilon_{s0})(\delta - 1)} \left[ 1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{P_{app}}{P_a}\right)^{\delta-1}} \right] \quad (II.17)$$

Dans le cas où  $n$  et  $\delta$  sont supérieurs à 1 (matériau très compressible) et où  $P_{app} \gg P_a$  (la pression appliquée de l'ordre du bar) l'équation II.17 peut s'intégrer sous la forme :

$$\frac{V^2}{\Omega^2} = \frac{2}{\mu} \left[ \frac{P_a}{C_{s0}(n-1)\alpha_{s0}} - \frac{P_a\beta_0}{\delta-1} \right] t \quad (II.18)$$

Cette dernière expression montre que pour les suspensions très compressibles (telles que les boues résiduaires), la pression n'a pas d'influence sur le débit de filtrat, au-dessus d'une pression proche de 1 à 2 bar (Tiller et Kwon, 1998). Ce résultat a également été mentionné par Sorensen *et al.*, (1996), suite à une étude expérimentale menée sur des boues résiduaires.

De façon assez identique, la relation suivante peut être déduite de l'équation II.16 pour un matériau très compressible :

$$1 - \varepsilon_{smoy} \approx \frac{1 - \delta}{(1 - n)\alpha_{s0}\beta_0} \quad (II.19)$$

avec  $\varepsilon_{smoy}$  la porosité moyenne du gâteau.

Ainsi pour ce type de matériau il apparaît que la porosité moyenne du gâteau ne dépend plus de la pression, mais seulement des paramètres caractéristiques de la boue. Si la pression appliquée est suffisamment grande, la siccité obtenue en fin de filtration est la même, quelle que soit la pression appliquée. Ces résultats peuvent être intéressants à l'échelle industrielle car ils tentent à limiter le coût énergétique nécessaire à l'application de pressions mécaniques élevées.

### II.1.2.3. Transition filtration/compression

Lors de la phase de compression, l'extraction du filtrat résulte d'un mécanisme assez différent de celui mis en œuvre pendant la phase de filtration (cf. II.1.2.1), ainsi ces deux phases sont souvent étudiées distinctement. C'est pourquoi, il est nécessaire de déterminer avec suffisamment de précision le point de transition entre la filtration et la compression. Pour cela plusieurs procédures ont été proposées dans la littérature. La méthode la plus directe se base sur la représentation sous le format  $t/V = f(V)$  de la cinétique de déshydratation obtenue à partir d'essais réalisés en CFC. Ce type de graphe met habituellement en évidence une partie linéaire qui correspond à la phase de filtration ; la phase de compression débute à partir du moment où la linéarité de la courbe n'est plus observée (Figure II. 7). Dans le cas de matériaux extrêmement compressibles tels que les boues résiduaires, la partie linéaire de la courbe est généralement difficile à identifier (compression du gâteau en formation) et la transition entre les phases de filtration et de compression est peu évidente à distinguer. Pour remédier à ce problème plusieurs auteurs (Shirato *et al.*, 1970 ; LaHeij, 1994 ; Chu et Lee, 1999) proposent de représenter les données cinétiques de déshydratation sous la forme  $\frac{dV}{d\sqrt{t}}$  en fonction de  $V$ . Ainsi, ils observent un palier horizontal en phase de filtration (plus facile à identifier que la partie linéaire de la représentation  $t/V=f(V)$ ) puis une chute brutale dès l'entrée en compression (Figure II. 8).

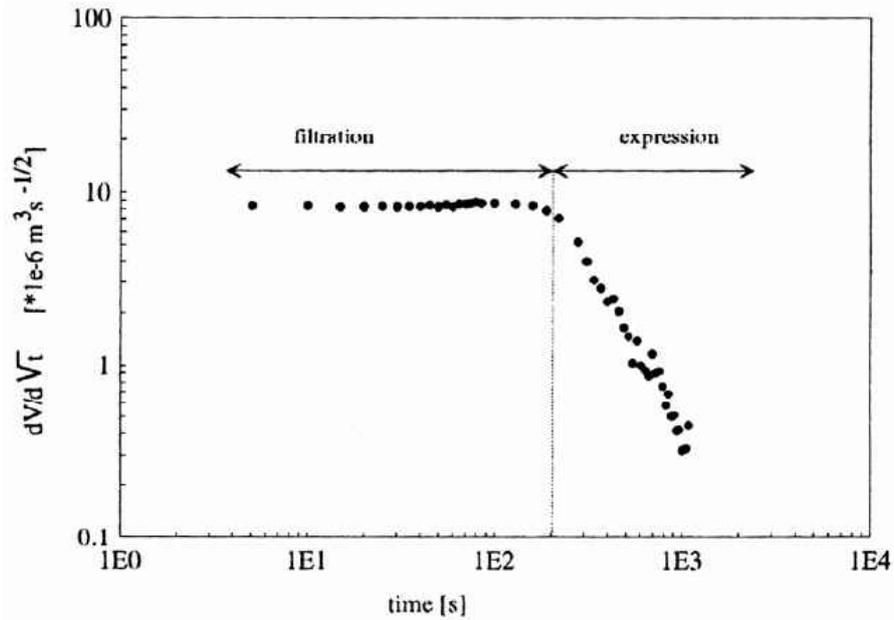


Figure II. 8 : Détermination du point de transition entre les phases de filtration et de compression, selon la méthode de Shirato et al., (1970) et LaHeij (1994)

Plus récemment, Konnur *et al.*, (2008) ont proposé une autre méthode basée sur une représentation de l'évolution de la fraction massique en solide dans la suspension au cours du temps. Le suivi du taux de déshydratation au cours du temps indique une augmentation sur une période donnée puis une chute de façon asymptotique pour tendre vers zéro ; la transition entre les phases de filtration et de compression est alors caractérisée par la concentration solide moyenne qui correspond au taux de déshydratation maximum (Figure II. 9).

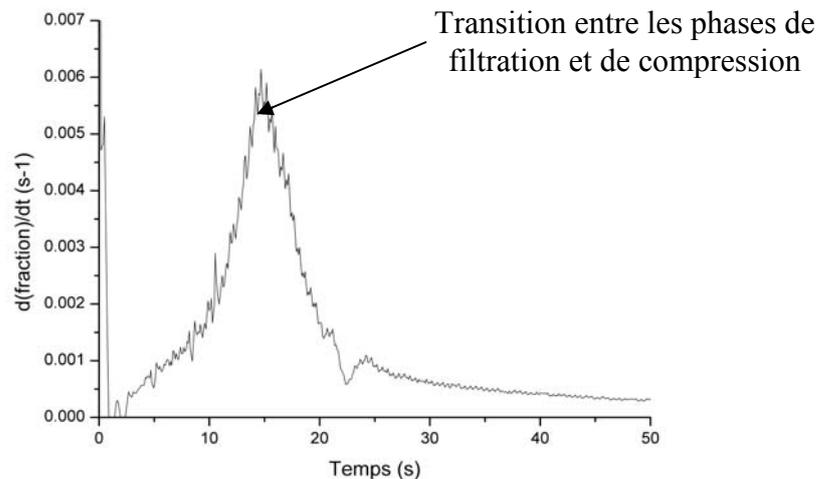


Figure II. 9 : Evolution de la fraction solide massique selon la méthode de Konnur et al., (2008)

De façon un peu différente, Christensen *et al.*, (2006) proposent de déterminer le point de transition entre la filtration et la compression grâce à une mesure de la pression liquide à la surface supérieure du gâteau (Figure II. 10). Cette pression liquide reste constante en phase de filtration, puis chute brutalement au moment où débute la phase de compression ; la pression appliquée sur le système se répartie alors sur le liquide et sur le squelette solide formant le gâteau. Cette méthode fournit des résultats assez nets, néanmoins elle nécessite, contrairement aux trois autres, d'instrumenter le piston d'un capteur de pression, ce qui n'est pas toujours très facile à mettre en œuvre. Par ailleurs, quand le piston rejoint le gâteau, la mesure de la pression liquide peut être perturbée par le contact entre les particules solides du gâteau et la membrane du capteur. Pour limiter ce problème, Couturier *et al.*, (2003) proposent de protéger le capteur avec une pièce en avant du piston.

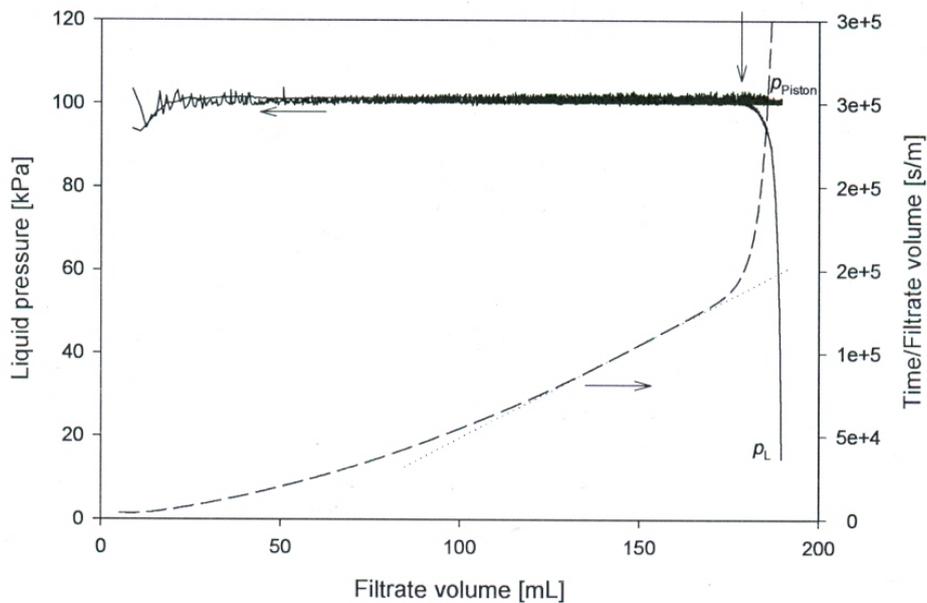


Figure II. 10 : Evolution de la pression liquide au niveau du piston en fonction du volume de filtrat recueilli ; d'après Christensen *et al.*, (2006)

#### II.1.2.4. Compression

La compression représente dans le cas des boues résiduaires une phase importante du processus de déshydratation notamment en termes de temps. Une partie non négligeable peut être retirée par ce mécanisme qui permet de réduire significativement le volume des gâteaux formés. Sorensen *et al.* (1996) ont proposé un modèle basé sur la théorie classique de la filtration pour décrire à la fois les phases de filtration et de compression dans le cas de matériaux extrêmement compressibles et notamment des boues résiduaires. Grâce à cet outil ils ont pu mettre en évidence l'importance, à travers le gâteau, des gradients de pressions et des facteurs qui y sont liés (porosité, perméabilité). Leur étude montre également la difficulté et l'intérêt de bien caractériser la transition entre la filtration et la compression.

Dans le même ordre d'idée mais en se basant sur l'expérience, d'autres auteurs ont rappelé que le suivi de l'évolution de la porosité et de la résistance spécifique locale passe par une description précise du profil de pression effective à travers le gâteau, notamment à la transition de phase (Christensen, 2006 ; Christensen et Keiding, 2007). Lors de l'entrée en phase de compression, la pression appliquée par le piston est directement transférée au gâteau de boue. Ainsi, la pression solide à la surface du gâteau augmente, ce qui se traduit par un accroissement de la résistance spécifique dû à la diminution de la porosité locale.

La pression solide au niveau du filtre est proche de la pression appliquée, à la résistance du média filtrant près (Cleveland *et al.*, 1996 ; Sorensen *et al.*, 1996 ; Tiller et Kwon, 1998). Il existe ainsi un profil de pression à travers le gâteau qu'il est nécessaire de déterminer au cours de la compression et notamment dès l'entrée dans cette phase afin de bien caractériser le comportement de la boue.

A propos de ce profil de pression plusieurs études indiquent une chute rapide et importante de la pression à proximité du filtre. Ce phénomène semble dû à la formation d'une fine couche de gâteau compacte et très peu perméable (Figure II. 11) (Tiller et Green, 1973 ; Bierck et Dick, 1990 ; Sorensen et Hansen, 1993 ; LaHeij *et al.*, 1996 ; Sorensen *et al.*, 1996). La présence de cette couche qui limite en grande partie à elle seule le départ de l'eau remet sensiblement en question l'intérêt de la notion de résistance spécifique globale ramenée à l'intégralité du gâteau déposé.

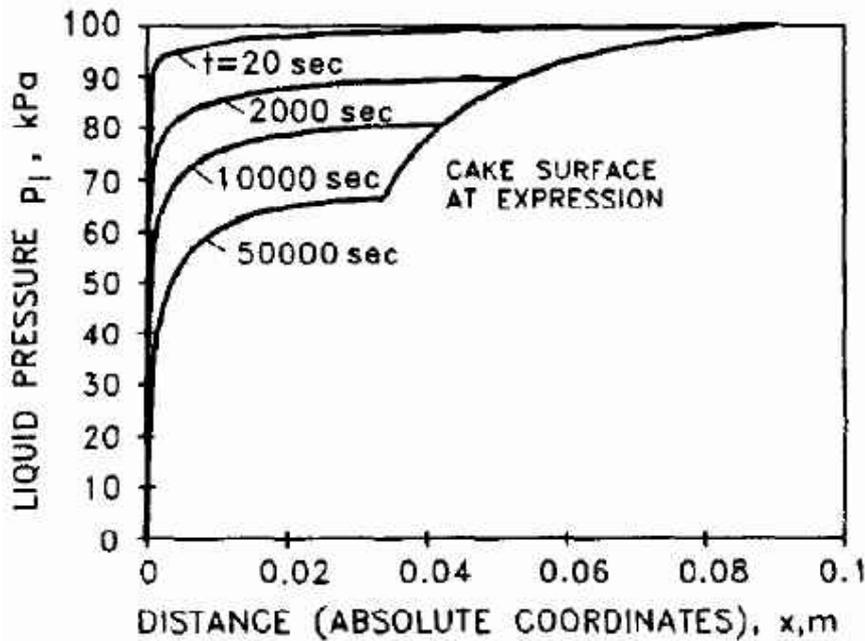


Figure II. 11 : Evolution du profil de pression liquide à travers le gâteau au cours de la filtration et de la compression de matériaux extrêmement compressibles (Sorensen et al., 1996)

Shirato et ses collaborateurs ont également beaucoup travaillé sur la phase de compression et ont notamment proposé une modélisation du comportement mécanique de la boue au cours de la phase de compression à partir d'un modèle rhéologique de type Terzaghi-Voigt (Shirato et al., 1970, 1986). Pour cela ils sont repartis des travaux de Terzaghi et Peck (1948) qui développaient un modèle permettant de décrire, à partir de la loi de Darcy, la compression des sols en supposant tous les vides remplis d'eau, le solide incompressible, la fraction volumique solide dépendante uniquement de la pression effective. Sur cette base Shirato et al. (1970) ont pu décrire le comportement du gâteau en compression, en considérant les gâteaux comprimés comme un matériau élastique<sup>2</sup> (Shirato et al., 1986) :

$$U_c = \frac{L_0 - L}{L_0 - L_\infty} = 1 - \exp\left(-\frac{\pi^2 \cdot i^2 \cdot C_e}{4 \cdot \omega_c^2} \cdot t_c\right) \quad (\text{II.20})$$

avec  $U_c$  le taux de compression,  $L_0$  l'épaisseur du gâteau en début de compression,  $L$  l'épaisseur du gâteau à un temps de compression  $t_c$  et  $L_\infty$  l'épaisseur du gâteau au maximum de compression.

<sup>2</sup> Un matériau élastique est un matériau qui sous l'effet d'une contrainte (ex : force de pression) se déforme quasiment instantanément et retrouve rapidement son état initial à la suppression de cette contrainte.

Ce modèle est basé sur l'hypothèse d'une résistance spécifique de filtration et d'un coefficient de compressibilité ( $C_e$ ) constants tout au long de l'opération. Ce coefficient correspond au ratio de la perméabilité du gâteau sur sa compressibilité. Une valeur élevée de  $C_e$  indique une compression rapide du matériau. Celui-ci a en fait été supposé constant pour faciliter la résolution analytique du modèle de Terzaghi (Shirato *et al.*, 1970). Cette résolution nécessite néanmoins la mise en équation des conditions limites du système (couramment une CFC) et du profil de pression solide au début de la phase de compression. Classiquement, au niveau du piston la vitesse relative du liquide par rapport au solide est supposée nulle, ce qui se traduit en terme de pression solide par  $\frac{dp_s}{d\omega} = 0$ . Au niveau du media filtrant, il est commun de

supposer une résistance négligeable du filtre, dans ce cas la pression liquide est égale à la pression atmosphérique et la pression solide à la pression appliquée au système.

Concernant la condition initiale, elle dépend de l'origine du gâteau qui entre en compression. Si la compression suit directement la filtration, il est classique, pour un gâteau compressible, de considérer une distribution du profil de pression hydraulique sinusoïdale à travers l'épaisseur.

Pour un gâteau déjà consolidé (par égouttage par exemple) la pression hydraulique est supposée constante sur toute l'épaisseur (Okamura et Shirato 1955 ; Shirato *et al.*, 1970, 1986 ; Sedin, 2003).

La confrontation de l'équation II.20 avec des résultats obtenus par des essais menés en CFC permet une détermination semi-empirique du coefficient de compressibilité  $C_e$ . Cependant, ce modèle ne permet généralement pas de décrire correctement les résultats expérimentaux obtenus avec des boues résiduaires (Shirato *et al.*, 1974 ; Chu et Lee, 1999 ; Wakeman et Tarleton, 1999 ; Lee et Wang, 2000).

D'après Christensen (2006) l'évolution du comportement du gâteau ne dépend pas uniquement de la pression appliquée au système ; elle est également fonction du temps d'application. Ceci tend à discréditer l'utilisation d'un modèle élastique pour caractériser la compression des matériaux extrêmement compressibles.

Pour rendre compte de ce comportement viscoélastique<sup>3</sup>, Shirato *et al.*, (1974, 1986) ont modifié le modèle élastique de type Terzaghi pour y introduire la dépendance par rapport au temps d'application de la pression.

---

<sup>3</sup> La viscoélasticité traduit le fait que lorsque l'échantillon est soumis à une contrainte, il apparaît un régime transitoire pendant lequel sa structure évolue avant de se stabiliser.

Le suivi de l'évolution du taux de compression ( $U_c$ ) en fonction du temps révèle habituellement pour des matériaux très compressibles tels que les boues résiduaires deux phases assez distinctes. Durant la première, couramment appelée compression primaire, le départ de l'eau contenu dans les pores s'accompagne d'un effondrement de la structure du gâteau. La majeure partie de l'eau facilement éliminable, notamment l'eau interstitielle, est évacuée au cours de cette étape. La seconde étape, habituellement appelée compression secondaire, est dominée par le phénomène de fluage lié au mouvement de rapprochement des particules à l'intérieur du gâteau afin de tendre vers une configuration plus stable (Chang et Lee, 1998). Ces deux phases sont généralement caractérisées, respectivement, par un comportement élastique et un comportement visqueux et bien décrites par le modèle de type Terzaghi-Voigt établi par Shirato *et al.* (1986) sur la base d'une analogie mécanique.

La compression primaire (le comportement élastique) est ainsi modélisée par un ressort ; le coefficient élastique de celui-ci est relié au coefficient de compressibilité du gâteau au cours de la compression primaire (cette approche est similaire au modèle de Terzaghi).

La compression secondaire est quant à elle représentée par un module de Voigt qui associe en parallèle un ressort et un amortisseur. Le coefficient élastique du ressort est relié dans ce cas au taux de compressibilité de la boue au cours de la compression secondaire.

Le module  $G$  de l'amortisseur représente le terme visqueux lié au comportement de la boue (Figure II. 12).

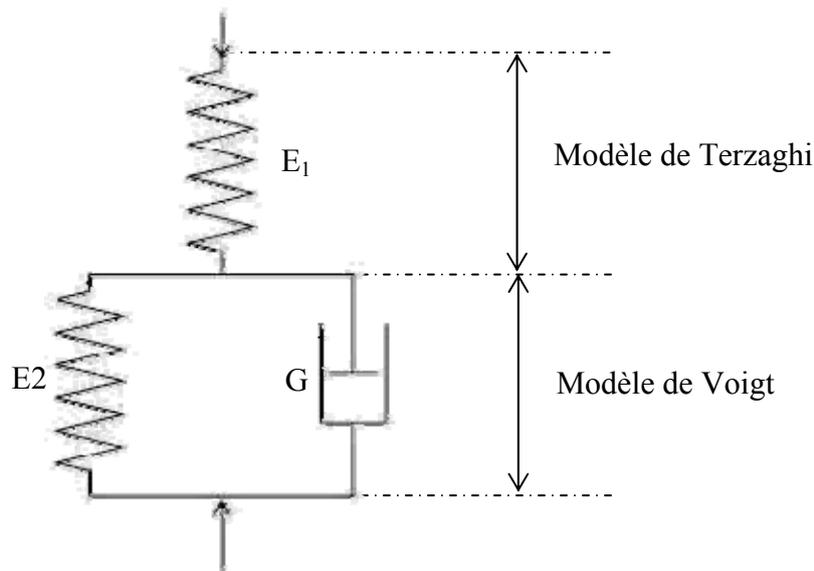


Figure II. 12 : Schéma du modèle de compression Terzaghi-Voigt

La résolution analytique de ce modèle de type Terzaghi-Voigt, pour un gâteau issu d'une phase de filtration, met en évidence trois paramètres caractéristiques du comportement mécanique du gâteau au cours de la compression, à savoir  $B$ ,  $\eta$ ,  $C_e$  (Shirato *et al.*, 1986) :

$$U_c = \frac{L_0 - L}{L_0 - L_\infty} = (1 - B) \left[ 1 - \exp\left(-\frac{\pi^2 \cdot i^2 \cdot C_e}{4 \cdot \omega_c^2} \cdot t_c\right) \right] + B \cdot [1 - \exp(-\eta \cdot t_c)] \quad (\text{II.21})$$

La compression secondaire est caractérisée par deux temps de retard différents : le temps de retard dû à la résistance à l'écoulement du liquide imposée par la déformation du gâteau et celui lié au phénomène de fluage de la boue.

L'équation II.21 permet généralement, dans le cas des boues résiduaires, de bien représenter le comportement mécanique global des gâteaux de filtration au cours de la phase de compression. Néanmoins, Chang et Lee (1998) signalent en fin de processus une divergence significative entre le modèle et les résultats issus d'expériences.

Ils expliquent cela par le fait que la boue présente une structure poreuse qui contient une forte quantité d'eau liée dont le départ se fait par un phénomène d'érosion qui n'est pas décrit par le modèle de type Terzaghi-Voigt proposé par Shirato *et al.* (1986).

Chang et Lee (1998) proposent alors de compléter le modèle de Shirato *et al.* (1974, 1986) en ajoutant une troisième phase en fin de compression qu'ils appellent compression tertiaire :

$$U_c = \frac{L_0 - L}{L_0 - L_\infty} = (1 - B - F) \left[ 1 - \exp\left(-\frac{\pi^2 \cdot i^2 \cdot C_e}{4 \cdot \omega_c^2} \cdot t_c\right) \right] + B \cdot [1 - \exp(-\eta \cdot t_c)] \\ + F \left\{ \frac{t_c}{t_c^*} + \frac{4 \cdot \omega_c^2}{\pi^2 \cdot i^2 \cdot C_e \cdot t_c^*} \left[ \exp\left(-\frac{\pi^2 \cdot i^2 \cdot C_e}{4 \cdot \omega_c^2} \cdot t_c\right) - 1 \right] \right\} \quad (\text{II.22})$$

Plus récemment, Christensen et Keiding (2007) constatent que ni le modèle de Terzaghi ni celui de Terzaghi-Voigt ne sont capables de décrire avec exactitude le comportement des boues en début de phase de compression.

Cela semble, d'après eux, lié au fait que l'hypothèse d'un profil de pression solide sinusoïdal à travers le gâteau en fin de filtration (et donc au début de la compression) s'avère incorrecte dans le cas de matériaux extrêmement compressibles. Sedin (2003) rejoint également ce constat suite à des tests réalisés sur l'étude du comportement mécanique de la lignine (matériau considéré comme fortement compressible) lors de son pressage. Christensen et Keiding (2007) observent par ailleurs que la chute de pression liquide à l'interface piston/gâteau de boue n'est pas vraiment proportionnelle au degré de compression ( $C_e$ ). Par conséquent, la compressibilité du gâteau n'est pas constante mais décroît avec la pression. Cela implique que le coefficient de compression est seulement constant si la résistance spécifique du gâteau compense la diminution de la compressibilité, ce qui semble plutôt arbitraire. Ce coefficient évolue donc au cours du temps ; on parle alors de fluage du gâteau de boue. Lorsque la pression effective devient constante et égale à la pression appliquée, notamment en fin de compression, la solidosité (fraction volumique de solide) du gâteau peut continuer à augmenter. Ce phénomène est dû à la relaxation du matériau et implique une évolution des paramètres caractéristiques de la structuration du gâteau avec la pression mais aussi avec le temps.

Suite à ces observations, Christensen et Keiding (2007) proposent, à leur tour, de modifier le modèle de Terzaghi-Voigt en ajoutant deux équations supplémentaires, pour rendre compte de l'évolution de la pression effective en fonction des différents temps de relaxation.

L'optimisation des modèles de compression, classiquement utilisés, par l'ajout de paramètres caractéristiques du comportement mécanique des matériaux contribue à une meilleure représentation des profils de porosité expérimentaux, notamment dans le cas des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues. Cependant, ce type d'approche reste encore largement basé sur certains aspects empiriques et ne garantit pas de ce fait une cohérence physique des valeurs reportées dans la littérature pour ces paramètres.

## **II.2. Matériels et méthodes**

### **II.2.1. La Cellule de Filtration-Compression (CFC)**

La Cellule de Filtration-Compression est constituée d'un cylindre en acier inoxydable d'une profondeur de 120 mm et d'un diamètre interne de 70 mm (Figure II. 13).



*Figure II. 13 : La Cellule de Filtration-Compression*

A la base du cylindre est disposé un disque perforé servant de support au média filtrant. Pour chaque essai, trois filtres papier de type "Fisherbrand 112" (porosité de 16  $\mu\text{m}$ ) sont superposés l'un sur l'autre afin d'accentuer la résistance mécanique de l'ensemble filtrant et éviter les problèmes de déchirure au cours des essais. Ces filtres sont bien adaptés pour ce type d'essais en CFC, où peu de particules solides sont récupérées dans le filtrat.

La masse de filtrat recueillie ainsi que la position du piston sont enregistrées tout au long de l'expérience afin de pouvoir caractériser le procédé au cours du temps.

La masse de filtrat évaporée est également mesurée en parallèle grâce au suivi de l'évolution d'une masse d'eau dans un bécher situé sur une deuxième balance placée à proximité de la cellule. Par ailleurs, la pression appliquée sur le piston, grâce à de l'air comprimé, est pilotée par un système de régulation (Figure II. 14).

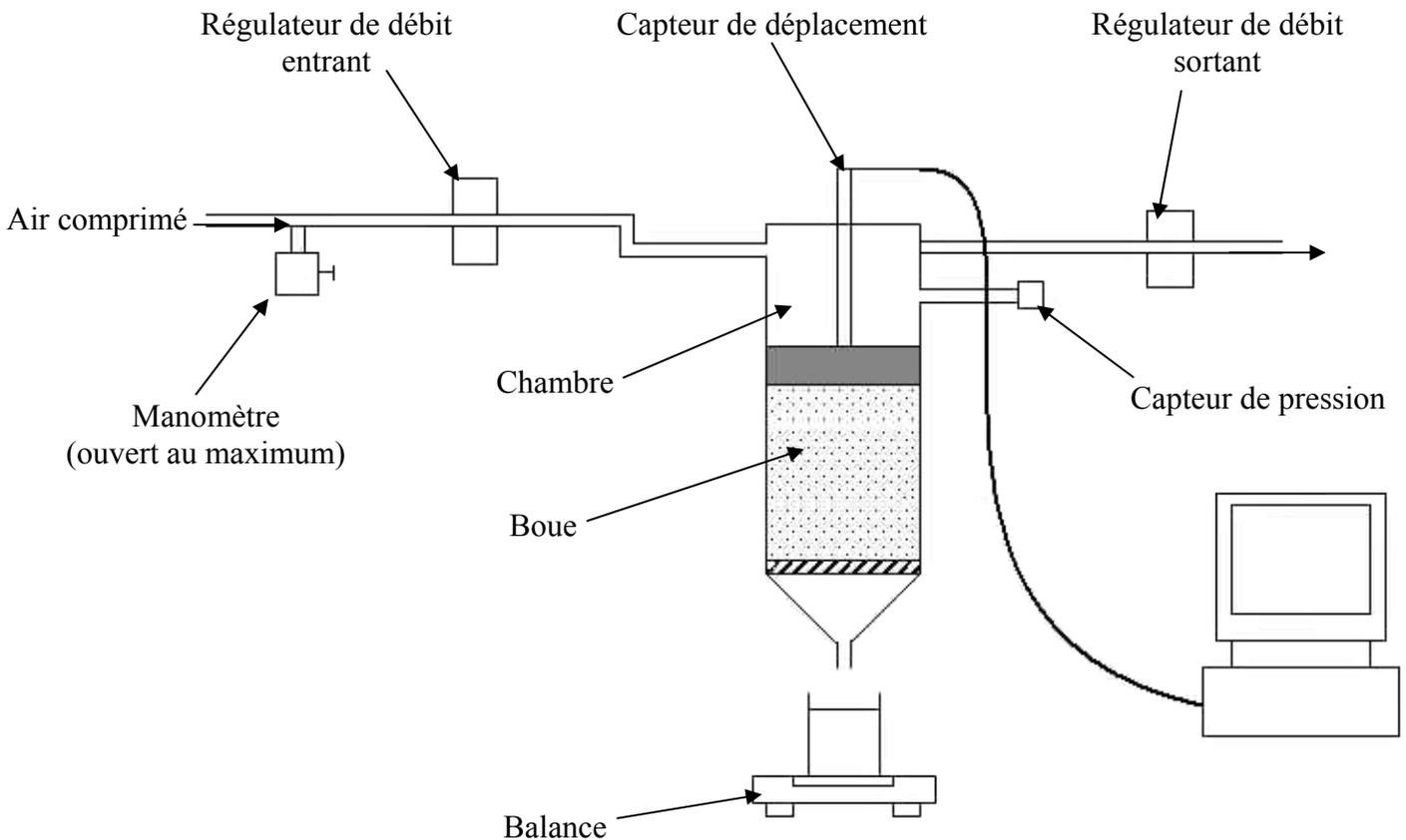


Figure II. 14 : Schéma du principe de fonctionnement de l'installation

Ce système d'asservissement en pression permet de gérer en continu, avec une grande précision, la pression appliquée sur le piston. Pour cela, deux régulateurs de débit contrôlent respectivement l'entrée et la sortie de l'air comprimé dans la chambre, ce qui permet de bien respecter la consigne de pression. Par exemple, en augmentant le débit d'air en entrée de la chambre et en le diminuant à sa sortie, la pression appliquée va augmenter. Un capteur de pression (0-10 bar) disposé au niveau de la chambre permet de suivre en permanence l'évolution de la pression appliquée. L'ensemble de ce procédé est contrôlé et piloté par un système de régulation réalisé sous le logiciel "Labview".

### II.2.2. Préparation des échantillons de boues

Plusieurs essais en CFC ont été réalisés soit avec des boues activées liquides brutes, soit avec des boues floculées. La boue est prélevée dans le canal de recirculation de la station d'épuration de Varennes-sur-Allier (4000 eq.hab) ; sa concentration est généralement comprise entre 2 et 4 g/L. Dans un premier temps, la boue est concentrée par décantation et le surnageant et la suspension de boue concentrée sont récupérés séparément. La teneur initiale exacte en matière sèche est déterminée après un séchage au dessiccateur à 105 °C, jusqu'à stabilisation de la masse de l'échantillon. En parallèle, la boue concentrée et le filtrat récupéré sont stockés à 4°C pendant 24h avant de préparer des échantillons de boue à différentes concentrations initiales.

La boue étant très fermentescible, chaque série d'essais en CFC est réalisée au cours des trois jours suivant le prélèvement de l'échantillon à la station d'épuration. Une telle procédure permet de limiter l'activité biologique de la boue, afin d'obtenir des résultats suffisamment répétables (erreur relative comprise entre 3 et 5 %) sur cette période. Quatre essais ont été réalisés sous les mêmes conditions expérimentales afin de tracer le profil de déshydratation moyen (Figure II. 15).

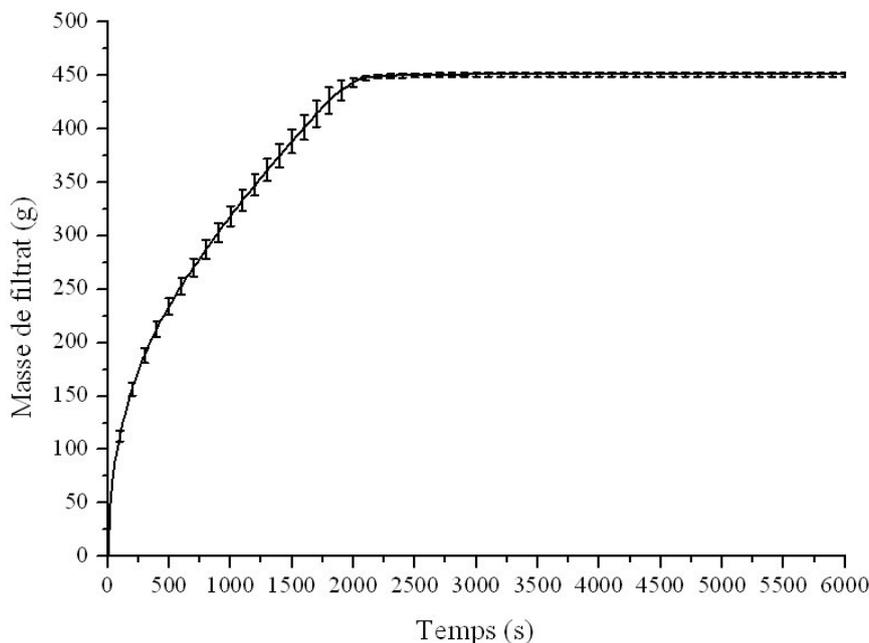


Figure II. 15 : Test de reproductibilité de la filtration d'une boue activée non floculée

Dans le cas où la boue activée est floculée, la boue précédemment préparée est conditionnée avec un floculant chimique de type émulsion (EM 840 TBD fourni par SNF (Floerger)). Les gammes de floculants pouvant être utilisés pour conditionner les boues activées sont très variés ; il est également difficile de déterminer avec précision la dose optimale à utiliser. Ainsi, le floculant choisi pour cette étude est celui utilisé par la station d'épuration où les boues sont récupérées et les doses appliquées sont celles préconisées par les techniciens. Cette dose est déterminée à partir de la teneur en matière sèche initiale de la suspension de boue, soit 8 g de polymère/g de MS. Le polymère pur est tout d'abord dilué avec de l'eau distillée avant d'être introduit et mélangé à la suspension de boue brute grâce à un dispositif de "jar test". Le floculant est introduit sous une vitesse d'agitation rapide pendant un temps suffisamment court (220 tr/min pendant 30 secondes). Lorsque le floculant est totalement dispersé au sein de la suspension de boue, la vitesse d'agitation est brutalement réduite à 15 tr/min pendant 3 min afin de laisser croître les flocs formés sans les casser. Une telle procédure doit être reproduite avant chaque test en Cellule de Filtration-Compression afin d'obtenir des résultats fiables et reproductibles (Figure II. 16).

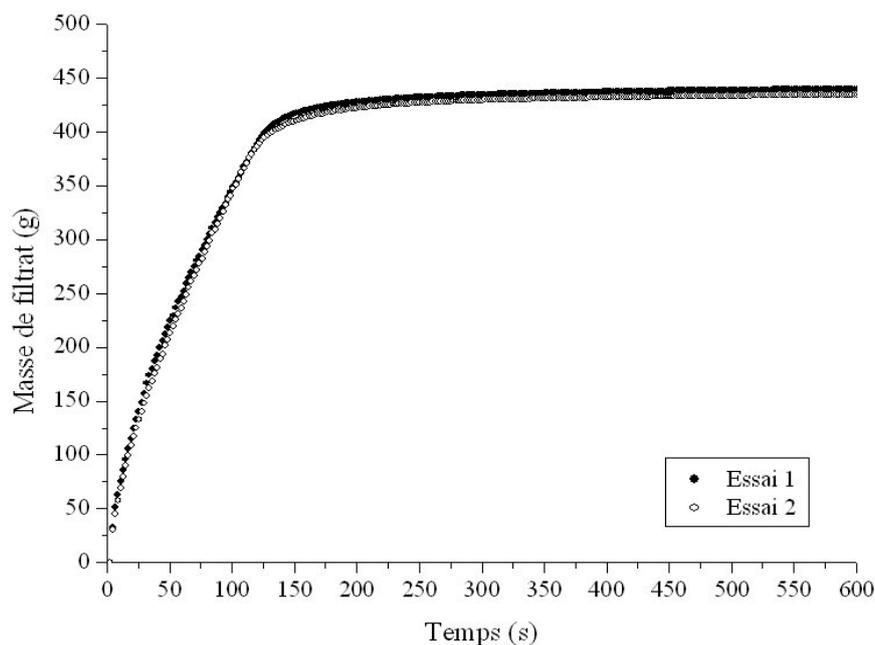


Figure II. 16 : Test de reproductibilité de la filtration d'une boue activée floculée

Cependant, lorsque la même solution de floculant est utilisée pour plusieurs essais successifs (au cours d'une même journée) en CFC, la cinétique de déshydratation de la boue augmente avec le vieillissement du floculant ; par contre le volume de filtrat recueilli reste identique d'un essai à l'autre (Figure II. 17). C'est pourquoi tout au long de cette étude une nouvelle solution de floculant est préparée avant chaque essai, afin d'obtenir des résultats le plus reproductible possible, notamment durant la déshydratation en phase de filtration (Figure II. 16).

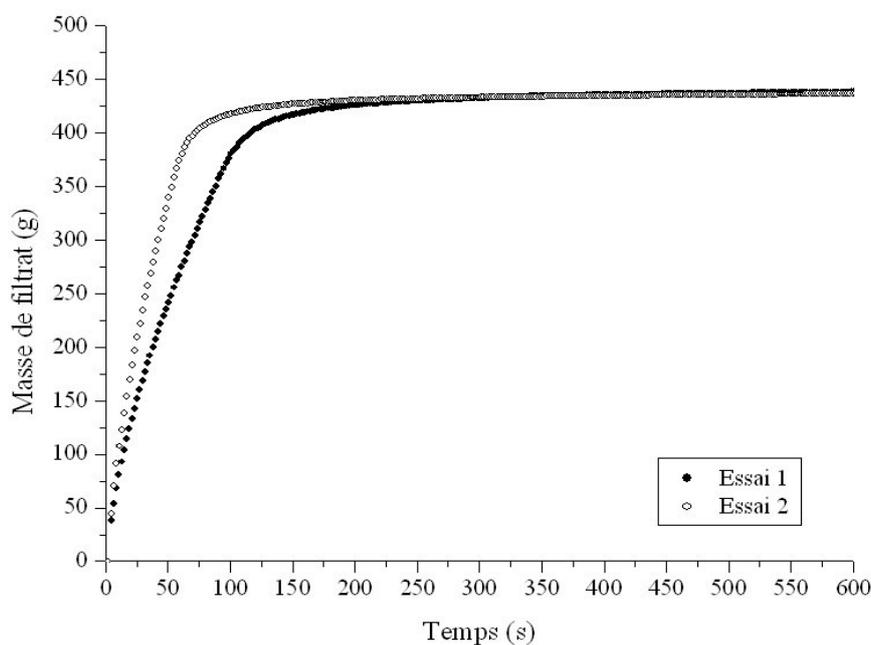


Figure II. 17 : Tests de reproductibilité de la filtration d'une boue activée floculée avec un floculant vieillissant

### II.3. Impact des paramètres opératoires sur la cinétique de déshydratation en CFC

#### II.3.1. Influence de la quantité initiale de boue à déshydrater

Différents essais en CFC ont été réalisés, à concentration et pression constantes, en modifiant le volume initial, à déshydrater, de suspension de boue activée non floculée (sur une hauteur comprise entre 6 et 12 cm). Ce type d'essai permet de suivre l'impact de la quantité initiale de suspension sur l'évolution de la cinétique de déshydratation.

Lorsque la hauteur initiale de suspension est modifiée, le temps de filtration et le volume final de filtrat augmentent proportionnellement avec la hauteur initiale,  $h_0$  (Figure II. 18 et Figure II. 19). Ce phénomène semble logique étant donné que la quantité d'eau initialement présente au sein de la suspension de boue augmente avec le volume d'échantillon.

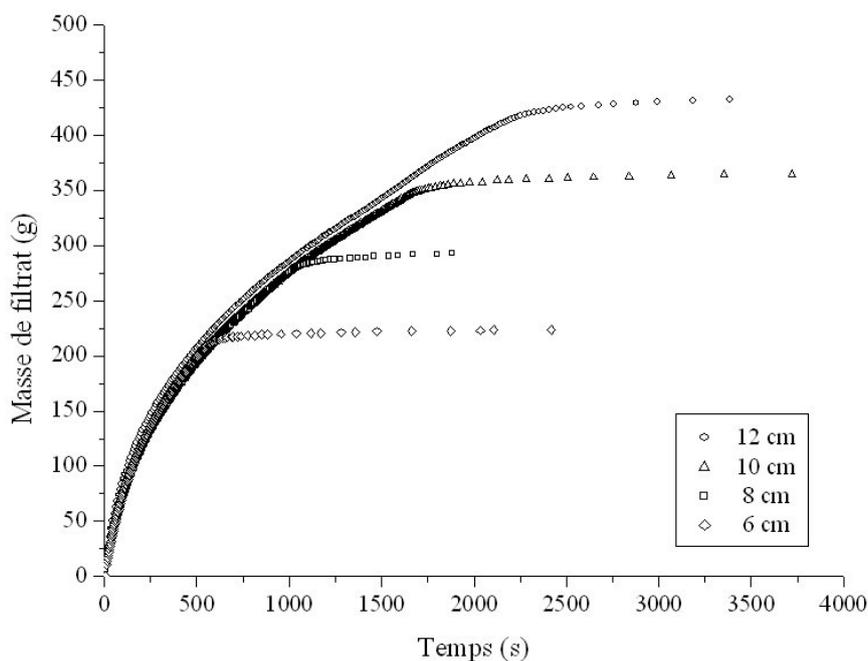


Figure II. 18 : Filtration à différentes hauteurs initiales de suspension (concentration = 9 g/L et  $P = 5$  bar)

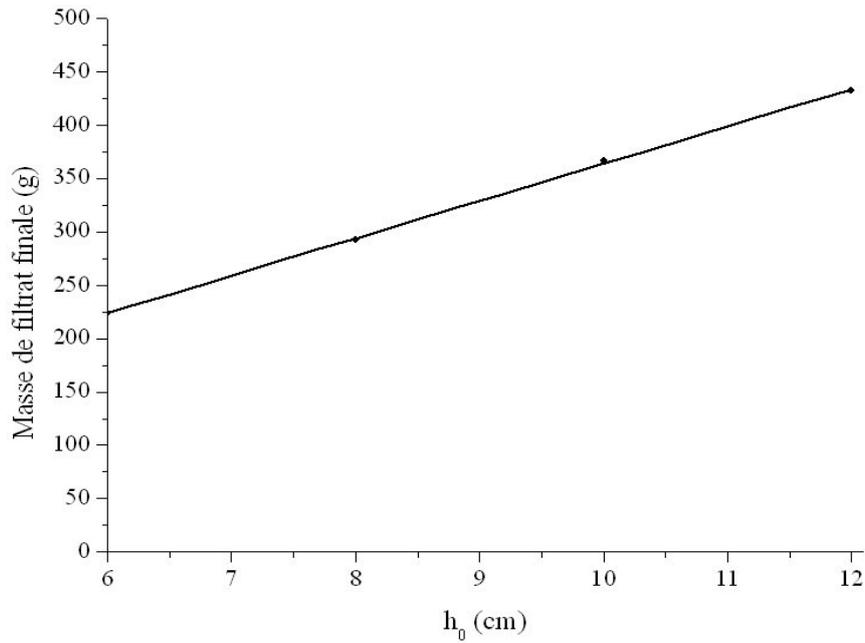


Figure II. 19 : Masse finale de filtrat récupérée en fonction de  $h_0$  (concentration = 9 g/L et  $P = 5$  bar)

De plus, le temps nécessaire (noté  $t^*$ ) pour atteindre une même masse de filtrat réduite (masse de filtrat récupérée en fin de filtration rapportée à la hauteur initiale de suspension) est corrélé à la hauteur initiale élevée au carré,  $h_0^2$  (Figure II. 20).

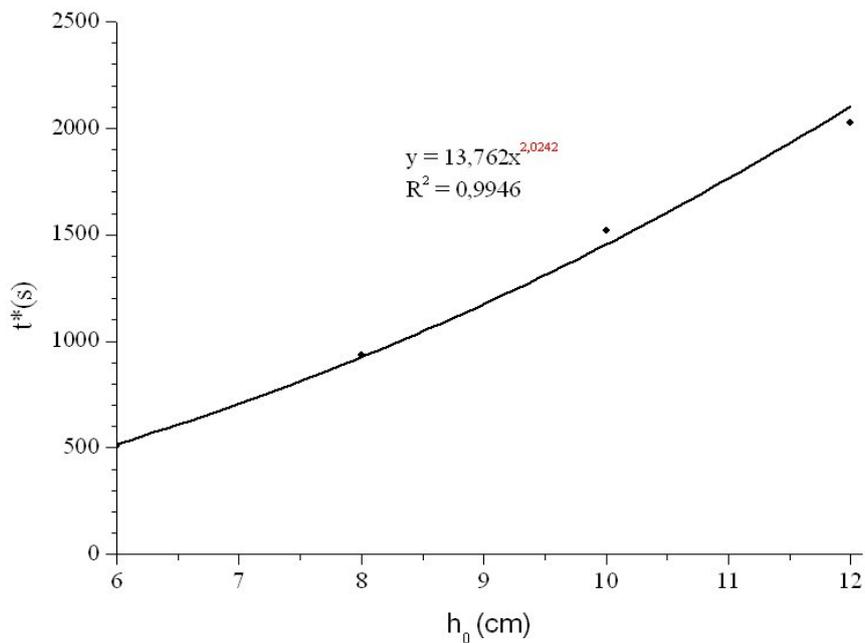


Figure II. 20 : Evolution de  $t^*$  en fonction de  $h_0$  (concentration = 9 g/L et  $P = 5$  bar)

Ainsi, en adimensionnant les profils cinétiques de déshydratation (Figure II. 18) par des paramètres caractéristiques notés  $m^*$  et  $t^*$ , où  $m^*$  est fonction de  $h_0$  et  $t^*$  de  $h_0^2$  (Figure II. 19 et Figure II. 20), les résultats peuvent être représentés par une unique courbe maîtresse (Figure II. 21).

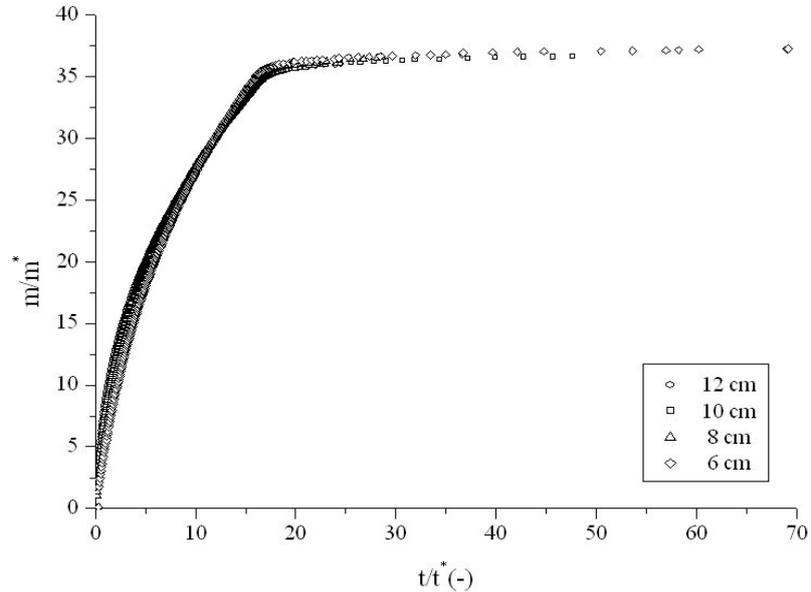


Figure II. 21 : Adimensionnement des profils cinétiques de déshydratation,  $m/m^*$  en fonction de  $t/t^*$  (concentration = 9g/L et  $P = 5$  bar)

Ces résultats recourent ceux obtenus par Stickland *et al.* (2007) qui proposent d'adimensionner les profils cinétiques de déshydratation en traçant  $t/h_0^2$  en fonction de  $(v/h_0)^2$  (Figure II. 22).

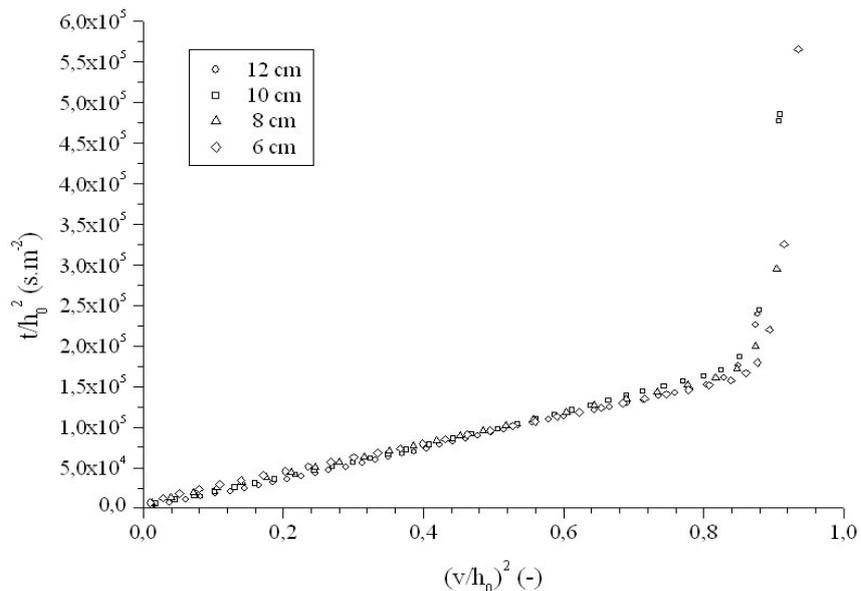


Figure II. 22 : Filtration d'une boue activée non floculée à différentes hauteurs initiales de suspension,  $t/h_0^2$  en fonction de  $(v/h_0)^2$  (concentration = 9 g/L et  $P = 5$  bar)

En conclusion, l'influence du volume initial de suspension sur la cinétique de déshydratation peut être négligée.

### II.3.2. Influence de la concentration initiale en matière solide

L'impact de la concentration initiale en matière solide sur la cinétique de déshydratation a été étudié pour une pression appliquée et un volume initial de suspension constants, sur une gamme de concentration évoluant de 3 à 9 g/L. D'après les essais réalisés il apparaît qu'une augmentation de la concentration initiale induit un volume de filtrat (pour un temps de filtration donné) moindre, tandis que le temps de filtration (pour un volume de filtrat donné) augmente (Figure II. 23).

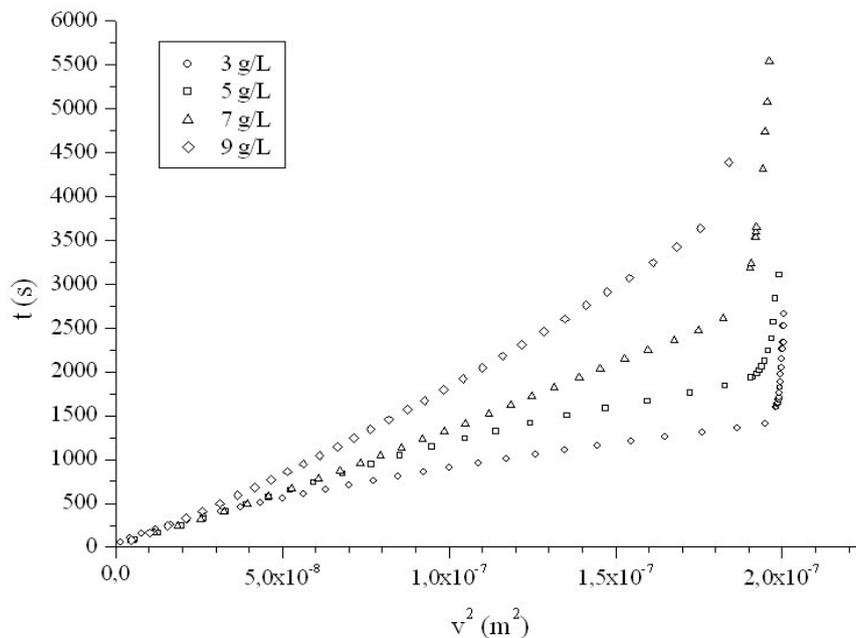


Figure II. 23 : Filtration à différentes concentrations initiales en matière solide  
(Pression = 5 bar)

Par ailleurs, la Résistance Spécifique à la Filtration (RSF), calculée grâce à l'équation de Ruth (équation II.6), augmente au cours du temps mais également avec la concentration initiale (Figure II. 24).

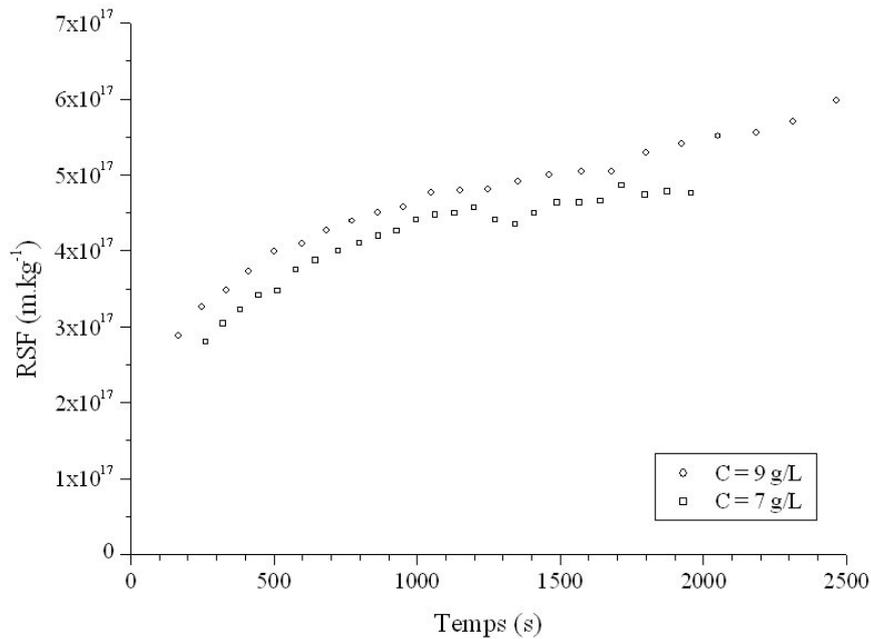


Figure II. 24 : Evolution de la RSF selon la concentration initiale (Pression = 5 bar)

Il semble cohérent d'observer une diminution de la quantité de filtrat recueillie avec la concentration en solide étant donné que la teneur en eau initialement présente au sein de la suspension de boue est moins importante. Par ailleurs, une évolution non linéaire du profil cinétique de déshydratation peut être observée en phase de filtration, notamment lorsque la concentration augmente (Figure II. 23). Au regard de l'équation de filtration établie par Ruth (1946), cette non linéarité peut être attribuée à l'évolution de la RSF avec le temps (Figure II. 24). Dans le cas des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues activées, ce phénomène semble être dû à la diminution, au cours de la phase de filtration, de la porosité du gâteau de boue qui se forme (Sorensen et Hansen, 1993 ; Tiller et Green, 1973). Ainsi pour ce type de matériau, l'équation de Ruth et sa représentation ( $t/v$  en fonction de  $v$ ) ne sont pas bien adaptées pour décrire convenablement l'étape de filtration ; elles ne prennent pas en compte l'évolution de la porosité du gâteau et par conséquent de la RSF tout au long de cette phase de formation du gâteau.

### II.3.3. Influence de la pression appliquée

De nombreux auteurs se sont intéressés à l'influence de la pression sur la filtration et la compression de boues brutes et de boues floculées. Pour cela plusieurs paramètres tels que le débit de filtrat, la résistance spécifique du gâteau, ou encore la siccité finale ont été suivis tout au long de la déshydratation (Sorensen et Sorensen, 1997 ; Baudez, 2001 ; Léonard, 2003 ; Olivier, 2003).

Plusieurs études révèlent une très faible influence (voire inexistante) de la pression appliquée, à la fois sur la siccité finale obtenue et sur la cinétique de déshydratation. Par exemple, Tiller et Kwon (1998) montrent que la relation entre  $V$  et  $t$  est indépendante de la pression appliquée en phase de filtration, si cette pression est suffisamment grande (supérieure à 0,02 bar). Cependant, selon Halde (1980) la pression appliquée affecterait la cinétique de déshydratation des boues seulement au début de la phase de compression. Halde (1980) observe également une augmentation de la siccité avec la pression appliquée alors que Léonard (2003) mesure des siccités identiques en fin de compression quelle que soit la pression considérée. De même, Gazbar (1993) et Baudez (2001) n'observent, sur des boues activées, aucune évolution du débit de filtrat récupéré en modifiant la pression au cours de la phase de compression.

Face aux divergences entre les résultats reportés dans la littérature quant à l'influence de la pression appliquée sur la déshydratation des boues biologiques, il semble intéressant, dans le cadre de la présente étude, de mener une campagne de mesure pour éclaircir ce point. Ainsi, des essais ont été réalisés en CFC à la fois avec des boues activées floculées et non floculées en modifiant les conditions de mise en pression afin de suivre l'influence de celles-ci sur la cinétique de déshydratation en phases de filtration et surtout de compression.

#### *II.3.3.1. Protocole expérimental*

##### ➤ Phase de filtration

Deux séries d'expériences différentes ont été mises en place afin d'étudier l'impact de la pression sur la déshydratation en phase de filtration. Ces essais ont été effectués en appliquant d'une part une pression constante, sur une gamme comprise entre 0 et 7 bar (pression maximale disponible sur le réseau d'air comprimé), et d'autre part des paliers de pression tout au long de la phase de filtration.

Dans ce dernier cas, la déshydratation débute sous une pression appliquée fixée à 1 bar pour une durée de 300 secondes, quel que soit l'essai considéré. Ensuite, la pression appliquée est progressivement augmentée par une succession de paliers de pression constants, jusqu'à atteindre une pression de 7 bar. Cette pression de 7 bar est maintenue constante jusqu'à la fin de l'étape de filtration. La durée de chaque palier de pression est fixée à 300 secondes. Trois paliers de pression différents ont été appliqués, soit respectivement  $\Delta P$  fixé à 1, 2 et 3 bar (Figure II. 25). Dans un souci de comparaison, un test de référence à une pression constante et fixée à 1 bar tout au long de la filtration a été également réalisé.

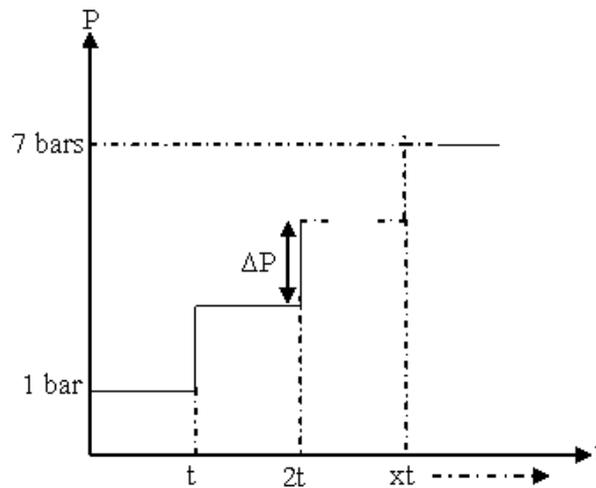


Figure II. 25 : Paliers de pression au cours de l'étape de filtration ( $t = 300$  s)

➤ Phase de compression

Une première série d'expériences a été conduite en appliquant une pression constante, sur une gamme comprise entre 0 et 7 bar. Une seconde série s'est attachée à l'étude de l'impact des paliers de pression sur la cinétique de compression. Lors de ces essais, la boue activée a tout d'abord été filtrée puis comprimée sous une pression de 1 bar jusqu'à atteindre "un état de référence", supposé être le début de la phase de compression (considéré comme origine des temps). A cet instant, la pression appliquée a soudainement été augmentée respectivement à 4 bar et 7 bar. Pour un palier à 7 bar, l'impact de l'instant où le palier de pression est mis en place au cours de la compression a également été étudié. Pour chacune de ces expériences, l'origine de l'étape de compression correspond à l'instant où a lieu la transition entre les phases de filtration et de compression sous une pression de 1 bar.

Enfin, une dernière série d'expériences a été réalisée afin de mettre en évidence l'influence de la vitesse de montée en pression.

Pour cela la boue a été filtrée et comprimée à 1 bar jusqu'à atteindre "l'état de référence" précédemment mentionné, ensuite la pression a été augmentée jusqu'à une valeur de 7 bar sous différentes vitesses de montée en pression (temps de montée en pression respectivement de 300 et 1000 secondes).

### *II.3.3.2. Résultats et discussion*

#### ➤ Phase de filtration

Le comportement des boues activées floculées et non floculées face à l'impact de la pression sur la cinétique de filtration est équivalent. En effet, les profils cinétiques de déshydratation sont similaires quelle que soit la pression appliquée (que ce soit dans le cas d'une pression constante ou lors des paliers de pression) ; toutes les courbes sont superposées (Figure II. 26, Figure II. 27, Figure II. 28). Le changement de pente, à la transition entre la filtration et la compression, a lieu au même instant et le volume de filtrat final est quasi identique d'un essai à l'autre. La faible variation du volume de filtrat recueilli entre chaque test est de l'ordre de grandeur de celle obtenue lors des tests de reproductibilité (Figure II. 15 et Figure II. 16), même si effectivement quelques écarts peuvent être observés d'un essai à l'autre dans le cas de l'étude sur une boue floculée (Figure II. 27).

Cette petite variabilité peut être engendrée par l'étape de floculation des échantillons de boues, qui demande une grande précision lors de la dilution du polymère brut mais également lors de l'injection de celui-ci au sein de la suspension de boue.

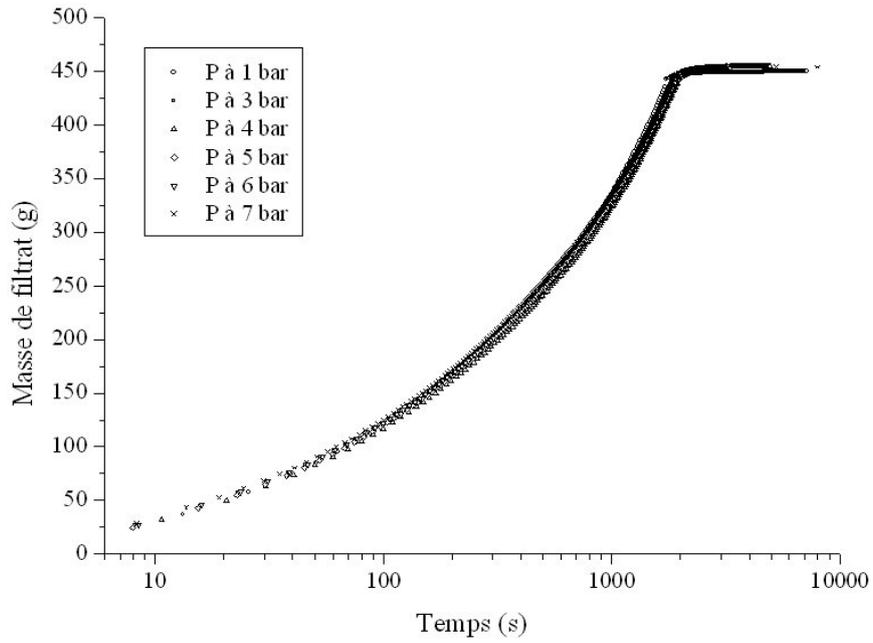


Figure II. 26 : Influence de la pression sur une boue activée non flocculée (concentration = 7 g/L)

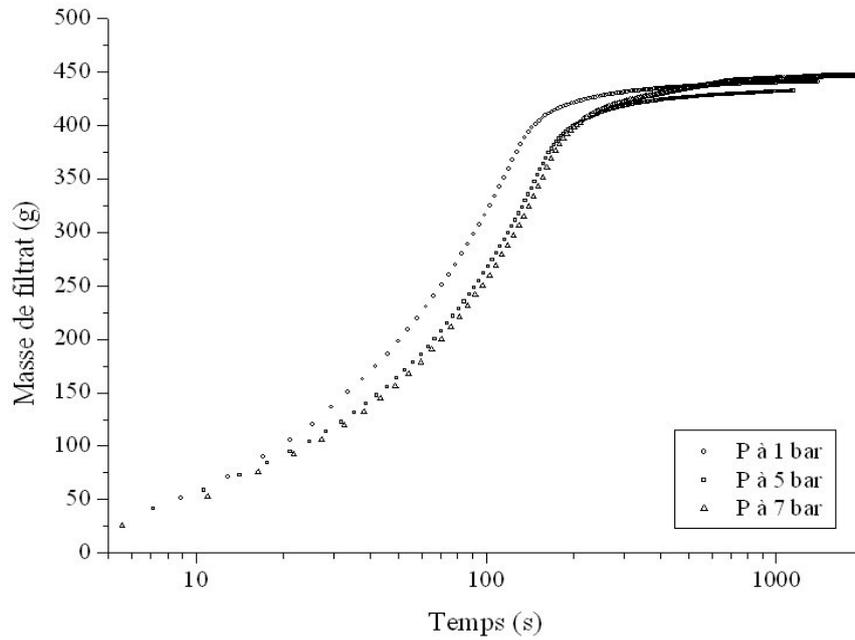


Figure II. 27 : Influence de la pression sur une boue activée flocculée (concentration = 7 g/L)

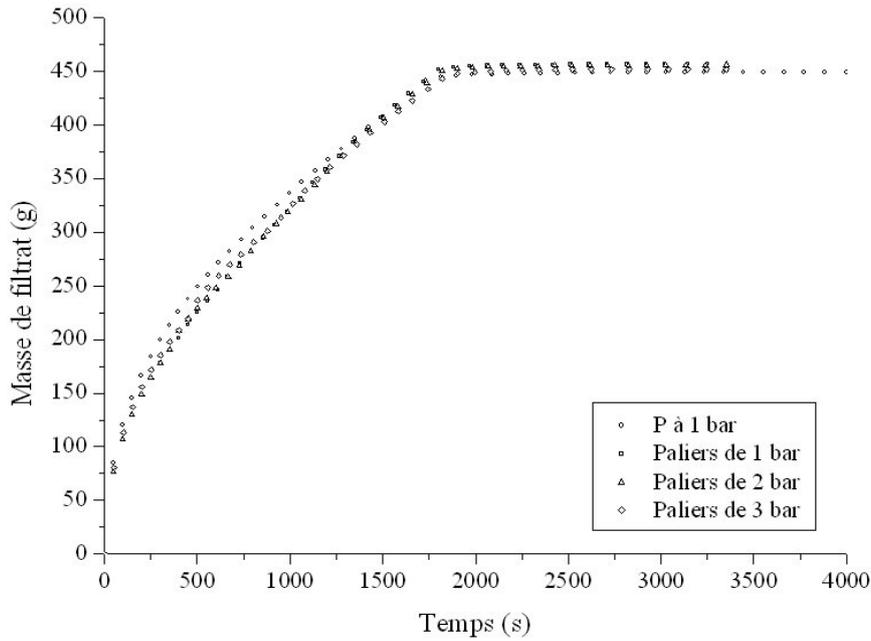


Figure II. 28 : Influence des paliers de pression sur une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L)

Par ailleurs, la cinétique de déshydratation est plus rapide dans le cas d'une boue floculée, même si le volume de filtrat en fin de filtration est proche d'une boue à l'autre (Figure II. 29). L'impact des paliers de pression sur une boue floculée n'a cependant pas pu être étudié du fait de la rapidité de la phase de filtration.

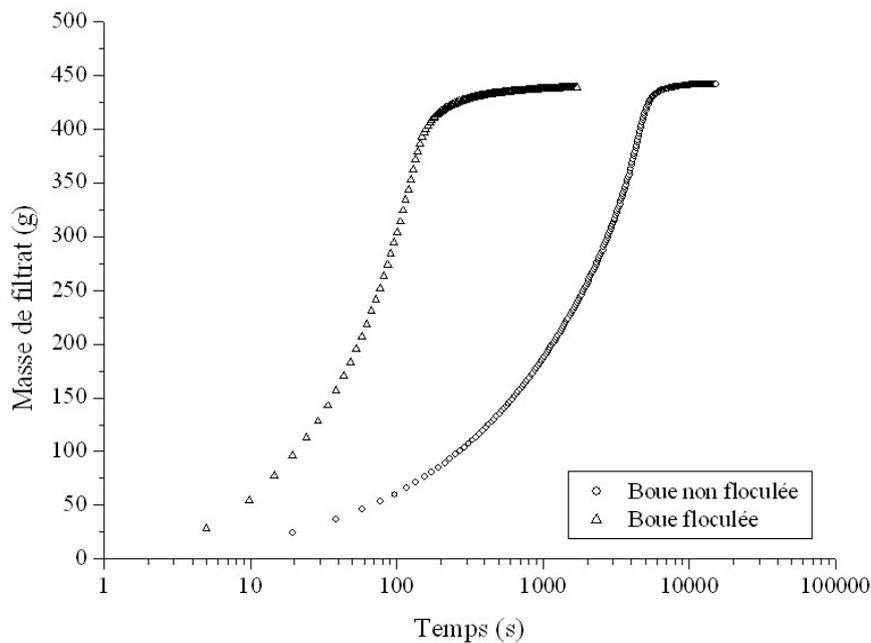


Figure II. 29 : Comparaison des cinétiques de déshydratation en phase de filtration d'une boue activée floculée et non floculée (concentration = 7 g/L et Pression = 7 bar)

La déshydratation d'une boue floculée peut être caractérisée comme un écoulement du filtrat à travers un réseau de floccs déposés sur le média filtrant. L'agglomération des particules solides par le polymère synthétique facilite l'évacuation de l'eau présente dans la région inter-floccs.

Pour une boue non floculée, l'écoulement du filtrat s'effectue à travers un gâteau de boue offrant une porosité moyenne supposée plus faible que celle d'un gâteau de boue floculée. La cinétique d'élimination de l'eau vers la sortie du système est ainsi plus difficile. Cependant, quelle que soit la boue étudiée, la pression appliquée n'a aucune influence sur la déshydratation en phase de filtration, en accord avec la constatation faite par Tiller et Kwon (1998). Dans le cas des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues résiduaires, ce phénomène peut être expliqué par la formation d'une fine couche de gâteau compact et fortement imperméable, à l'interface gâteau de boue/média filtrant (Tiller et Green, 1973 ; Sorensen et Hansen, 1993), qui gouverne largement le processus de déshydratation en phase de filtration. Ce phénomène semblerait être accentué par un colmatage progressif du gâteau et du média filtrant suite à la migration de fines particules à travers ces deux milieux. Par conséquent, la résistance à l'écoulement se trouve essentiellement présente dans la fine couche précédemment mentionnée et la notion de résistance spécifique ramenée à l'intégralité du gâteau déposé, perd un peu de son sens physique et de sa représentativité.

En conclusion, il semble difficile d'améliorer la déshydratation des boues activées floculées et non floculées en augmentant uniquement la pression appliquée, en phase de filtration.

➤ La transition entre les phases de filtration et de compression

Pour étudier la cinétique de déshydratation des boues en phase de compression, il est nécessaire de déterminer de façon précise le point de transition entre les phases de filtration et de compression. La cinétique de déshydratation des boues en CFC est classiquement étudiée grâce au suivi de la masse de filtrat récupérée au cours du temps ; la représentation sous le format  $t/V = f(V)$  permet de visualiser les phases de filtration et de compression (Figure II. 7). Cependant, dans le cas des matériaux extrêmement compressibles, la transition entre ces deux phases est peu évidente à distinguer étant donné qu'en phase de filtration la courbe  $t/V$  en fonction de  $V$  n'est pas tout à fait linéaire (Figure II. 23). Cependant, Konnur *et al.* (2008) ont proposé une méthode de détermination du point de transition assez fiable (cf. II.1.2.3.) selon laquelle la transition entre les phases de filtration et de compression est marquée par un

changement de pente brutal de la courbe  $d(\text{fraction solide})/dt$  versus  $t$  (Figure II. 30). Cette procédure sera utilisée durant notre étude.

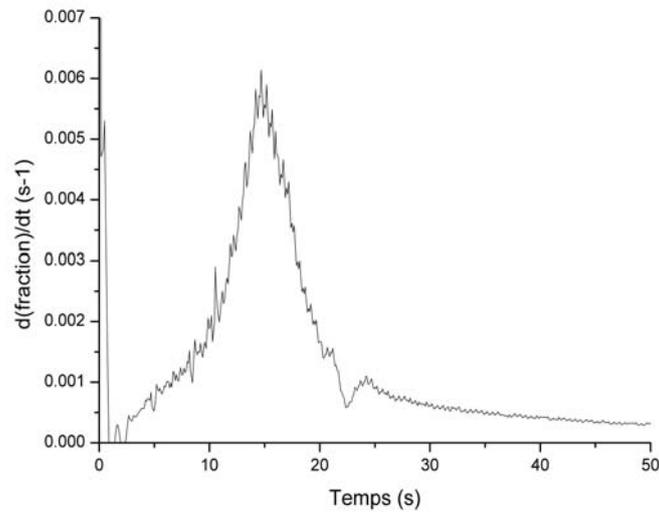


Figure II. 30 : Evolution de la fraction massique solide d'une suspension de boue activée non floculée au cours de la déshydratation en CFC

Afin de valider son utilisation, cette méthode de détermination du point de transition a été comparée à celle basée sur la représentation de  $t/V$  en fonction de  $V$ . Cette deuxième méthode donne généralement de bons résultats sur des matériaux minéraux (de type Kaolin), pour lesquels le profil cinétique en phase de filtration est linéaire.

Pour tester la méthode proposée par Konnur *et al.* (2008) des essais préliminaires ont été réalisés en CFC avec une suspension de Kaolin. L'instant d'entrée en phase de compression est quasi identique quelle que soit la méthode de détermination utilisée (Tableau II. 2). Par conséquent, la méthode proposée par Konnur *et al.* (2008) permet bien de déterminer le point de transition entre les phases de filtration et de compression. Cette méthode a été privilégiée dans la suite des travaux car elle permet une détermination plus précise du point de transition dans le cas des matériaux extrêmement compressibles tels que la boue (Figure II. 30).

Tableau II. 2 : Temps de filtration correspondant à l'entrée en phase de compression pour une suspension de Kaolin

	Méthode classique ( $t/V = f(V)$ )	Méthode de Konnur <i>et al.</i> (2008)
<b>Point de transition (s)</b>	2383	2385

➤ Phase de compression

Contrairement aux résultats obtenus en phase de filtration, la pression appliquée a un impact non négligeable sur le comportement de la boue en phase de compression. Le volume de filtrat recueilli augmente avec la pression appliquée, que ce soit dans le cas d'une pression constante ou d'une montée progressive en pression (par paliers) dès l'entrée en phase de compression (Figure II. 31, Figure II. 32, Figure II. 33).

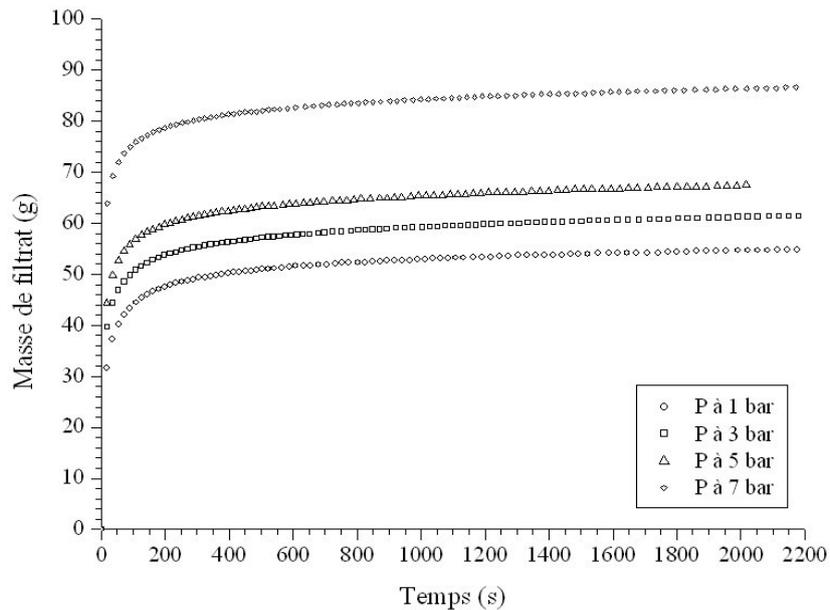


Figure II. 31 : Influence de la pression sur la compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L)

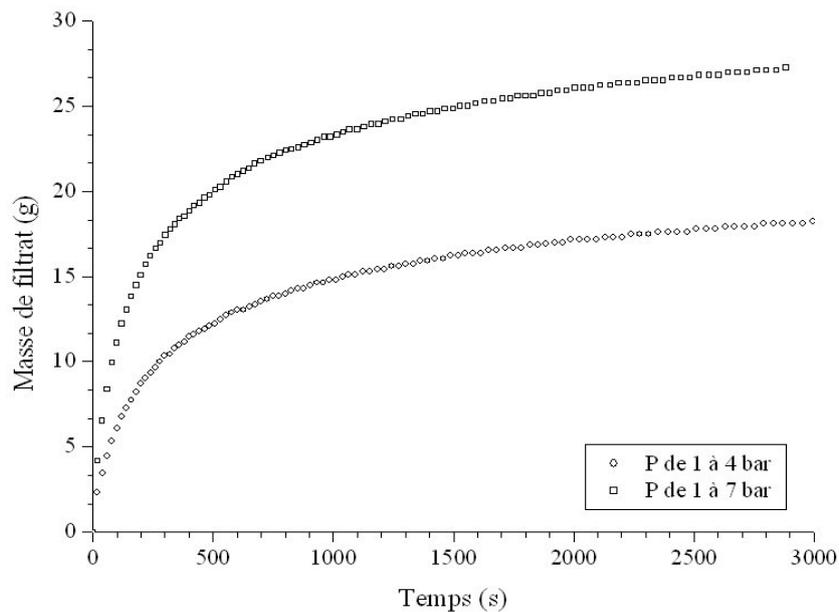


Figure II. 32 : Influence de paliers de pression sur la compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L)

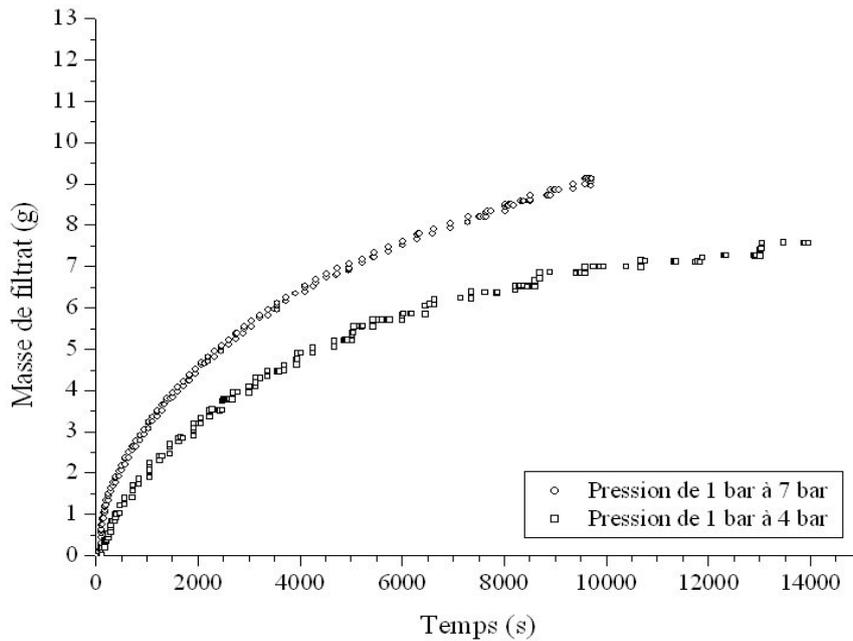


Figure II. 33 : Influence de paliers de pression sur la compression d'une boue activée non floculée  
(concentration = 7 g/L)

L'épaisseur du gâteau formé à l'entrée de la phase de compression est très proche d'un essai à l'autre, puisque la pression n'a aucun impact sur le volume de filtrat récupéré en fin de filtration. Par conséquent, le gradient de pression moyen à travers le gâteau, c'est à dire le rapport de la différence de pression entre celle appliquée sur le piston et celle au niveau du filtre (pression atmosphérique) sur l'épaisseur du gâteau, augmente avec la pression appliquée. L'écoulement du filtrat est ainsi favorisé lorsque la force motrice augmente (Figure II. 31, Figure II. 32, Figure II. 33). Par ailleurs, la pression s'applique à la fois sur les phases liquides ( $P_L$ ) et solides ( $P_s$ ) du gâteau de boue. En phase de compression, la pression sur le solide augmente au cours du temps et évolue vers la pression appliquée tandis que la pression liquide diminue. Au regard des équations constitutives, dans le cas des matériaux extrêmement compressibles l'augmentation de  $P_s$ , et par conséquent de la pression appliquée, se traduit par une diminution de la porosité du gâteau de boue. Ainsi, il semble opportun d'émettre l'hypothèse que l'écoulement du filtrat résulte à la fois de la différence de pression liquide qui règne à travers le gâteau mais également de la déformation de celui-ci sous l'action d'une contrainte. Cette déformation favorise l'expulsion de l'eau vers l'extérieur du système. Cependant, quel que soit le couple pression appliquée/temps de compression, le comportement mécanique du gâteau de boue reste identique. En effet, en adimensionnant les profils cinétiques de déshydratation (Figure II. 31) par des paramètres caractéristiques notées  $h^*$  et  $t^*$ , on obtient une seule courbe maîtresse (Figure II. 34).

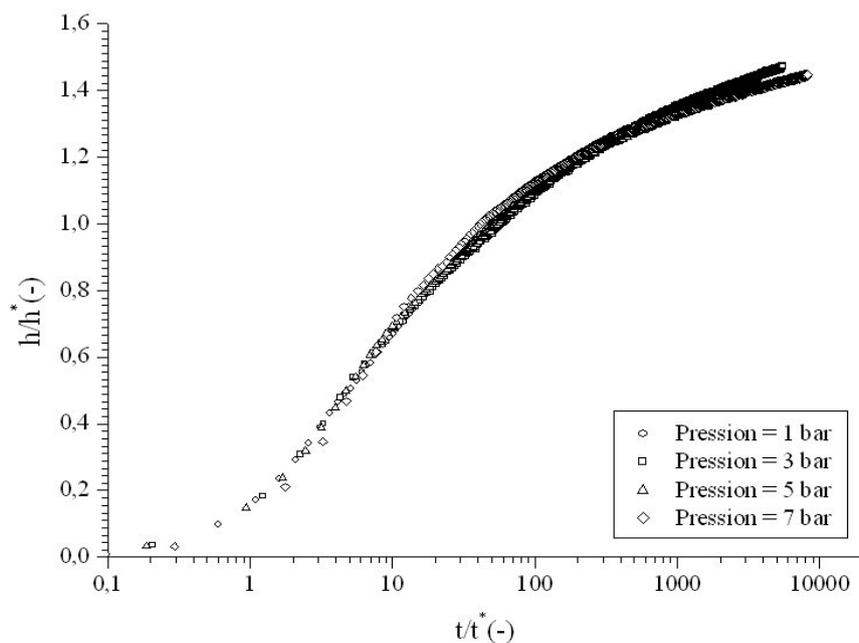


Figure II. 34 : Adimensionnement des profils cinétiques de compression pour une boue activée floculée (concentration = 7g/L)

Finalement, la déshydratation des boues activées en phase de compression est fonction de la pression appliquée mais également du temps d'application. Une quantité identique de filtrat peut être recueillie quelle que soit la pression appliquée, cependant le temps de compression nécessaire pour atteindre cet objectif de déshydratation sera plus élevée pour une faible valeur de pression.

Ainsi, à partir des profils cinétiques de déshydratation (Figure II. 31), il est donc possible de construire des abaques permettant de choisir le couple pression/temps le mieux adapté aux siccités que l'on souhaite atteindre (Figure II. 35).

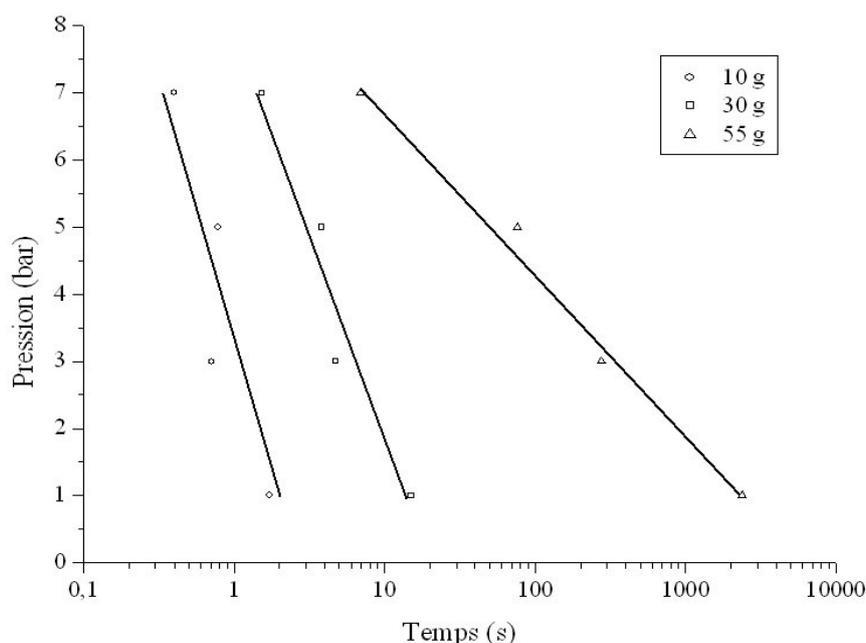


Figure II. 35 : Représentation du couple pression appliquée/temps de compression pour différentes masses de filtrat recueillies

A l'échelle industrielle, il serait intéressant, pour un appareil de déshydratation donné, d'établir plusieurs abaques de ce type en fonction de la boue utilisée. Cela permettrait, dans un souci de réduction des coûts de fonctionnement, de choisir le couple pression/temps le mieux adapté à l'objectif de déshydratation fixé. Par exemple, au regard de l'évolution du couple pression/temps pour une masse de filtrat recueillie de 30 g, il n'est peut être pas nécessaire d'appliquer une pression de 7 bar alors que pour une pression quasiment deux fois moindre le même objectif est atteint pour un temps d'application légèrement plus long (Figure II. 35). Cependant, pour une masse de filtrat recueillie vers la fin de la phase de compression, par exemple 55 g, l'application d'une pression élevée semble nécessaire au regard du temps de compression (Figure II. 35). Cet effet semble dépendre de l'évolution de la structure du gâteau de boue au cours de la compression.

En effet, il apparaît que plus le changement de pression est appliqué tardivement au cours de la compression et plus le volume de filtrat récupéré est faible (Figure II. 36, Figure II. 37), même si la masse de filtrat finale tend vers des valeurs proches d'un essai à l'autre. La pression semble ainsi avoir une incidence plus marquée sur le gâteau de boue lorsque celui-ci n'est pas tout à fait compact.

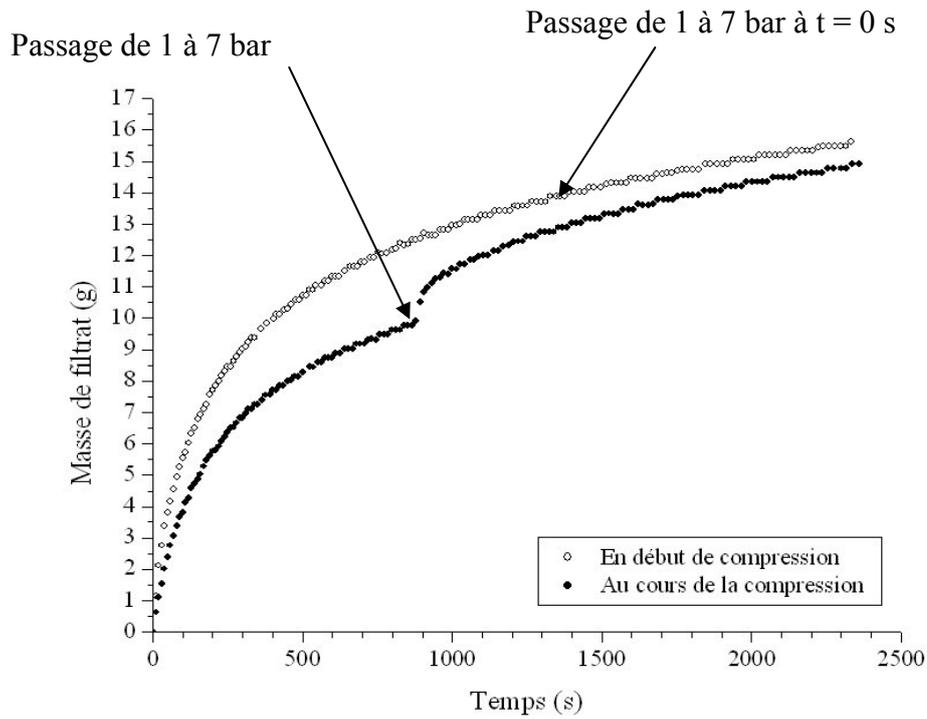


Figure II. 36 : Influence de la variation de pression à différents instants sur la cinétique de compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar)

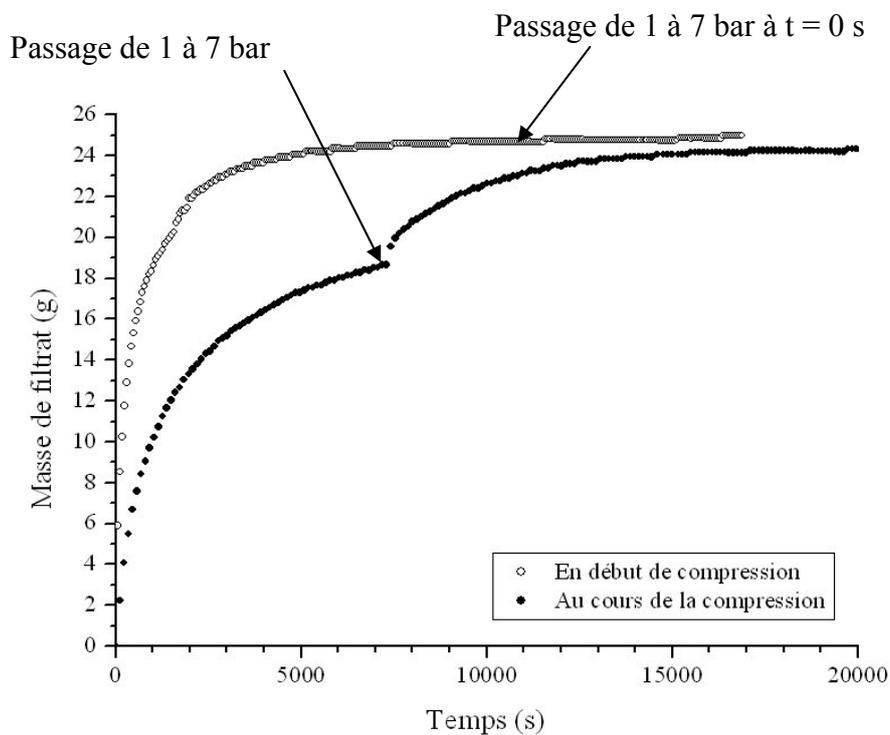


Figure II. 37 : Influence de la variation de pression à différents instants sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar)

Cette évolution de structure du matériau au cours de la compression est similaire, que la boue soit floculée ou non. Cependant, la faculté d'une boue floculée à être déshydratée est plus importante, à la fois en termes de cinétique et de quantité de filtrat recueillie (Figure II. 38).

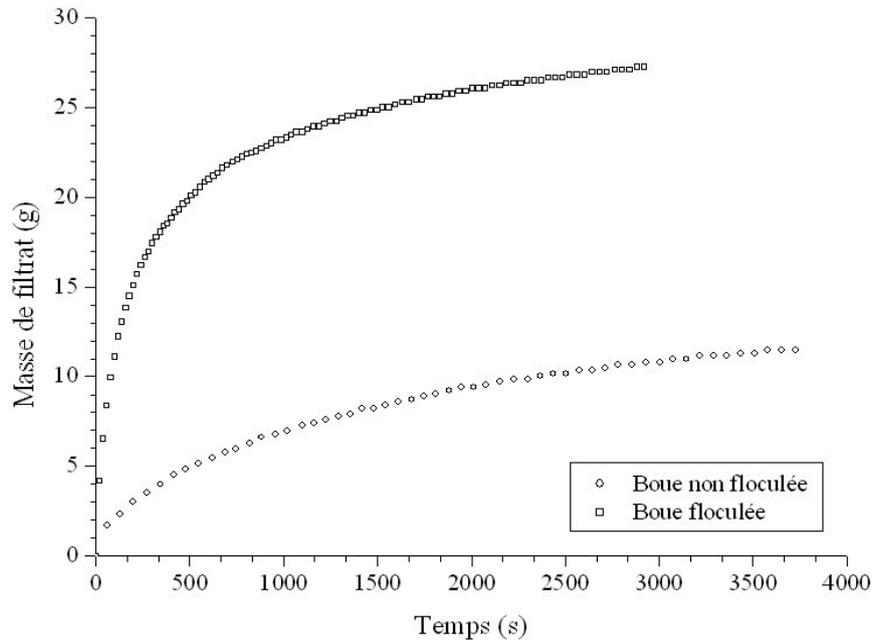


Figure II. 38 : Comparaison de la compression d'une boue activée floculée et non floculée lors d'une variation de pression en début de compression (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar)

Cette différence de comportement peut être attribuée à une compressibilité accrue des gâteaux de boue floculée. La boue non floculée semble ainsi être davantage structurée à l'entrée de la phase de compression, ce qui limiterait l'écoulement du filtrat à travers le gâteau sous l'action d'une contrainte. Par ailleurs, ces essais en compression ont permis de mettre en évidence le phénomène de relaxation de la boue. Lors de la montée en pression (en régime transitoire), le débit de filtrat récupéré (pente de la courbe de l'origine au passage à une pression de 7 bar) est d'autant plus important que la vitesse de montée en pression est rapide (Figure II. 39, Figure II. 40). Cette montée rapide en pression favorise ainsi l'augmentation du volume de filtrat récupéré à l'issue du régime transitoire (lorsque la pression reste constante et fixée à 7 bar). La boue semble relaxer davantage (autrement dit se restructurer afin de s'adapter à la contrainte imposée) lors d'une plus faible vitesse de montée en pression et libérer ainsi moins d'eau.

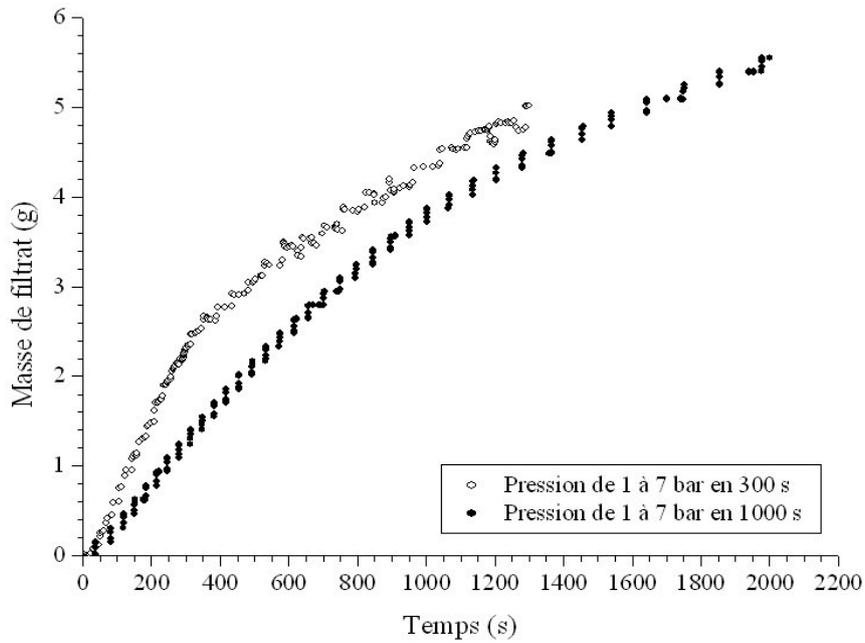


Figure II. 39 : Influence de la vitesse de montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L)

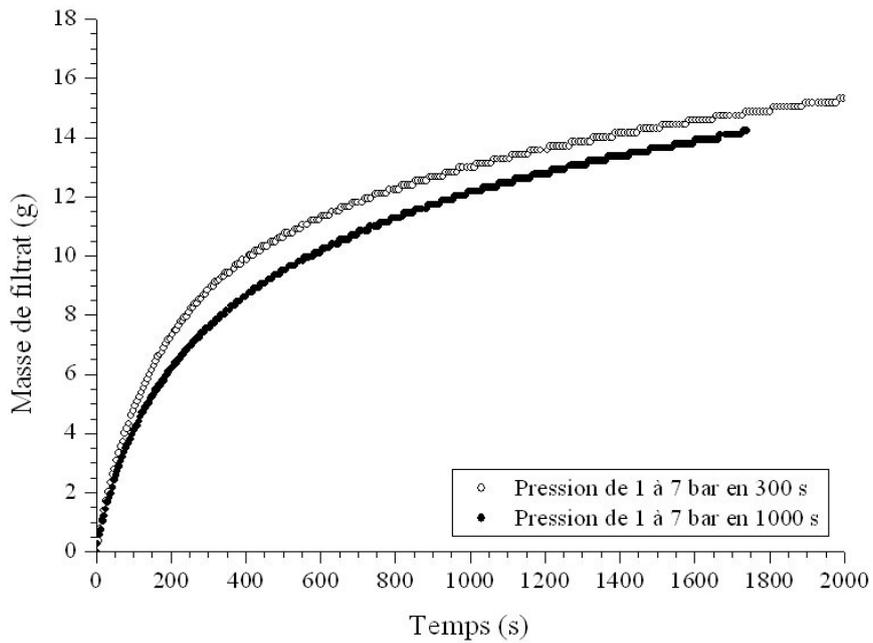


Figure II. 40 : Influence de la vitesse de montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L)

En conclusion, la pression appliquée affecte la déshydratation des boues, notamment au début de la phase de compression, ce qui est en accord avec les observations de Halde (1980). D'un point de vue industriel, un tel résultat implique que la pression doit être la plus élevée possible et augmentée rapidement en début de compression.

Par exemple dans le cas des filtres à bandes, ce résultat pourrait orienter les efforts de dimensionnement en étudiant de façon plus précise la répartition de la pression sur l'ensemble de la machine.

En effet, les filtres à bandes fonctionnent essentiellement en compression, la filtration ayant lieu souvent sur une table d'égouttage située en amont. Ainsi, il semble intéressant d'appliquer une pression la plus élevée possible dès le premier rouleau de pressage. Dans le cas des filtres presse à plateaux, la pression appliquée par la membrane doit être importante dès que le gâteau a fini de remplir la chambre (en début de compression).

Ces résultats montrent également que la porosité est fonction de la pression appliquée mais également des conditions de mises en pression (temps d'application et vitesse de montée en pression). Pour une même pression appliquée mais à différents instants, le volume de filtrat récupéré est différent (Figure II. 36, Figure II. 37), ceci semble essentiellement dû au phénomène de relaxation de la boue (Figure II. 39, Figure II. 40). Par conséquent, les équations constitutives classiquement utilisées dans la littérature semblent mal adaptées pour décrire le comportement des matériaux extrêmement compressibles et notamment des boues résiduaires.

Elles doivent ainsi être reformulées afin de tenir compte de l'évolution de la structure du matériau au cours du temps et plus précisément du phénomène de relaxation.

#### II.3.4. Conclusion

Suite à l'étude de l'influence des paramètres opératoires sur la cinétique de déshydratation des boues activées brutes et floculées, il apparaît que seule la variation de la pression appliquée sur le piston entraîne une modification notable du comportement des boues en déshydratation ; cet impact est cependant observé uniquement lors de la phase de compression. Pour extraire une quantité importante de filtrat la pression appliquée doit être relativement élevée. Néanmoins, les conditions de mise en pression ont également une influence significative sur le comportement de la boue en compression.

Cette étude indique également les limites de l'utilisation des théories classiques de la filtration pour décrire correctement le comportement des boues activées au cours des phases de filtration et de compression.

De nouvelles recherches sont nécessaires pour rendre compte du comportement viscoélastique des gâteaux de boues. En ce sens, la suite de ce chapitre a pour but d'étudier le comportement des boues en déshydratation, et notamment en compression, et d'essayer de le relier à l'évolution de la structure du gâteau formé.

Pour ce faire, l'impact sur la cinétique de compression, de phénomènes préalablement mentionnés, à savoir la formation d'une fine couche de gâteau dense et imperméable et le phénomène de relaxation seront discutés.

#### **II.4. Effet de la fine couche de gâteau sur la cinétique de déshydratation en CFC**

Différents essais de compression ont été réalisés à pression constante (6 bar) en Cellule de Filtration-Compression en modifiant la quantité initiale de boue pâteuse à déshydrater. Des hauteurs initiales de 1 et 2 cm, ont été testées afin de mettre en évidence l'impact de la formation d'une fine couche de gâteau dense et imperméable sur la cinétique de compression. Une boue pâteuse (classiquement nommée "semi-solide") a été utilisée afin d'obtenir des épaisseurs initiales à déshydrater plus importantes. Cette forte concentration initiale de la boue permet également de se placer directement dans des conditions de déshydratation en phase de compression (phase généralement la plus importante de la déshydratation à l'échelle industrielle).

##### **II.4.1. Préparation des échantillons de boue**

La suspension de boue prélevée à la recirculation de la station d'épuration de Varennes-sur-Allier, est tout d'abord concentrée par un système de filtration sous vide (de type Büchner) à une teneur proche de 10 % en matière sèche. Or, les boues en sortie de table d'égouttage sont classiquement proches d'une siccité de 6-8 %. Pour se rapprocher de cet ordre de grandeur, la boue est ensuite ramenée à une teneur en matière sèche de 8 % en ajoutant le filtrat recueilli lors de la filtration sur Büchner. A cette concentration la boue est pâteuse et peut être considérée comme étant "semi-solide" et la déshydratation dans la CFC opère directement en compression.

De plus, au début de chaque essai en CFC la boue est précisailée et homogénéisée à l'aide d'un mélangeur afin qu'elle se trouve dans des conditions rhéologiques initiales identiques.

#### II.4.2. Mise en évidence de la fine couche

Afin de comparer correctement les résultats obtenus suite à l'influence de la quantité initiale de boue à déshydrater sur la cinétique de compression, la masse de filtrat recueillie est adimensionnée par la masse d'eau ( $m_0$ ) contenue dans la boue au début de chaque expérience. Il apparaît alors que la siccité du gâteau de boue augmente lorsque l'épaisseur initiale de l'échantillon diminue (Figure II. 41).

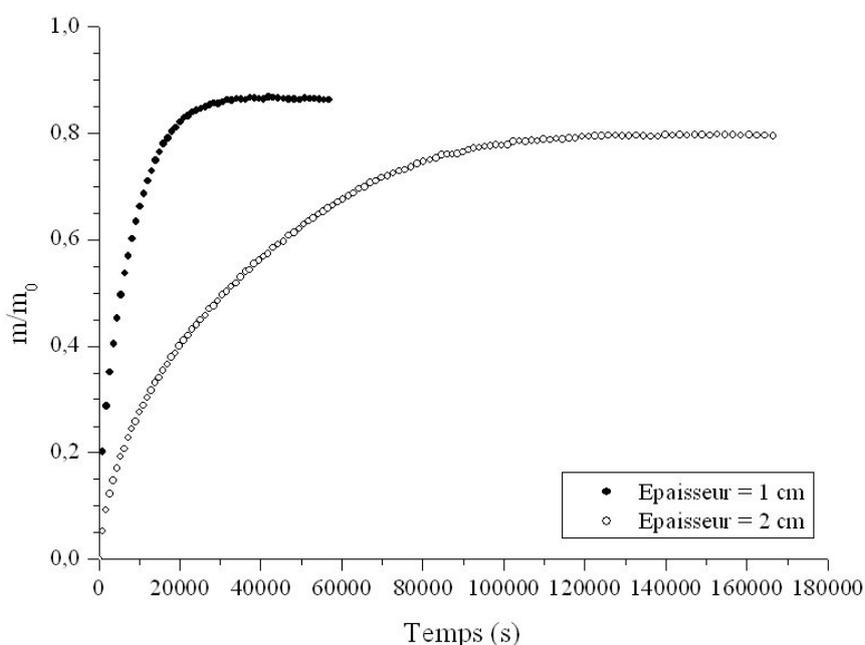


Figure II. 41 : Influence de la quantité de boue à déshydrater sur la compression d'une boue semi-solide (pression appliquée de 6 bar)

Cette constatation peut être expliquée, en partie, par le gradient de pression moyen à travers le gâteau. La pression totale à la surface du gâteau est proche de la pression appliquée (en négligeant les forces de frottements entre le piston et la paroi de la cellule) et celle au niveau du média filtrant correspond à la pression atmosphérique (en négligeant la résistance du media filtrant). Ainsi, le gradient de pression augmente (à pression constante) pour une épaisseur plus faible, favorisant ainsi la compression de la boue. L'évolution de la déformation moyenne du gâteau de boue ( $(h_0-h)/h_0$ ), calculée à partir des cinétiques de compression, avec  $h_0$

l'épaisseur initiale de l'échantillon et  $h$  l'épaisseur du gâteau au cours de la déshydratation, indique quant à elle un comportement non homogène du gâteau de boue.

Or, la boue peut être considérée comme un système constitué de deux phases non compressibles (liquide et solide), ainsi le volume d'eau évacué à la base de la CFC suite au déplacement du piston doit être égal au volume de filtrat recueilli sur la balance, afin de répondre au principe de conservation de la masse. L'évolution de la masse de filtrat recueillie calculée par la mesure de la diminution de l'épaisseur du gâteau dans la CFC est par conséquent linéaire (Figure II. 42).

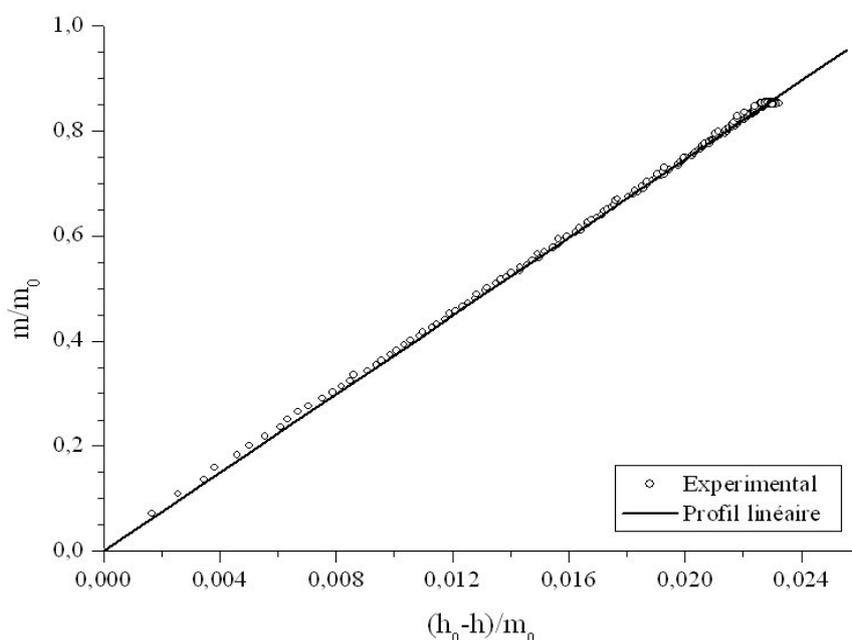


Figure II. 42 : Evolution de la masse de filtrat recueillie selon la diminution de l'épaisseur du gâteau au cours de la compression (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar)

Cependant, bien que la siccité finale diminue avec l'épaisseur initiale de boue (Figure II. 41), la déformation moyenne finale du gâteau de filtration reste quasiment identique (Figure II. 43). Par conséquent, l'évolution de la masse de filtrat en fonction de la déformation moyenne du gâteau est décalée par rapport à la bissectrice (Figure II. 44).

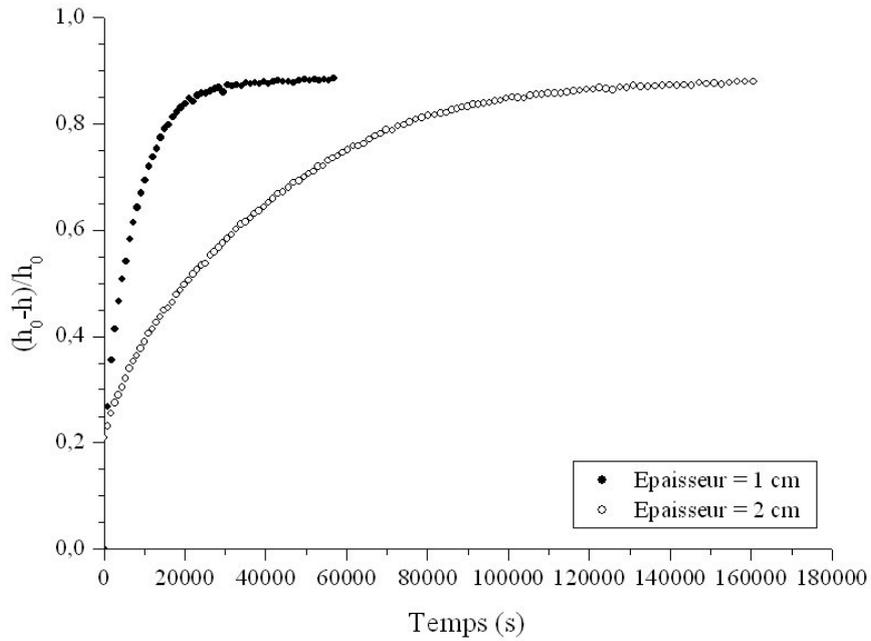


Figure II. 43 : Evolution de la déformation moyenne du gâteau au cours du temps pour différentes quantités initiales de boue à déshydrater (pression appliquée de 6 bar)

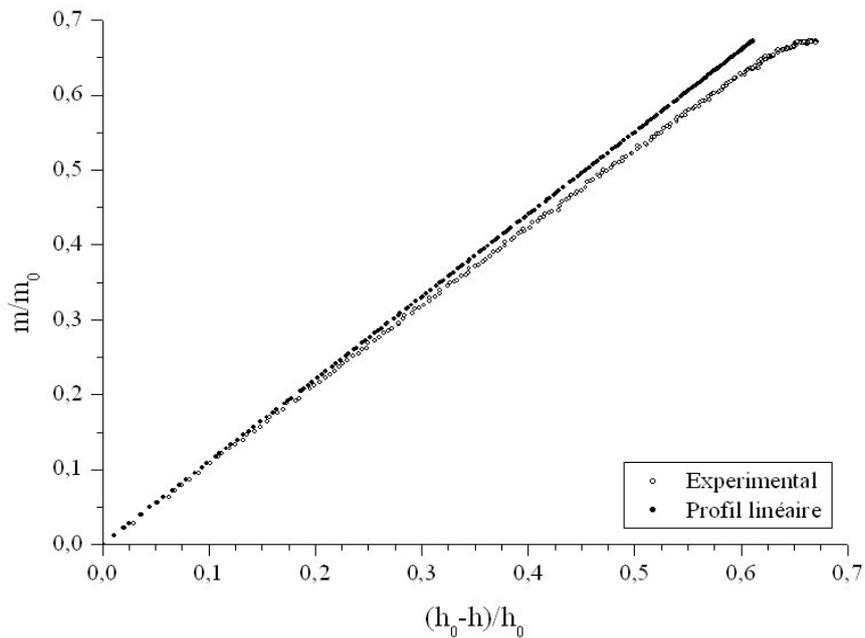


Figure II. 44 : Evolution de la masse de filtrat selon la déformation moyenne du gâteau de boue (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar)

Cet écart des résultats expérimentaux par rapport à la première bissectrice (Figure II. 44) en comparaison à la linéarité observée sur la Figure II. 42 peut s'expliquer par le fait que la déformation du gâteau de boue n'est pas uniforme sur l'intégralité de son épaisseur. En accord avec la littérature (Tiller et Green, 1973 ; Sorensen et Hansen, 1993), cette hétérogénéité est supposée être due à la formation d'une fine couche dense de gâteau à l'interface gâteau/média filtrant. Ainsi, du fait d'une siccité importante, cette fine couche doit être plus compacte que l'autre partie du gâteau. Elle subit ainsi beaucoup moins l'influence de la pression appliquée par le piston et sa déformation peut être négligée devant celle du reste du gâteau (Figure II. 45).

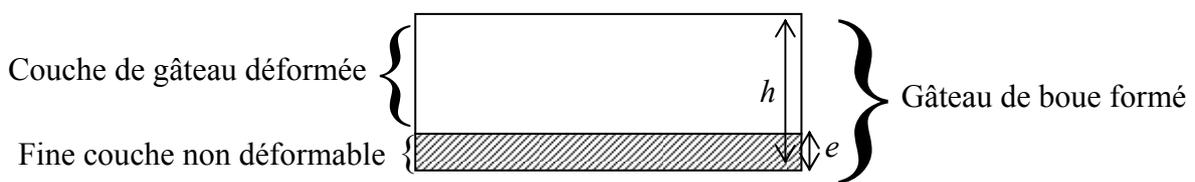


Figure II. 45 : Représentation schématique du gâteau de boue semi-solide au cours de la déshydratation

Selon cette hypothèse, pour une même déformation du gâteau, la masse de filtrat mesurée est plus faible que celle déduite de la variation de hauteur du piston (Figure II. 44). L'expression de la déformation moyenne du gâteau, en tenant compte de la présence de la fine couche non déformable, peut s'écrire sous la forme :  $\frac{[h_0 - (h - e)]}{h_0}$  avec  $e$  l'épaisseur de la fine couche à

l'instant  $t$ . En début de compression où la fine couche est encore inexistante, on retrouve l'expression classique de la déformation moyenne du gâteau  $(h_0 - h/h_0)$  ; les profils théoriques et expérimentaux sont superposés aux premiers instants (Figure II. 44). En présence de la fine couche, il est nécessaire, d'après les expressions précédentes, de comprimer davantage la partie déformable du gâteau de boue pour recueillir la même masse de filtrat suite à la déformation d'un gâteau de boue uniforme sur son épaisseur (absence d'une fine couche dense) (Figure II. 44). L'écart à la linéarité est tout simplement accentué par l'augmentation de l'épaisseur de la fine couche au cours du temps.

Ainsi, l'expression de l'évolution de l'épaisseur de la fine couche au cours du temps peut être déterminée à partir de la différence de déformation (notée  $\varepsilon$ ) existante, pour une même masse de filtrat, entre les profils théoriques et expérimentaux. Cette différence des déformations peut être écrite sous la forme suivante :

$$\varepsilon(t) = \left[ \frac{h_0 - (h - e)}{h_0} \right] - \left[ \frac{h_0 - h}{h_0} \right] \quad (\text{II.23})$$

Soit encore :

$$e(t) = h_0 * \varepsilon(t) \quad (\text{II.24})$$

#### II.4.3. Influence de la fine couche sur la compression

L'évolution de l'épaisseur de la fine couche au cours de la compression (Figure II. 46) peut être estimée à partir de l'équation II.24 et des profils de déformation de la Figure II. 44.

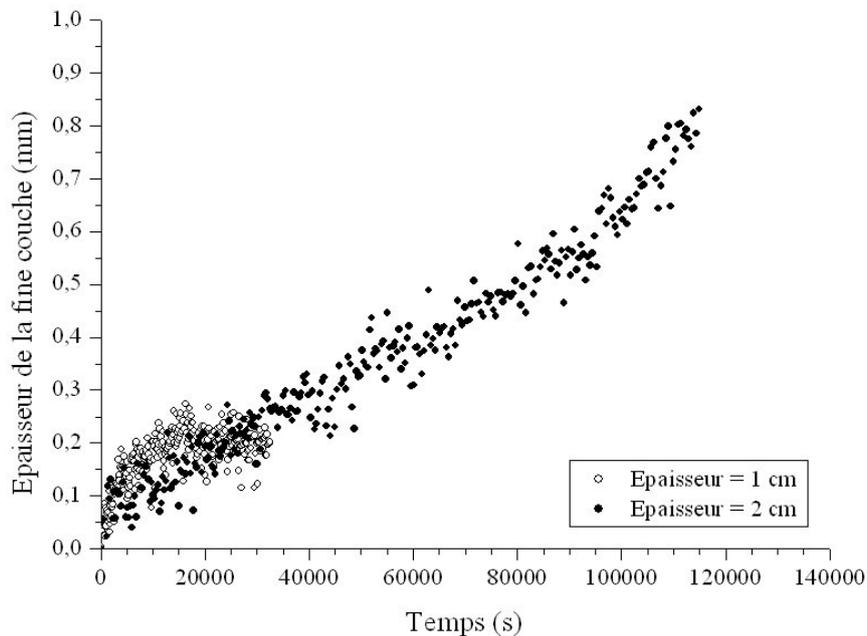


Figure II. 46 : Evolution de l'épaisseur de la fine couche au cours de la compression pour une boue semi-solide (pression appliquée de 6 bar)

La vitesse de formation de la fine couche est plus lente pour une épaisseur initiale d'échantillon élevée, cependant son épaisseur finale est plus grande. De plus, il apparaît que les cinétiques de déshydratation et de formation de la fine couche évoluent de façon similaire en fonction de la quantité initiale de boue (Figure II. 41, Figure II. 46). Le gradient de pression moyen à travers le gâteau est plus élevé pour une épaisseur de gâteau faible. Ainsi, l'évacuation de l'eau est favorisée, ce qui conduit à la formation plus rapide de la fine couche dense au niveau du média filtrant. Par ailleurs, les résultats obtenus montrent que la siccité finale du gâteau de boue est réduite pour une épaisseur de fine couche élevée. Le développement de cette fine couche dense de gâteau semble donc contrôler, en partie, la cinétique de compression. D'un point de vue industriel, il pourrait donc être utile, en fonction de l'appareil utilisé, de connaître le couple -épaisseur de boue à déshydrater/temps de déshydratation- optimal. Il serait également intéressant de réfléchir à une modification possible de la conception des appareils de déshydratation mécanique afin de limiter l'effet de la couche dense de gâteau sur la cinétique de compression. Par exemple, dans le cas des filtres presses l'espace inter-plateaux pourrait être réduit afin de diminuer l'épaisseur du gâteau de boue à l'entrée de la phase de compression. Les fréquences de débâtissage seront évidemment accélérées cependant les siccités finales obtenues devraient être plus élevées. Par ailleurs, la mise en œuvre d'un système d'élimination de la fine couche de gâteau en continu pourrait être envisagée.

#### II.4.4. Conclusion

Le développement d'une fine couche dense à l'interface media filtrant/gâteau joue un rôle prépondérant sur la cinétique de filtration (cf. III.3.3.2. ; Tiller et Green, 1973 ; Sorensen et Hansen, 1993) mais également sur la déshydratation en phase de compression. La présence de cette fine couche entraîne un gradient de pression moyen à travers le gâteau non uniforme et l'efficacité de la compression semble limitée lorsque la quantité de boue à déshydrater est élevée. La couche dense de gâteau peut être considérée comme un nouveau média filtrant faiblement déformable et peu perméable, qui limite l'écoulement du filtrat. La densification de cette couche de gâteau semble être liée aux modifications de la structure du gâteau de boue sous l'action d'une contrainte.

En toute fin de compression, la masse de filtrat recueillie n'évolue plus alors que la déformation moyenne du gâteau de boue continue d'augmenter légèrement (Figure II. 44). Ainsi, on peut émettre l'hypothèse que l'écart observé entre les profils expérimentaux et théoriques peut être induit par l'association de cet effet de fluage avec la formation d'une couche dense de gâteau. Quelques auteurs ont souligné cet effet de fluage des gâteaux de boue (Iwata et Murase, 1993 ; Christensen et Keiding, 2006). Cependant, davantage d'analyses doivent être réalisées afin de mettre en évidence ce comportement particulier en lien avec la capacité de la boue à être déshydratée, en phase de compression.

## II.5. Phénomène de relaxation des boues en compression

Le phénomène de relaxation du gâteau de boue a été mis en évidence lors du suivi de la cinétique de déshydratation d'une boue semi-solide par des essais réalisés en Cellule de Filtration-Compression.

A la chute de la pression appliquée à la fin d'un essai de compression, le piston remonte instantanément jusqu'à atteindre une position stable (Figure II. 47). Le volume de boue présent dans la CFC augmente tandis que la concentration en matière sèche reste identique. Ce phénomène peut être dû à la relaxation du gâteau de boue qui s'adapte à la nouvelle contrainte qui lui est imposée.

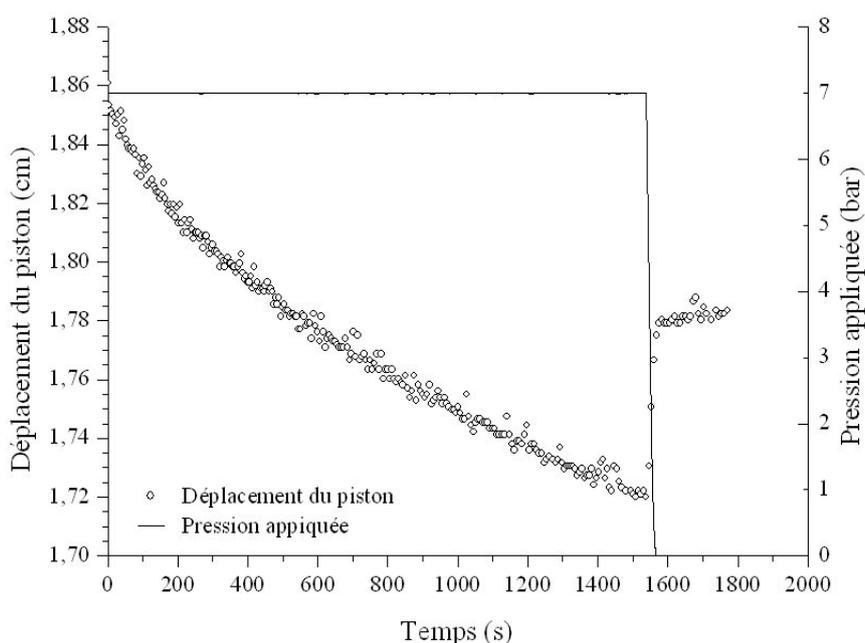


Figure II. 47 : Déplacement du piston au cours du temps

Classiquement, le comportement des boues en compression est décrit par des modèles rhéologiques de type Terzaghi-Voigt (Shirato *et al.* ; 1986 ; Chang et Lee, 1998). Cependant, dans le cas de boues activées, quelques auteurs ont récemment suggérés que des phénomènes osmotiques agissaient au sein de la matrice floculée et qu'ils avaient un impact non négligeable sur le processus de déshydratation (Keiding et Rasmussen, 2003 ; Curvers *et al.*, 2009). La prise en compte de ces phénomènes semble donc devoir être intégrée dans la modélisation du comportement mécanique des gâteaux de boue en compression.

Ceci pourrait s'effectuer en étudiant et en caractérisant la relaxation des gâteaux à l'issue d'une compression. Le but de ce paragraphe est donc d'initier ce travail en essayant de mettre en relation les deux phénomènes : relaxation et effet osmotique.

### II.5.1. Principe de l'effet osmotique

Par définition, l'effet osmotique est le transfert d'un solvant (de l'eau dans la plupart des cas) à travers une membrane semi-perméable (perméable au solvant et imperméable au soluté) dû au gradient de concentration du soluté. Considérons un système à deux compartiments remplis d'eau et séparés par la membrane semi-perméable. Lorsqu'un soluté est ajouté dans l'un des compartiments, un flux d'eau s'établit de la solution diluée vers la solution concentrée afin de maintenir l'équilibre thermodynamique entre les deux régions. La phase diluée, avec un potentiel chimique plus élevé, provoque un transfert du solvant vers la phase plus concentrée à potentiel chimique plus faible. Le flux d'eau transféré par osmose peut être limité en appliquant une pression sur la solution la plus concentrée en soluté. La pression requise pour empêcher totalement le flux d'eau correspond à la pression osmotique de la solution. Ainsi, une augmentation de la pression appliquée au-delà de la pression osmotique se traduit par un flux d'eau dirigé en sens inverse du flux osmotique, on parle alors de phénomène d'osmose inverse.

### II.5.2. L'effet osmotique dans les boues

Du fait de leur nature biologique, les boues activées possèdent une structure complexe. Ce système peut être représenté par une matrice polymérique dans laquelle sont piégés les micro-organismes (Higgins et Novak, 1997 ; Jorand *et al.*, 1995). Ces polymères exocellulaires (EPS) comportent plusieurs groupements fonctionnels chargés. La présence de ces groupements peut modifier la pression osmotique qui règne à l'intérieur de la matrice floculée et ainsi influencer le comportement des boues lors de leur déshydratation (Keiding *et al.*, 2001 ; Keiding et Rasmussen, 2003). Dans le cas des boues, il n'existe pas de réelle membrane semi-perméable séparant la solution concentrée en soluté de celle diluée. Néanmoins, la surface chargée du réseau polymérique semble jouer ce rôle (Curvers *et al.*, 2009). Le solvant libre (correspondant à la phase diluée) migre à l'intérieur de la matrice floculée (phase concentrée) afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique.

### II.5.3. Protocole expérimental

#### *II.5.3.1. Suivi de la remontée du piston*

Une étude a été menée pour essayer d'évaluer la tendance qu'ont les gâteaux de boues à relaxer suite à une phase de compression. Plusieurs essais ont ainsi été réalisés dans la Cellule de Filtration-Compression en appliquant différentes procédures de mise en pression et de dépressurisation. Durant ces tests l'évolution de l'épaisseur du gâteau a été suivie grâce au capteur de position situé au niveau du piston. Par ailleurs, des mesures annexes réalisées au texturomètre (TA 500, Lloyd instrument) ont permis d'estimer les forces de frottement du piston sur la paroi interne du cylindre de la CFC. Le cylindre en acier inoxydable est placé sur le réceptacle de l'appareil de mesure. Ce dispositif permet d'imposer des vitesses de déplacement fixes du piston et de mesurer la résistance résiduelle induite par les forces de frottements à l'aide d'un capteur d'effort. Les vitesses de déplacement ont préalablement été déterminées par le suivi de la position du piston au cours du temps pour différentes pressions appliquées (de 1 à 7 bar). Les valeurs obtenues, entre 20 et 30 Newtons (ce qui correspond à une pression d'environ 0,05 bar) sont négligeables devant la pression appliquée sur le piston, qui elle évolue entre 1 et 7 bar. Ce résultat donne une bonne crédibilité aux mesures de la remontée du piston réalisées lors de la dépressurisation des gâteaux. Afin de bien valider les tests mis en œuvre, six essais ont été réalisés sous des conditions expérimentales identiques ce qui a permis de vérifier la répétabilité des résultats obtenus. Le profil moyen de remontée du piston a été déterminé et complété par les incertitudes de mesure (Figure II. 48). Sur les graphiques représentant l'amplitude de remontée du piston, l'ensemble des données présentées sont arrondies au chiffre significatif près, soit à  $10^{-3}$  cm. Cette valeur correspond à l'amplitude de l'incertitude de mesure du capteur de position, selon les données du constructeur.

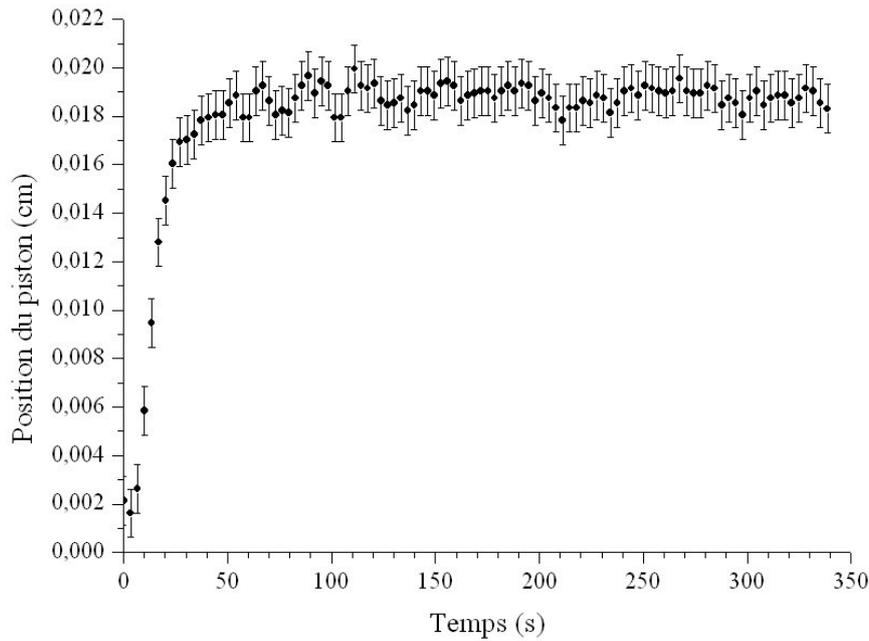


Figure II. 48 : Tests de reproductibilité : suivi de la remontée du piston au cours du temps pour une boue semi-solide (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar ; le temps égal à 0 seconde correspond à la chute de la pression)

### II.5.3.2. Impact des paramètres expérimentaux

Plusieurs essais ont ensuite été réalisés en modifiant plusieurs paramètres expérimentaux, à savoir : la pression appliquée, l'épaisseur initiale de boue à déshydrater et la force ionique du système (par ajout d'un sel monovalent (NaCl)). Pour tous ces essais une boue pâteuse (semi-solide) a été préparée dans des conditions identiques à celles présentées au paragraphe II.4.1.

### II.5.4. Impact de la pression initiale

Pour cette campagne d'essais, la pression appliquée est maintenue constante (sur une gamme comprise entre 1 et 6 bar) pendant un temps donné avant d'être relâchée à 0 bar. L'amplitude de la remontée du piston est enregistrée en fonction de la pression initialement appliquée, afin d'étudier le degré d'expansion du gâteau de boue. Pour une meilleure comparaison des résultats, la remontée du piston (h) est adimensionnée par la position du piston enregistrée juste avant la chute de la pression (h\*).

Les résultats obtenus grâce à ces tests montrent que la remontée du piston est d'autant plus importante que la pression appliquée est élevée (Figure II. 49).

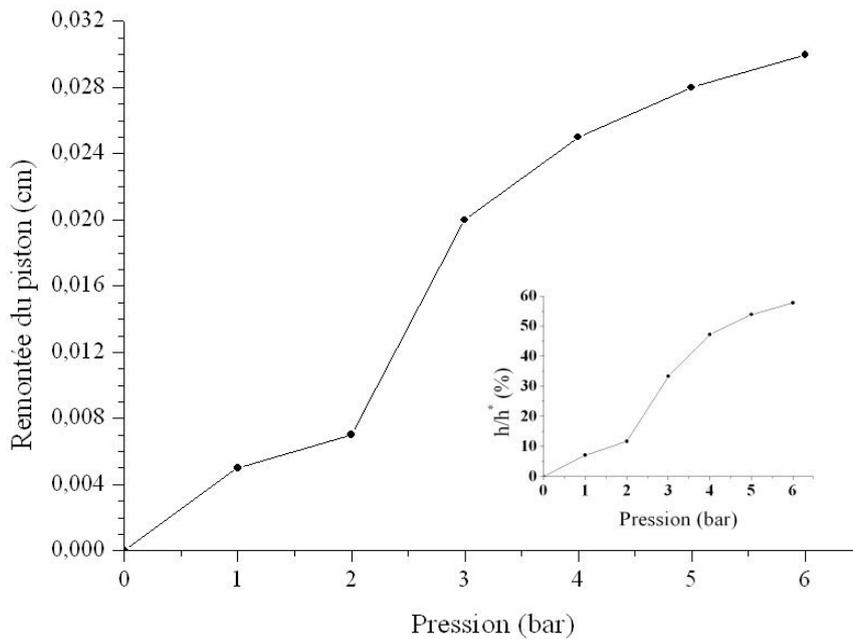


Figure II. 49 : Remontée du piston pour différents paliers de pression (épaisseur initiale de 2 cm)

Ce comportement semble pouvoir s'expliquer en partie par la présence de phénomènes osmotiques au sein du gâteau de boue. En effet, d'après Curvers *et al.* (2009) la pression osmotique au sein des boues activées est proche de 2,44 bar. Par conséquent, il peut être supposé que le piston remonte essentiellement lorsque la pression appliquée est supérieure à cette pression osmotique (Figure II. 49).

Du fait de l'effet osmotique, en l'absence de pression extérieure, l'eau tend à migrer de l'extérieur vers l'intérieur de la matrice flocculée afin de maintenir l'équilibre thermodynamique (égalité des potentiels chimiques). Ainsi, pour compenser ce phénomène, la pression appliquée sur la structure solide du gâteau de boue doit être supérieure à la pression osmotique. Selon Mulder (1997), le flux d'eau ( $J_w$ ) à travers une membrane semi-perméable peut être exprimé en fonction du gradient de potentiel chimique de l'eau:

$$J_w = k_w \frac{d\mu_w}{dz} \quad (\text{II.25})$$

avec  $\mu_w$  le potentiel chimique de l'eau,  $k_w$  la perméabilité de la membrane (ou matrice polymérique dans notre étude) et  $z$  la coordonnée perpendiculaire au flux.

En supposant l'eau comme étant une solution idéale, à la surface du réseau polymérique chargé le potentiel chimique de l'eau peut être calculé par (Infelta et Graetzel, 2006) :

$$\mu_w(T, P, x_w) = \mu_w^0(T) + RT \ln(x_w) + \int_P^{P+\pi} V_m^* dP \quad (\text{II.26})$$

où  $\mu_w^0$  est le potentiel chimique standard de l'eau,  $R$  est la constante universelle des gaz parfaits,  $x_w$  est la fraction molaire de l'eau dans la solution,  $V_m^*$  est le volume molaire de l'eau,  $\pi$  est la pression osmotique,  $T$  et  $P$  sont respectivement la température et la pression du système.

Etant donné que le potentiel chimique ne dépend que de la pression appliquée et de la fraction molaire de l'eau, le gradient dans l'équation (II.25) peut être obtenu à partir de la dérivée de l'équation (II.26) :

$$\frac{d\mu_w}{dz} = V_m^* \frac{dP}{dz} + \frac{RT}{x_w} \frac{dx_w}{dz} \quad (\text{II.27})$$

Par ailleurs, selon la loi de Van't Hoff l'équation de la pression osmotique peut être écrite comme suit :

$$\pi = -\frac{RT}{V_m^*} \ln(x_w) \quad (\text{II.28})$$

Ainsi à partir des équations (II.27) et (II.28), le gradient de potentiel chimique est donné par :

$$\frac{d\mu_w}{dz} = V_m^* \frac{d(P - \pi)}{dz} \quad (\text{II.29})$$

Finalement, le flux d'eau peut être écrit sous la forme :

$$J_w = K_w \frac{d(P - \pi)}{dz} \quad (\text{II.30})$$

Par intégration de l'équation (II.28) sur l'épaisseur du réseau polymérique, l'expression du flux devient :

$$J_w = K_w [(P_s - \pi) - (P_l)] \quad (\text{II.31})$$

Le flux d'eau à travers la matrice floculée pourrait ainsi être, en théorie, exprimée selon le gradient de pression :

$$J_w = K_w (\Delta P - \pi) \quad (\text{II.32})$$

Avec  $\Delta P$  la différence entre la pression solide ( $P_s$ ) et la pression liquide ( $P_l$ ), et  $K_w$  la perméabilité apparente de la matrice floculée.

L'utilisation directe de l'équation (II.32) dans le cas de notre étude est assez difficile. En effet, elle nécessite de connaître la distribution de la pression solide à travers le gâteau de boue tout au long de l'étape de compression (Equation II.31), et d'avoir la valeur de la perméabilité de la matrice floculée. Cette dernière est relativement difficile à obtenir car elle dépend de nombreux facteurs, notamment de la pression solide et de la composition de la boue. Cependant, l'équation (II.32) met bien en évidence le fait que pour une différence de pression ( $\Delta P$ ) supérieure à la pression osmotique ; l'eau est expulsée de la matrice floculée vers la région inter-flocs. Ainsi, au cours de la compression, la pression appliquée est principalement transmise à la structure solide du gâteau de boue, la différence entre la pression solide et la pression liquide ( $\Delta P$ ) tend à augmenter progressivement. Ainsi, aussi longtemps que  $\Delta P$  est supérieure à  $\pi$ , le processus de compression est principalement contrôlé par la pression appliquée.

Suite à l'expulsion de l'eau vers la région inter-flocs sous l'action de la pression, la fraction molaire du solvant à l'intérieur de la matrice floculée tend à diminuer au cours de la compression, ce qui se traduit par la diminution du potentiel chimique de l'eau. Par conséquent, pour des valeurs de  $\Delta P$  et de  $\pi$  comparables, le phénomène d'osmose inverse est interrompu. Seule l'eau présente à l'extérieur des flocs peut être éliminée du système. Si la pression appliquée sur la boue est relâchée à partir de cet instant, l'eau tend à migrer vers l'intérieur de la matrice floculée sous l'action de la pression osmotique. Ce flux d'eau a tendance à modifier la structure du réseau polymérique qui tend à gonfler. Ce phénomène de relaxation de la matrice floculée provoque la remontée du piston.

D'après ces observations et cette analyse il semblerait que la cinétique de compression des boues dépende du gradient de pression moyen à travers le gâteau de boue mais également du phénomène de relaxation. En effet, le gradient de pression moyen augmente, à épaisseur constante, avec la pression appliquée et la compression de la boue est favorisée. Par ailleurs, la quantité d'eau éliminée de l'intérieur vers l'extérieur des flocs augmente avec la pression appliquée. Ainsi, l'apport couplé de ces deux phénomènes peut expliquer en partie l'amélioration de la compression des boues lorsque l'on augmente la pression appliquée (Figure II. 50).

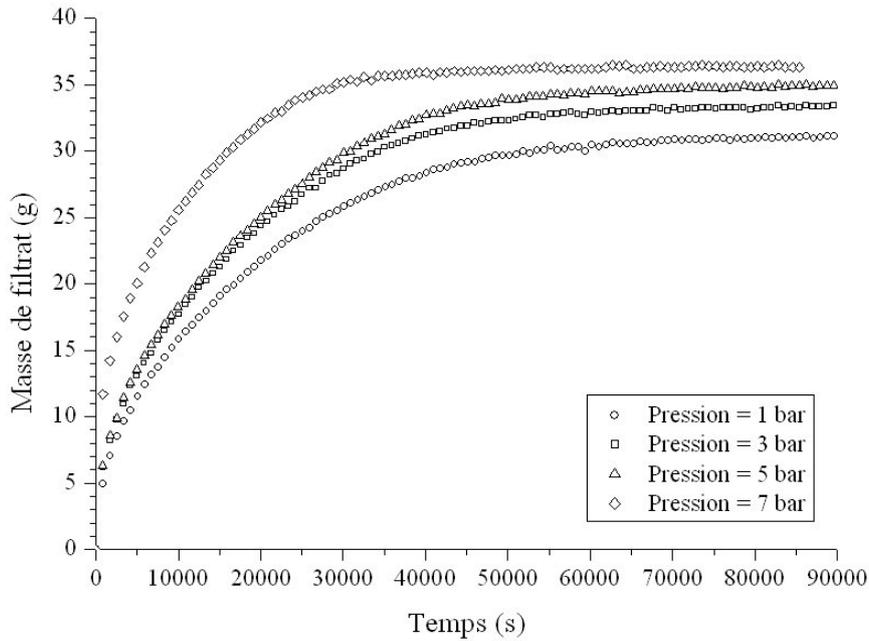


Figure II. 50 : Influence de la pression appliquée sur la compression d'une boue semi-solide (épaisseur initiale de 2 cm)

### II.5.5. Impact du temps de déshydratation

Au cours de cette étude, plusieurs paliers de pression ont été appliqués afin d'analyser l'évolution du phénomène de relaxation tout au long de l'étape de compression. Pour ces essais la pression appliquée est successivement maintenue constante puis relâchée à des intervalles de temps réguliers (Figure II. 51). Les pressions appliquées choisies (3 et 6 bar) sont bien entendues supérieures à la pression osmotique qui règne au sein de la matrice floculée. La remontée du piston est mesurée à partir du moment où la pression est relâchée.

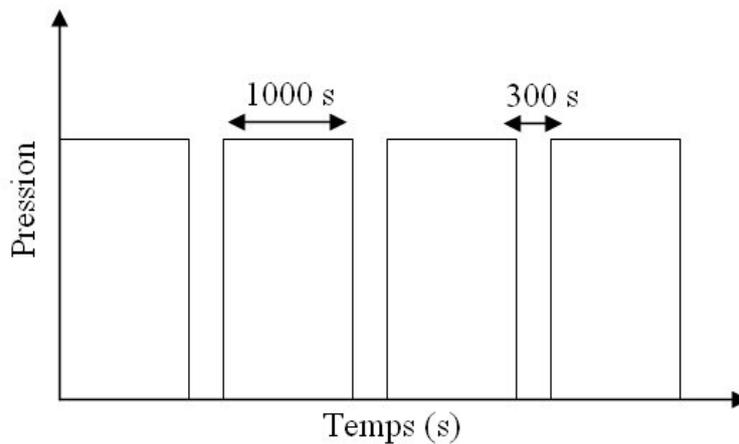


Figure II. 51 : Evolution de la pression appliquée au cours du temps

L'amplitude de remontée du piston reste constante lors de la première partie de l'étape de compression, puis diminue de plus en plus avec le temps (Figure II. 52).

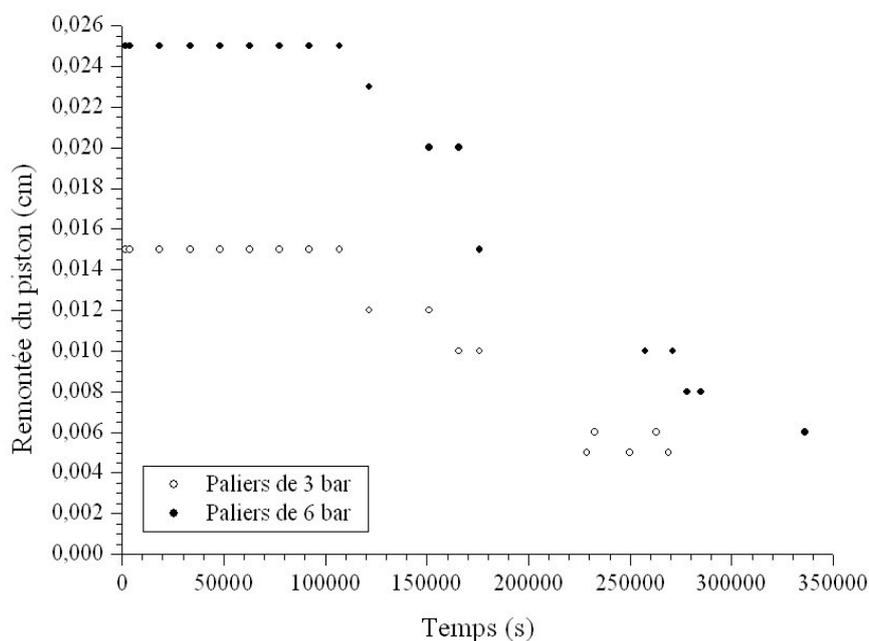


Figure II. 52 : Remontée du piston au cours de la compression à différents paliers de pression (épaisseur initiale de 2 cm)

Ce comportement de la boue en compression peut être, là aussi, expliqué en partie par l'effet osmotique qui tend à favoriser l'extension et le gonflement du réseau polymérique. En effet, l'évolution du potentiel chimique de l'eau au sein des régions intra-flocs et inter-flocs, au cours de la compression, entraîne une modification de la pression osmotique. A l'intérieur de la matrice floculée, le potentiel chimique de l'eau diminue avec le temps de par l'expulsion de l'eau vers la région inter-flocs. De plus, l'eau présente à l'extérieur des flocs est évacuée du système par la déformation du gâteau de boue au cours de la compression.

Les phénomènes d'extension et de gonflement du réseau polymérique tendent à être limités avec le temps de compression. Au début de la compression, le potentiel chimique de l'eau est sensiblement constant puisque la fraction molaire de l'eau reste quasiment constante. Cependant, la fraction molaire de l'eau inter-flocs tend à diminuer avec le temps, ce qui implique une réduction du potentiel chimique de l'eau. Par conséquent, la différence de potentiel chimique de l'eau entre l'intérieur et l'extérieur de la matrice floculée devient de plus en plus faible. Lorsque la pression sur le gâteau est relâchée, le flux d'eau migrant à l'intérieur des flocs sous l'effet osmotique est réduit.

En termes d'interactions électrostatiques cette diminution du potentiel chimique à l'extérieur des floccs pourrait être due à la compression de la double couche électrique.

#### II.5.6. Effet de la teneur en sel monovalent

Afin de modifier la distribution des potentiels chimiques au sein de la boue, du chlorure de sodium a été ajouté pour atteindre approximativement 10 % en masse de la teneur en matière sèche initialement présente dans la boue semi-solide. Cette teneur a été choisie de façon arbitraire, l'objectif étant uniquement de suivre l'impact de la modification de la force ionique sur le comportement de la boue en compression. Les essais menés sont identiques à ceux présentés dans la partie précédente (cf. II.5.5.). Trois paliers successifs de pression sont appliqués en début de compression, où le temps de compression n'affecte pas la remontée du piston suite à une chute de la pression.

Les résultats observés lors de cette nouvelle série de tests montrent que l'amplitude de remontée du piston est indépendante du temps d'application de la pression (résultat attendu) et qu'elle dépend de la teneur en sel : elle est plus faible dans le cas d'une boue plus riche en sel (Tableau II. 3).

Tableau II. 3 : Remontée du piston au cours du temps pour un palier de pression de 6 bar (épaisseur initiale de 2 cm)

<b>Boue "semi-solide"</b>			
<i>sans sel</i>		<i>avec sel</i>	
Temps de déshydratation (s)	Remontée du piston (cm)	Temps de déshydratation (s)	Remontée du piston (cm)
330	0,03	330	0,02
790	0,03	790	0,02
1200	0,03	1200	0,02

Par ailleurs, la siccité finale à l'issue des essais de déshydratation en CFC est légèrement plus élevée dans le cas d'une boue contenant du sel, soit 49 % au lieu de 46,5 %.

Pour expliquer ces résultats on peut supposer que l'ajout de sel dans la boue accroît la force ionique de la phase liquide extérieure aux floccs ; le potentiel chimique de l'eau au sein de cette région est alors diminué. Par conséquent, la pression osmotique de la matrice flocculée est modifiée et la quantité d'eau migrant de l'extérieur vers l'intérieur des floccs est réduite, ce qui se traduit par une faible remontée du piston au moment de la dépressurisation du gâteau.

De plus, la réduction de la pression osmotique, due à l'ajout du sel, favorise la migration de l'eau intra-floccs vers la région extra-floccs. L'apport couplé de ces deux effets explique en partie l'amélioration, en termes de siccité finale, de la déshydratation de la boue contenant du sel.

Cette série d'expériences en présence de sels renforce l'idée selon laquelle les phénomènes osmotiques jouent un rôle non négligeable sur la déshydratation des gâteaux de boue. Les effets osmotiques tendent à s'opposer à la compression des gâteaux et à limiter leur déshydratation. Cependant, l'effet osmotique n'est certainement pas le seul mécanisme capable d'expliquer le phénomène de relaxation. D'autres composantes de structure devraient également être prise en considération telles que l'affinité entre l'eau et le réseau polymérique ou le ratio de réticulation des chaînes polymériques (Legrand, 1997 ; Curvers *et al.*, 2009).

#### II.5.7. Relation avec la couche dense de gâteau

Plusieurs expériences ont été mises en œuvre en modifiant l'épaisseur initiale de l'échantillon de boue. Chacune de celles-ci ont été conduites à une pression appliquée constante pour un temps de compression identiques. L'amplitude de remontée du piston est mesurée lors de la dépressurisation des gâteaux.

Selon les résultats reportés dans le Tableau II. 4, la remontée du piston est similaire quelle que soit l'épaisseur initiale de l'échantillon de boue semi-solide.

Tableau II. 4 : Remontée du piston selon l'épaisseur initiale de l'échantillon de boue (pression appliquée de 6 bar)

<b>Epaisseur initiale d'échantillon (cm)</b>	<b>Remontée du piston (cm)</b>
1	0,02
2	0,02
3	0,02
4	0,02
5	0,02

Les teneurs en eau à l'intérieur et à l'extérieur de la matrice floculée ne dépendent pas de l'épaisseur initiale de l'échantillon et la pression osmotique de la boue, d'un échantillon à l'autre, semble ainsi être assez proche. Par conséquent, le pourcentage de gonflement du gâteau de boue induit par l'effet osmotique devrait être identique. Le nombre de floes présents au sein de l'échantillon de boue devrait en théorie être accentué avec l'épaisseur de l'échantillon et la remontée du piston devrait (intuitivement) être plus importante. Cependant selon les résultats obtenus (Tableau II. 4), le taux d'expansion du gâteau de boue ne semble pas dépendre de l'épaisseur initiale. Ce phénomène pourrait être expliqué par le fait que le gâteau ne soit pas homogène sur l'intégralité de son épaisseur, à l'instant où se produit l'effet de gonflement. Ceci serait en cohérence avec les résultats précédents qui tentent à montrer l'existence d'une couche dense de gâteau formé à l'interface gâteau/média filtrant : couche dense non déformée au cours de la compression.

Dans le cas où l'épaisseur du gâteau de boue serait similaire à celle de la fine couche dense, le piston ne remonterait pas au moment de la dépressurisation du gâteau.

#### II.5.8. Conclusion

L'évolution mécanique des gâteaux de boue et notamment leur tendance à la relaxation joue un rôle significatif sur la déshydratation par compression de ce type de matériau. Ce comportement semble partiellement lié à des phénomènes osmotiques, au sein de la matrice floculée, qui tentent à s'opposer à la compression et limitent ainsi l'aptitude de la boue à être déshydratée. Cet effet reste cependant d'autant plus réduit que les pressions appliquées sont suffisamment importantes et les temps de compression élevés.

Par ailleurs, la caractérisation de l'effet osmotique à travers le suivi de la remontée du piston reste un moyen simple et pratique. D'autres travaux sont cependant nécessaires pour évaluer avec davantage de précision cet aspect, notamment en modélisant le flux d'eau migrant de l'intérieur vers l'extérieur de la matrice floculée sous l'effet de l'osmose inverse.

Cette modélisation peut se baser sur un suivi du profil de pression à travers le gâteau de boue tout au long de l'étape de compression, en disposant notamment plusieurs capteurs de pression sur la chambre cylindrique de la CFC.

## **Conclusion**

L'ensemble des essais de déshydratation décrits dans ce chapitre a permis de mettre en évidence le comportement mécanique de la boue en phase de filtration mais surtout en phase de compression ; phase qui reste la plus représentative du fonctionnement des appareils de déshydratation mécaniques classiquement utilisés à l'échelle industrielle.

En phase de filtration, l'étude de l'influence des paramètres opératoires souligne le comportement particulier des boues activées. En effet, dans le cas de ce type de matériaux (extrêmement compressibles) le profil cinétique de déshydratation est non linéaire. Par conséquent, l'application de l'équation de Ruth, classiquement utilisée pour décrire la filtration, semble limitée dans le cas des boues résiduaires. La résistance spécifique moyenne du gâteau de boue évolue au cours du temps et est essentiellement dépendante d'une fine couche dense de gâteau déposée sur le média filtrant. De plus, l'utilisation de la représentation graphique de la forme  $t/V$  en fonction de  $V$  s'avère peu appropriée pour déterminer le point de transition entre les phases de filtration et de compression. C'est pourquoi, il est plus adéquat d'utiliser la méthode proposée par Konnur *et al.* (2008) pour étudier avec suffisamment de précision le comportement des boues activées en phase de compression.

En phase de compression, l'évacuation de l'eau de la boue dépend significativement du gradient de pression moyen à travers le gâteau. En effet, l'augmentation de ce gradient avec des pressions appliquées élevées, notamment en début de compression, et des épaisseurs de gâteau faibles tend à améliorer la déshydratation des boues. Cependant, la distribution du gradient de pression à travers le gâteau de boue n'est pas uniforme. En effet, l'écoulement du filtrat est contrôlé en partie par la formation de la fine couche de gâteau précédemment mentionnée. Cette couche qui se forme à l'interface gâteau de filtration/média filtrant est faiblement déformable et très peu perméable.

Par ailleurs, la cinétique de déshydratation par compression semble également dépendre de l'évolution de la structure du gâteau sous l'action d'une contrainte (comportement rhéologique). Au cours de la compression, le gâteau tend à se structurer par un réagencement du réseau polymérique. Ce réagencement semble cependant perturbé par des phénomènes de relaxation et d'équilibre osmotique.

D'un point de vue modélisation, les lois constitutives classiquement utilisées lors de la caractérisation du comportement mécanique des matériaux extrêmement compressibles en déshydratation semblent limitées dans le cas des boues activées.

En effet, ces lois doivent tenir compte de l'évolution de la structure du matériau en compression ; par conséquent elles doivent dépendre des conditions de mise en pression, de l'épaisseur du gâteau (gâteau plus compact près du filtre) mais également du phénomène de relaxation. L'intégration de ces divers aspects dans les modèles semble devoir s'appuyer sur un suivi du profil de pression solide à travers le gâteau de boue tout au long de l'étape de compression, ce qui peut être réalisé grâce à l'implantation de capteurs de pression sur la hauteur de la chambre cylindrique de la CFC.

Le comportement mécanique particulier des gâteaux de boue activée en déshydratation relève principalement de la nature même de ce type de matériau (teneur et composition en EPS, concentration en cations mono et divalents, hydrophobicité, charges de surface, etc.). Par exemple, à travers l'étude menée sur l'effet osmotique, les EPS semblent jouer un rôle considérable sur la stabilité de la matrice floculée. De par leur teneur importante au sein d'un floc de boue et leur rôle dans le mécanisme de floculation, ils semblent a priori contribuer énormément à la capacité de réorganisation de la structure du gâteau de boue sous l'effet d'une contrainte.

Ainsi, la suite de ce mémoire s'attache à présenter le rôle des caractéristiques physico-chimiques principales de la boue sur la structure des floccs, afin de mieux comprendre leur comportement mécanique en déshydratation, notamment en phase de compression.

## **Bibliographie**

Andreasen I., Nielsen B., (1993) A comparative study of full-scale sludge dewatering equipment. *Water Science Technology*. 28 (1), 37-45.

Ashbrook Corp., (1999) Belt filter press still a cost-effective solution. *Water Engineering and Management*. 146 (5), 21-25.

Baudez J.-C. (2001) Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. Thèse de l'ENGREF. Paris

Bierck B.R., Dick R.I. (1990) In situ examination of effects of pressure differential on compressible cake filtration. *Water Science Technology*. 22 (12), 125-134.

Chang I.L., Lee D.J. (1998) Ternary expression stage in biological sludge dewatering. *Water Res.* 32 (3), 905-914.

Christensen M.L. (2006) The effect of filter cake viscoelasticity on filtration – a study of activated sludge dewatering. Section of Chemistry, Aalborg University, Ph.D. Dissertation

Christensen M.L., Andersen N.P.R., Hinge M., Keiding K. (2006) Characterisation of the transition between the filtration and consolidation stage from liquid pressure measurements *Trans. Filt. Soc.* 6, 71-78.

Christensen M.L. and Keiding K. (2007) Creep effects in activated sludge filter cakes. *Powder Technology*, 177 (1), 23-33

Chu C.P., Lee D.J. (1999) Three stages of consolidation dewatering of sludges. *Journal of Environmental Engineering*. ASCE. 125 (10), 959-965.

Cleveland T.G., Tiller F.M., Lee J-B. (1996). Theory of filtration of highly compactable biosolids. *Water Science and Technology*. 34 (3-4), 299-306.

Couturier S., Valat M., Vaxelaire J., Puiggali J-R, (2003) *Separation Science and Technology*, 38(5), 1051-1068

Curvers D., Usher S.P., Kilcullen A.R., Scales P.J., Saveyn H. and Van der Meeren P. (2009) The influence of ionic strength and osmotic pressure on the dewatering behaviour of sewage sludge. *Chemical Engineering Science*. 64 (10), 2448-2454.

Darcy H., (1856) *Les fontaines publiques de la ville de Dijon*. Paris (France), Victor Dalmont. p.674.

Fathi-Najafi M., Theliander H. (1995) Determination of local properties at constant pressure. *Separation Technology*. 5, 165-178.

Gazbar S. (1993) Evaluation et amélioration des performances des procédés de déshydratation mécanique des boues résiduaires. Thèse de l'Institut Polytechnique de Lorraine.

Halde R.E. (1980) Filterbelt pressing of sludge – a laboratory simulation. *Journal of Water Pollution and Control Federation* 52 (2), 310-316.

Higgins M.J. and Novak J.T. (1997) Characterization of exocellular protein and its role in bioflocculation. *Journal of Environmental Engineering*, 123 (5), 479-85.

Houghton J.I., Quarmby J., Stephenson T. (2001) Municipal wastewater sludge dewaterability and the presence of microbial extracellular polymer. *Water Science and Technology* 44, 373-379.

Iwata M. and Murase T. (1993) Stress relaxation of expressed material. 6<sup>th</sup> world filtration congress, Nagoya.

Jacobs A., Silver M. (1990) From ocean disposal to landfill cover. *Water engineering and management*. 137 (3) 28-31.

Jin B., Wilen B.M., Lant P. (2004) Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal* 98 115-126.

Johansson C., Sedin P., Theliander H., (2004). Determination of local filtration properties. 9<sup>th</sup> World Filtration Congress.

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

Karr P.R., Keinath T.M. (1978) Influence of particle size on sludge dewatering. *Journal Water Pollution Control Federation*. 50, 1911-1930.

Keiding K. and Rasmussen M.R. (2003) Osmotic effects in sludge dewatering. *Advances in Environmental Research*, 7 (3), 641-645.

Keiding K., Wybrandt L. and Nielsen P. (2001) Remember the water – a comment on EPS colligative properties. *Water Science and Technology*, 43 (6), 17-23.

Koenders M.A., Wakeman R.J. (1996) The initial stages of compact formation from suspensions by filtration. *Chem. Eng. Sci* 51, 3897-3908.

Konnur R. et al. (2008) Data analysis and modeling of constant pressure batch dewatering of fine particle suspensions. *Drying Technology* 26 (8) 1044-1059.

LaHeij E.J., Kerkhof P.J.A.M., Herwijn A.J.M., Coumans W.J. (1996) Fundamental aspects of sludge filtration and expression. *Water Res.* 30 (3), 697-703.

LaHeij E.J. (1994) An analysis of sludge filtration and expression. Thèse. Pays-Bas. Université technique d'Eindhoven. 171.

Lee D.J., Wang C.H., (2000) Theories of cake filtration and consolidation and implications to sludge dewatering. *Water Research*. 34, 1-20.

Legrand V. (1997) Etude du gonflement et de la floculation de gels de polyélectrolytes : application à la déshydratation des boues de station d'épuration. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie- Paris VI.

Mikkelsen L.H., Keiding K. (2002) Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering. *Water Research* 36, 2451-2462.

Mortgat B. (1998) Déshydratation des boues d'épuration. *Environnement et Technique*, n°173, 26-29.

Mulder M. (1997) Basic Principles of membrane technology. 2<sup>nd</sup> edition. Kluwer Academic Publishers.

Novak J.T., Love N.G, Smith M.L., Wheeler E.R. (1998) The effect of cationic salt addition on the settling and dewatering properties of an industrial activated sludge. *Water Environment Research*. 70 984-996.

Okamura S., Shirato M. (1955) Liquid pressure distribution within cakes in the constant pressure filtration. *Kagaku kogaku*. 19, 8-14.

Olivier J., Vaxelaire J., Vorobiev E. (2007) Modelling of cake filtration : An overview, *Separation Science and Technology* 42, 1667-1700.

Olivier J. (2003) Etudes des filtres à bandes pour la déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines. Thèse. Université de Pau et des Pays de l'Adour, Energétique – Transferts et Systèmes dispersés, Pau.

OTV (1997). Traiter et valoriser les boues, Aubin Imprimeurs.

Ruth B. F. (1946) Correlating filtration theory with industrial practice. *Ind. Eng. Chem.* 38, 564-571.

Saveyn H. (2005) Modelling and optimization of sludge conditioning and electric field assisted dewatering. Belgique. Université de Gent.

Sedin P. (2003) On the determination and application of local filtration properties. Thèse. Suède. Université de technologie de Lulea.

Shirato M., Murase T., Iwata M., Nakatsuka S. (1986) The Terzaghi-Voigt combined model for constant pressure consolidation of filter cakes and homogeneous semisolid materials. *Chem. Eng. Sci.* 41, 3213-3218.

Shirato M., Murase T., Kato H., Fukaya S. (1970) Fundamental analysis for expression under constant pressure. *Filt. Sep* 7, 277-282.

Shirato M., Murase T., Tokunaga A., Yamada O. (1974) Calculations of consolidation period in expression operations. *J. Chem. Eng. Japan* 7, 229-231.

Sorensen B.L., Agerbaek M.L., Sorensen P.B. (1996) Predicting cake filtration using specific filtration flow rate. *Water Environment Research*. 68 (7), 1151-1155.

Sorensen B.L., Sorensen P.B. (1997) Structure compression in cake filtration. *Journal of Environmental Engineering* 123 (4), 345-353.

Sorensen P.B., Hansen J.A. (1993) Extreme solid compressibility in biological sludge dewatering. *Water Sci. Technol.* 28 (1), 133-143.

Sorensen P.B., Moldrup P., Hansen J.A.A. (1996). Filtration and expression of compressible cakes. *Chemical Engineering Science.* 51 (6), 967-979.

Stickland A.D. et al. (2007) Scaling filtration time initial dependencies of wastewater sludges. *Water Research* 41 206-216.

Terzaghi K., Peck P.B. (1948) *Soil mechanics in engineering practice.* New York, John Wiley.

Tien C., Teoh S.K., Tan R.B.H. (2001) Cake filtration analysis-the effect of the relationship between the pore liquid pressure and the cake compressivestress. *Chemical Engineering Science.* 56, 5361-5369.

Tiller F. M., Green T. C. (1973) The role of porosity in filtration 9 ; skin effect with highly compressible materials. *AIChE J.* 19 (6), 1266-1269.

Tiller F.M., Yeh C.S. (1987) The role of porosity in filtration, Part XI : filtration followed by expression. *Journal of Chemical Engineering.* 33, 1241.

Tiller F.M., Kwon J.H. (1998) Role of porosity in filtration: XIII. Behavior of highly compactible cakes. 44 (10), 2159-2167.

Wakeman, Tarleton. (1999) *Filtration: Equipment selection, modelling and process simulation.* Elsevier Science Lth.

Wu Y.C., Smith Ed D., Novak R. (1982) Filterability of activated sludge in response to growth conditions. *Journal of Water Pollution Control Federation* 54, 4446-456.

Wu R.M., Lee D.J., Wang C.H., Chen J.P., Tan R.B.H. (2001) Novel cake characteristics of waste-activated sludge. *Water Research.* 35 (5), 1358-1362.

Yükseler H, Ülkü Y., Ismail. T. (2005) Current status of filtration theory. *Journal of Residuals Science and Technology.* 2 (4), 211-220.



## **Chapitre III**

### **Caractérisation physico-chimique des boues en lien avec leur comportement en déshydratation**



### **III.1. Analyse bibliographique**

Les processus de floculation des boues demeurent complexes, de multiples phénomènes (interactions électrostatiques, pontage, hydrophobicité...) dont l'action peut parfois être antagoniste sont à même d'avoir une influence significative. Par ailleurs, l'évolution de la structure des floes en fonction de leur nature physico-chimique (propriétés de surface, teneur et composition en EPS) s'avère jouer un rôle prépondérant sur l'aptitude de la boue à être déshydratée mécaniquement. Aussi, le but de ce chapitre est de mettre en évidence l'influence de certains constituants majeurs des floes et les interactions mises en jeu sur les phénomènes de biofloculation et de déshydratation.

#### III.1.1 Le rôle des EPS

##### *III.1.1.1. Origine*

Les polymères exocellulaires (EPS) représentent, avec l'eau et les micro-organismes, les composés majoritaires des boues activées (Li et Ganzarczyk, 1990). Frolund *et al.* (1996) considèrent que ces EPS peuvent représenter jusqu'à 60 % (en masse) de la fraction organique d'une boue, contre 10-15 % (en masse) pour les cellules microbiennes. L'abréviation anglaise EPS pour "Extracellular Polymeric Substances" est la plus communément utilisée dans la littérature. Parfois, EPS peut aussi désigner "Extracellular Polysaccharide", dans ce cas les polysaccharides sont les composants les plus abondants des EPS. Dans la suite de ce manuscrit, le terme EPS désigne l'ensemble des polymères exocellulaires.

Les EPS peuvent avoir deux origines (Wigender *et al.*, 1999) :

- résulter de la sécrétion de composés au cours du métabolisme cellulaire, de la perte de matériels venant de la paroi cellulaire (peptidoglycane), de la lyse cellulaire ;
- résulter de l'adsorption de composés apportés par les eaux usées (cellulose, acides humiques...).

Quelle que soit la voie de formation des EPS d'origine bactérienne, leur composition dépend considérablement des espèces bactériennes initialement présentes dans les eaux usées (Pavoni *et al.*, 1972). Les EPS produits par des bactéries isolées à partir de boues activées et cultivées sur un substrat simple peuvent se présenter sous deux formes :

- sous forme de matériel visqueux qui se répartit autour des cellules sans y être véritablement attaché,
- sous forme de capsules ou micro-capsules qui adhèrent à la cellule bactérienne.

En ce qui concerne l'origine des EPS, autre que celle bactérienne, elle est principalement liée à la biosorption de molécules organiques issues des effluents traités. Ces derniers ont une composition fluctuante liée aux types d'eaux usées, aux charges des stations d'épuration et peuvent contenir en plus de la matière organique, des micropolluants, des nitrates et des phosphates (Sponza, 2003).

Dans ces circonstances, ces substances ne sont pas des molécules excrétées par des micro-organismes du procédé, mais elles restent en pratique difficilement dissociables des produits microbiens. Il semblerait cependant que ces polymères amenés par l'eau usée soient faiblement liés au floc et situés plutôt en périphérie de celui-ci (Wigender *et al.*, 1999).

Par définition, les EPS (exo-cellulaire) sont situés à l'extérieur des cellules bactériennes. Cependant, certains auteurs (Nielsen *et al.*, 1997) proposent un concept plus nuancé. En effet, dans la plupart des cas les polymères sont liés à la matière solide ; ils sont dits insolubles. Cependant, cette liaison n'est pas toujours totale, les EPS peuvent alors être subdivisés en deux catégories distinctes : les EPS solubles et les EPS liés. Suivant ce concept, les EPS liés entoureraient les cellules bactériennes et y seraient parfois même attachés ; leur composition regrouperait en partie des éléments constitutifs de la paroi des bactéries. Les EPS solubles quant à eux seraient non liés aux microorganismes et pourraient être considérés comme libres dans le système.

Selon Nielsen *et al.* (1997), les différences entre les EPS solubles et liés dépendraient essentiellement des mécanismes d'adsorption et de désorption des EPS à la surface des bactéries.

### *III.1.1.2. Composition*

Il est difficile de donner une composition type des EPS présents dans les boues activées, en effet celle-ci varie significativement en fonction de l'origine et de la composition des boues et des eaux usées (Urbain, 1992 ; Bura *et al.*, 1998 ; Durmaz et Sanin, 2001), ainsi que des paramètres de fonctionnement du procédé d'épuration.

Les EPS rassemblent plusieurs familles biochimiques de molécules organiques telles que des sucres ou polysaccharides, des protéines, des substances humiques, des acides uroniques, des (phospho)lipides ou encore des acides nucléiques (Frolund *et al.*, 1996).

D'une manière générale, les protéines et les polysaccharides représentent les plus grandes fractions de polymères observés au sein des floes bactériens (Dignac *et al.*, 1998 ; Sponza, 2003).

Selon Wilen *et al.*, (2003), les protéines représenteraient environ 43 % de la quantité totale des EPS. Celles-ci sont très souvent des polymères d'acides aminés tels que les acides aspartiques et les acides glutamiques (Dignac *et al.*, 1998). Ces protéines peuvent également être des exoenzymes présentes notamment dans le liquide interstitiel des floes (Liu et Fang, 2003). Les acides aminés aromatiques ou aliphatiques de certaines protéines leur confèrent des propriétés hydrophobes (Jorand *et al.*, 1998).

Par ailleurs, les polysaccharides sont essentiellement constitués par des hexoses, des sucres aminés, des pentoses et des acides uroniques (Dignac *et al.*, 1998), et sont principalement hydrophiles (Jorand *et al.*, 1998).

Enfin, les substances humiques, les acides uroniques et nucléiques constituent une minorité au sein des EPS. Leur teneur reste cependant un indicateur intéressant : par exemple, une teneur importante en acides nucléiques (ADN et ARN) indique en principe une forte lyse cellulaire au cours du procédé d'extraction des EPS.

### *III.1.1.3. Rôle des EPS sur la structure des floccs*

De nombreuses études ont été réalisées afin de déterminer le rôle des EPS sur la stabilité des floccs et de mettre en avant des corrélations entre la teneur et/ou la composition des EPS et les caractéristiques physiques des boues (indices de floculation et de décantation).

Les EPS développent une grande surface d'échange par unité de volume, ce qui favorise la formation et la croissance des floccs par l'agglomération des bactéries entre elles (Sanin et Vesilind, 2000 ; Sponza, 2003). Ils contribuent ainsi à une organisation structurée de la boue dans laquelle le transport de l'eau entre les floccs peut être facilité.

Selon Mikkelsen et Keiding (2002), la quantité d'EPS dans la boue est le paramètre le plus important dans la structuration des floccs. Avec une augmentation de la teneur en EPS, les boues sont moins sensibles au cisaillement et leur degré de dispersion (concentration massique en solides dispersés/concentration totale en solide) s'en trouve réduit.

Selon Morgan *et al.* (1990) la teneur en EPS varie selon le type de boues. En l'occurrence les boues digérées par voie anaérobie contiennent moins de polymères que les boues activées, car les EPS sont dégradés au cours des étapes de digestion sous forme de dioxyde de carbone et de méthane par les micro-organismes (Henning *et al.*, 1975). Cette dégradation entraîne une déstructuration des floccs pour former des entités de plus petites tailles, inférieures à 100  $\mu\text{m}$  (Forster, 2002). Pour les boues activées, du fait d'une teneur en EPS plus importante, la taille des floccs est plutôt comprise entre 150 et 350  $\mu\text{m}$  (Forster, 2002). Dans le même ordre d'idée, Wilen *et al.*, (2003) ont montré que l'aptitude à la floculation (déterminée en mesurant l'absorbance du surnageant de boues soniquées et refloculées) augmentait avec la teneur en EPS et plus particulièrement avec l'augmentation des teneurs en protéines, polysaccharides et ADN.

La modification de la structure des floccs selon la teneur et la composition des EPS va également jouer un rôle sur la décantabilité des boues. Dans une gamme de concentration comprise entre 15 et 120 mg de EPS/g de MVS, une meilleure décantation est souvent observée dès lors que la quantité de EPS totale diminue (Urbain, 1992 ; Hoa *et al.*, 2003). Cependant, en dessous de 15 mg/g de MVS, la diminution de la concentration en EPS n'affecte plus l'indice de boue, voire dans certains cas elle l'augmente (Hoa *et al.*, 2003 ; Yun *et al.*, 2000).

Cela peut être expliqué par le fait que, pour de faibles concentrations en EPS, d'autres mécanismes de structuration du floc interviennent et ont un impact prépondérant sur la décantation. De plus, l'indice de boue semble davantage lié à la proportion de chaque catégorie d'EPS qu'à leur quantité totale. Ainsi, les teneurs en protéines et en ADN sont respectivement corrélées positivement et négativement avec la décantabilité des floes (Sponza, 2003 ; Bura *et al.*, 1998).

Finalement, de nombreux auteurs s'accordent à souligner l'importance du rôle des EPS dans le processus de biofloculation des boues activées. La composition des EPS, tout autant que leur quantité semble être un élément majeur dans la détermination de l'aptitude à la floculation des boues. Les protéines et les polysaccharides (constituants majeurs des EPS) semblent être les groupements fonctionnels ayant le plus d'influence sur la floculation.

Ces groupements fonctionnels chargés interviennent largement dans la détermination des propriétés de surface de la boue, où la charge de surface portée par les floes de boue a un impact significatif sur le comportement et l'aptitude à la floculation.

#### *III.1.1.4. Influence des EPS sur la déshydratabilité*

Les floes de boues activées sont composés majoritairement d'eau. Elle est, pour une partie non négligeable, liée aux EPS (Erikson *et al.*, 1991 ; Keiding *et al.*, 2001). Keiding *et al.* (2001) observent notamment qu'à un pH proche de la neutralité le réseau constitué par les EPS contient de fortes concentrations en charges négatives entourées de contre-ions. Ainsi, le gradient osmotique dû aux EPS tend à augmenter la concentration en eau au sein de leur structure.

Par ailleurs, plusieurs études ont montré que la concentration en EPS a une influence sur le taux d'hydratation des floes de boues activées (Houghton *et al.*, 2000 ; Mikkelsen et Keiding, 2002). Jin *et al.*, (2004) ont indiqué que les protéines et les polysaccharides, composant en partie les EPS, contribuent de manière significative à lier l'eau à l'intérieur des floes de boue ; ils n'ont en revanche pas observé d'influence de la fraction en substances humiques sur le degré d'hydratation des floes.

Les EPS contribuent ainsi énormément au taux d'hydratation des floccs de boues et par conséquent doivent jouer un rôle important sur leur déshydratabilité. C'est pourquoi de nombreux travaux se sont intéressés au lien existant entre la teneur en EPS et à la faculté d'une boue à être déshydratée.

Il est souvent rapporté que pour une teneur élevée en EPS la déshydratabilité des floccs de boue (mesurée en termes de RSF et/ou de CST) tend à être limitée (Kang *et al.*, 1989 ; Houghton *et al.*, 2000, 2001). D'autres auteurs observent cependant l'effet inverse : le CST tend à diminuer avec la concentration en EPS (Jin *et al.*, 2004). Ils supposent que l'augmentation de la teneur en EPS dans la boue favorise le phénomène de floculation et limite ainsi la présence de fines particules dans la phase liquide, ce qui facilite la déshydratation. De leur côté, Mikkelsen et Keiding (2002) notent une siccité plus faible du gâteau pour une boue plutôt pauvre en EPS.

Ainsi, l'impact des polymères sur la filtrabilité (en termes de RSF et de CST) ne semble pas monotone : il existerait une quantité optimale dépendante de la nature de la boue. Houghton *et al.*, (2000, 2001) montrent que la déshydratabilité des boues activées est favorisée pour des valeurs de concentration en EPS inférieures à 35 mg de EPS/g de SS, tandis qu'au-delà de cette valeur elle serait limitée de par une trop forte rétention d'eau dans la matrice polymérique.

Cependant, pour de nombreux chercheurs la déshydratabilité des boues ne semble pas uniquement dépendre de la teneur en EPS, elle serait également fonction de leur composition et notamment de la teneur en protéines et en polysaccharides. Toutefois l'impact de cette composition reste assez mal connu ; selon Higgins et Novak (1997) et Jin *et al.*, (2004) l'augmentation du taux de protéines tend à favoriser la déshydratabilité (mesurée en termes de CST) tandis que d'autres observent un effet contraire (Murthy et Novak, 1998 ; Houghton *et al.*, 2000 ; Novak *et al.*, 2001). Les polysaccharides auraient quant à eux peu d'influence (voire pas du tout) sur la filtrabilité. Quelques auteurs indiquent cependant un effet négatif de ces derniers à cause de leurs propriétés hydrophiles (Murthy et Novak, 1999 ; Wu *et al.*, 1982 ; Jin *et al.*, 2004).

Finalement, il est difficile de conclure quant à l'influence des constituants mêmes des EPS sur la déshydratabilité des boues. Ces différentes observations peuvent être en partie liées au fait qu'il n'existe pas véritablement de méthode de référence pour l'extraction des EPS, et que les diverses techniques utilisées peuvent conduire à des résultats significativement différents.

### *III.1.1.5. Extraction des EPS*

#### ➤ Principe

De multiples protocoles ont été utilisés pour extraire les EPS présents dans les floccs de boue, dans le but d'étudier leur composition et leurs propriétés. En général, l'extraction comprend trois étapes (Comte, 2005) :

- *le lavage des boues*. Il est le plus souvent réalisé par décantation (Busch et Stumm, 1968) ou par centrifugation (Brown et Lester, 1980 ; Forster, 1971).
- *l'extraction proprement dite*. Les différentes méthodes présentées dans la littérature consistent à disperser les floccs en détruisant les liens entre les micro-organismes et la matrice polymérique qui les unit, par une action chimique ou physique.
- *la séparation/purification des EPS*. Elle consiste en une centrifugation ou une ultracentrifugation. Certains auteurs effectuent ensuite des étapes de purification des EPS par précipitation à basse température (4°C) dans de l'éthanol, de l'acétone, ou un mélange éthanol/acétone (Forster, 1976 ; Morgan *et al.*, 1990) ou encore par dialyse (Liu et Fang, 2002). D'autres complètent la centrifugation par une filtration à 0,22 µm (Brown et Lester, 1980).

#### ➤ Les méthodes d'extraction

Pour une extraction chimique des EPS, les boues sont mises en contact avec un extractant qui favorise la libération des EPS qui sont ensuite récupérés par ultracentrifugation. Il existe une grande variété de réactifs utilisés (hydroxyde de sodium, acide sulfurique, alcools, agents chélatants...) (Forster et Clarke, 1983 ; Higgins et Novak, 1997 ; Chen *et al.*, 2001). De plus, avec un même réactif, plusieurs protocoles peuvent être utilisés selon la concentration en réactif ajoutée, le temps de mise en contact ou encore de la température de travail (Comte, 2005). Dans le cas des méthodes physiques, plusieurs protocoles sont également utilisés de façon classique : le traitement thermique (Liu *et al.*, 2001), la sonication ou l'ultra-sonication à différentes puissances (Jorand *et al.*, 1995 ; Boyette

*et al.*, 2001) ou encore la centrifugation ou l'ultracentrifugation à différentes vitesses (Liu et Fang, 2002).

Il existe aussi une méthode répandue basée sur une action chimique et physique qui utilise des résines cationiques (Frolund *et al.*, 1996 ; Liao *et al.*, 2001). Cette dernière méthode est parfois couplée à une ultrasonication (Dignac *et al.*, 1998 ; Martin-Cereceda *et al.*, 2001).

En résumé, aucune méthode ne fait actuellement référence, certaines sont cependant plus employées que d'autres, plutôt pour des raisons de simplicité de mise œuvre que d'efficacité. Liu et Fang (2003) ont répertorié les principales méthodes utilisées dans la littérature et ont ainsi montré une grande dispersion des résultats en termes de rendement d'extraction mais aussi de composition des EPS.

Cependant, quelle que soit la technique retenue, l'extraction doit satisfaire plusieurs exigences :

- avoir un bon rendement (autrement dit extraire le plus possible de substances extracellulaires) ;
- ne pas causer la rupture des cellules (qui entraînerait une contamination de l'extrait) ;
- ne pas détruire ou modifier la structure ou les composants des EPS extraits.

La méthode qui semble la mieux satisfaire ces différents critères reste l'utilisation de résines cationiques. Elle présente le taux de lyse cellulaire minimum et le rendement d'extraction maximum en comparaison de certaines méthodes chimiques ou thermiques (Frolund *et al.*, 1996) ; elle est actuellement la plus communément utilisée.

### *III.1.1.6. Propriétés de surface des floccs en lien avec les EPS*

#### ➤ *Charges de surface*

Les EPS présentent de nombreux groupes fonctionnels chargés (carboxylates, sulfates, phosphates...) qui modifient grandement la charge totale portée par les floccs de boue et contribuent donc en grande partie aux processus interactionnels impliqués dans la formation et la stabilité des floccs (Wilén *et al.*, 2003). Ainsi, une teneur importante en EPS dans les boues entraîne une augmentation de la teneur en charges de surface négatives des floccs. Cette teneur en charges de surface semble quant à elle dépendre de la teneur de chacun des constituants présents au sein des EPS, plus particulièrement des protéines et des polysaccharides. En effet, Mikkelsen et Keiding (2002) trouvent respectivement une corrélation positive entre la densité de charge des EPS et la teneur en protéines et, négative avec la teneur en polysaccharides. Par ailleurs, Morgan *et al.* (1990) montrent que la quantité de charges de surface dépend plus de la répartition entre les concentrations en protéines et en polysaccharides que de la teneur propre de chacun de ces deux constituants. Liao *et al.* (2001) indiquent plus précisément que la teneur en charges de surface est d'autant plus importante que la valeur de ce ratio élevée. Ainsi, les protéines semblent avoir un effet significatif sur les charges de surface.

Selon la théorie de DLVO (Derjaguin et Landau, 1941 ; Verwey et Overbeek, 1948), la teneur en charges de surface portées par les floccs et par les particules de boue, est considérée comme primordiale dans la détermination de la stabilité des floccs. Cette théorie établit que l'énergie d'interaction totale entre particules résulte de la somme d'un terme répulsif (répulsions électrostatiques entre charges de même signe) et d'un terme attractif (forces attractives de type Van Der Waals) (Figure III. 1).

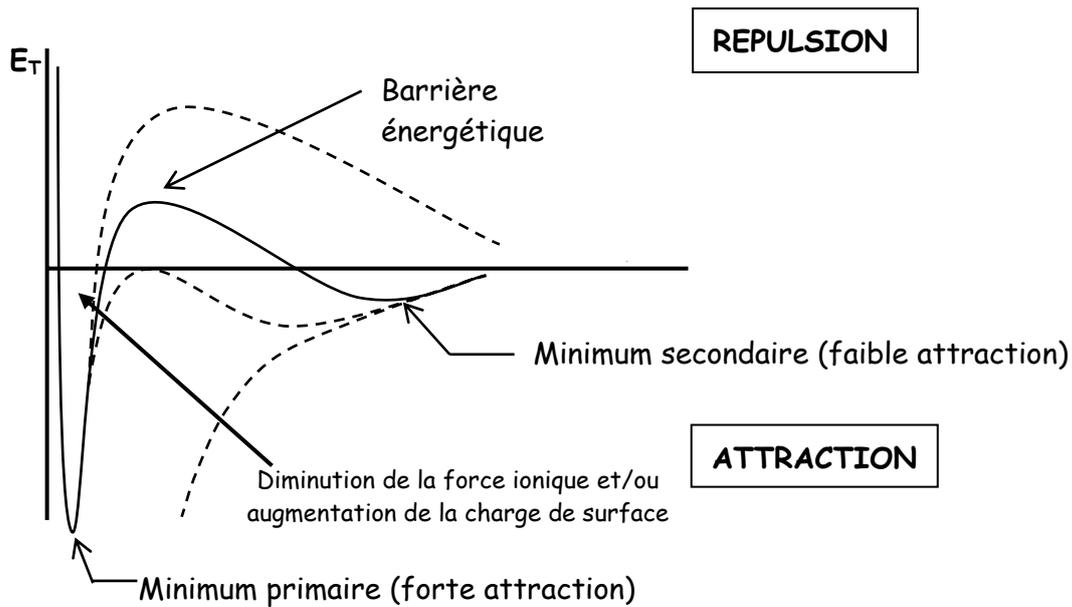


Figure III. 1 : Représentation de la théorie DLVO

Par ailleurs, le concept de la double couche décrit les particules chargées comme étant entourées par deux couches de contre-ions. La première couche (dite couche de Stern) est composée d'une couche d'ions étroitement liés à la particule, la seconde couche (dite couche diffuse) étant composée de contre-ions offrant une interaction moins forte avec la particule. La concentration en ions dans la couche diffuse décroît avec la distance (par rapport à la particule), jusqu'à ce qu'elle atteigne celle de la solution électrolytique (Figure III. 2). Ainsi, quand deux particules s'approchent suffisamment de telle façon qu'il y ait interpénétration de leurs doubles couches électriques, un phénomène de répulsion électrostatique apparaît et tend à s'opposer à l'aggrégation des particules.

De plus, lorsque la force ionique du milieu augmente l'épaisseur de la double couche décroît ; ceci se traduit par une diminution des forces de répulsions électrostatiques et par conséquent favorise l'agglomération des particules. Ce concept peut être en partie pris en compte pour décrire le comportement des floes de boues activées et des particules primaires qui les composent.

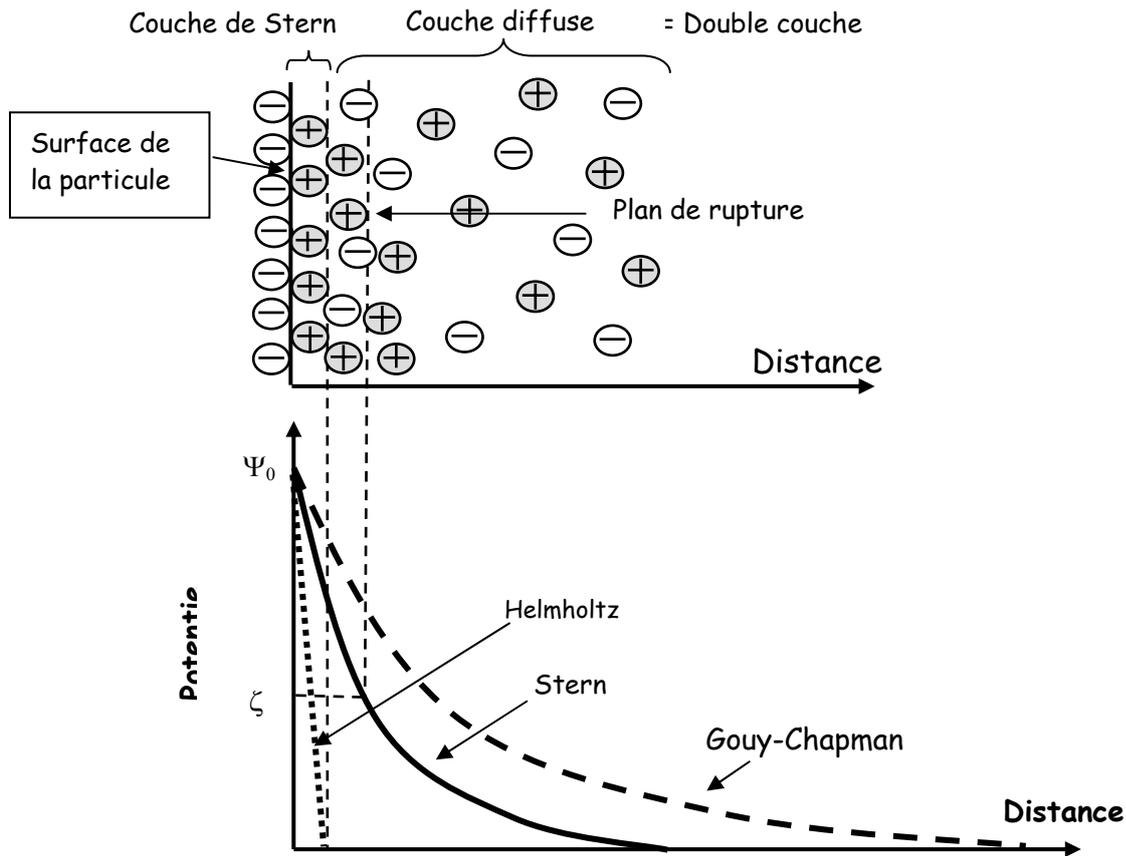


Figure III. 2 : Représentation de la double couche électrique

Certaines études se sont ainsi attachées à mettre en relation la teneur en charges de surface et l'aptitude à la décantation des boues (Forster 1968 ; Steiner *et al.*, 1976). En principe, la diminution de la teneur en charges de surface du floc facilite la floculation et permet une meilleure décantation (Urbain *et al.*, 1993).

Ainsi, comme l'indiquent Zita et Hermansson (1994) et Mikkelsen *et al.*, (1996), la nature des forces d'interactions électrostatiques est importante dans la détermination de la floculation et de la stabilité des flocs. Cependant, des auteurs comme McKinney (1952) ou encore Pavoni *et al.*, (1972) observent que la réduction de la teneur en charges négatives à la surface des flocs ne provoque pas obligatoirement une amélioration de la formation du floc. Cela montre qu'en plus de la charge de surface, d'autres paramètres interviennent sur la floculation, notamment de par la présence des protéines et des acides lipidiques capables d'engendrer des interactions hydrophobes et des liaisons hydrogènes qui peuvent modifier les conditions de stabilité.

D'autres phénomènes, comme l'encombrement stérique dû à la présence de chaînes polymères (EPS) à la surface des particules (qui tend à augmenter la distance entre les particules et donc à diminuer l'attraction de type Van der Waals) peuvent également avoir un rôle important sur la stabilisation des suspensions.

La charge de surface apparaît donc comme un facteur important dans le processus de formation des floccs de boue et dans les étapes de déshydratation qui en dépendent. D'après la bibliographie trois méthodes sont essentiellement utilisées pour la quantifier : la détermination du potentiel zêta (ou de la mobilité électrophorétique), la titration acide-base ou la titration colloïdale (Tiravanti *et al.*, 1985 ; Morgan *et al.*, 1990).

La mesure du potentiel zêta est basée sur la mobilité électrophorétique des particules soumises à un champ électrique (Forster, 1968). Le potentiel zêta correspond en fait au potentiel mesuré au niveau du plan de cisaillement (ou de rupture), au sein de la couche diffuse présente à la surface des particules (Figure III. 2). Ce potentiel n'est pas exactement égal au potentiel de surface néanmoins il en est fortement dépendant.

La détermination de la charge de surface par titration acide-base donne une mesure du nombre total des groupements ionisables présents à la surface d'une suspension. Cette méthode donne le plus souvent une estimation plus élevée des charges de surface au pH proche de la neutralité que celle obtenue par titration colloïdale.

La détermination de la charge de surface par titration colloïdale s'appuie sur une réaction stœchiométrique entre les charges de surface de la suspension et des réactifs polymères étalons. La suspension qui contient des groupements de surface négatifs et positifs est titrée par des polymères anioniques et cationiques. Les charges avec des contre-ions fortement associés ne peuvent pas être titrées et peuvent ainsi induire une sous-estimation de la charge de surface.

En conclusion, il n'existe pas de méthode de référence pour la détermination des charges de surface des EPS ou des particules. C'est pourquoi les résultats rapportés dans la littérature peuvent varier de plusieurs ordres de grandeur. Cependant, Mikkelsen (2003) a comparé l'utilisation des trois méthodes et en a conclu que la titration colloïdale lui semblait être la mieux appropriée pour la détermination de la charge de surface.

➤ L'hydrophobicité

De nombreuses études mettent en avant l'importance du rôle joué par les interactions hydrophobes dans la formation des floes de boue (Urbain *et al.*, 1993 ; Jorand *et al.*, 1994 ; Zita et Hermansson 1994). Ainsi, Zita et Hermansson (1994) observent une forte corrélation entre l'hydrophobicité des cellules et leur degré de liaison aux floes de boues activées. En règle générale, l'augmentation de l'hydrophobicité d'un floe améliore la floculation (Liao *et al.*, 2001) et la décantation (Urbain *et al.*, 1993).

Les EPS sont constitués de parties hydrophiles et hydrophobes ; de par leur teneur importante au sein de la fraction organique d'un floe de boue, ils contribuent ainsi fortement au taux hydrophobicité. Ainsi, Jin *et al.*, (2003) observent une augmentation de l'hydrophobicité avec la teneur en EPS. Cependant, il semblerait que cette évolution soit essentiellement due à la composition des polymères (Higgins et Novak, 1997).

La nature plutôt hydrophobe des protéines en fait les principales responsables de l'hydrophobicité des floes de boues activées, tandis que les polysaccharides contribuent essentiellement à leur nature hydrophile (Wilen *et al.*, 2003 ; Jorand *et al.*, 1998 ; Higgins et Novak, 1997).

Liao *et al.*, (2001) indiquent en effet une augmentation du taux d'hydrophobicité de la boue en fonction du temps de séjour dans l'aérateur, corrélée à une nette augmentation de la teneur en protéines au détriment d'une diminution de la teneur en polysaccharides.

Tout ceci tend à renforcer l'idée que la répartition des constituants des EPS (teneur en protéines/teneur en polysaccharides) est plus importante que la quantité de polymères lors de l'évaluation de la faculté d'une boue à floculer.

Tout comme pour la mesure de la charge de surface, il n'existe pas de méthode de référence pour évaluer l'hydrophobicité d'une boue. Ce paramètre est généralement exprimé en grandeur relative (% d'hydrophobicité) et mesuré à partir de méthodes telles que la détermination d'un angle de contact (Liao *et al.*, 2001), la mesure de l'adhésion bactérienne sur des hydrocarbures (BATH) (Boyette *et al.*, 2001), la mesure de l'agrégation de sels (Lindahl *et al.*, 1981 ; Martin-Cereda *et al.*, 2001) ou la mesure de précipitation du composé sous forme acide suivi de l'adsorption par une résine hydrophobe (Jorand *et al.*, 1998).

Dans le cas de la méthode BATH, l'échantillon de boue dilué est mis en contact avec une phase organique hydrophobe, telle que le n-hexadécane ou le n-octane. L'hydrophobicité relative est mesurée par le rapport de la proportion de suspension solide respectivement hydrophile et hydrophobe, résultant d'une séparation des phases dans une ampoule à décanter (Boyette *et al.*, 2001). Ces mesures n'ont rien d'absolu et dépendent considérablement du choix de la phase organique. Par exemple, Boyette *et al.*, (2001) indiquent une hydrophobicité relative des boues activées comprise entre 18 et 21 % avec le n-hexadécane, tandis qu'elle évolue entre 2 et 9 % avec le n-octane.

La méthode de l'angle de contact est basée sur la mesure de l'angle de contact d'une gouttelette d'eau sur la surface d'une bactérie (Daffonchio *et al.*, 1995) ou à la surface d'un gâteau de boue sec (Liao *et al.*, 2001). L'hydrophobicité du matériau est d'autant plus importante que l'angle de contact est élevé.

La méthode de l'agrégation de sels développée dans un premiers temps par Lindahl *et al.* (1981), dans le cas de souches bactériennes pures, a été appliquée lors de la détermination de l'hydrophobicité des EPS (Martin-Cereceda *et al.*, 2001) et des flocs de boues (Urbain *et al.*, 1993). Dans cette méthode, une dose de sel (sulfate d'ammonium) est ajoutée dans la solution de boue afin de coaguler avec la fraction hydrophobe des flocs. La densité optique de l'échantillon tend à diminuer avec la dose de sel, la différence d'absorbance reflète ainsi l'hydrophobicité du floc de boue.

De leur côté, Jorand *et al.* (1998) ont proposé une méthode basée sur l'utilisation de deux résines (XAD-4 et XAD-8) afin de fractionner les EPS ou les flocs de boues selon leur caractère hydrophobe ou hydrophile. Pour cela ils se sont inspirés du protocole décrit par Croué *et al.* (1993) afin d'identifier une fraction de substances hydrophobes (fraction adsorbée par la résine XAD-8), une fraction d'acides hydrophiles (fraction adsorbée par la résine XAD-4) et une de substances hydrophiles non adsorbées.

Parmi les méthodes succinctement présentées ci-dessus, la méthode BATH reste la plus simple à mettre en œuvre et aussi la plus communément utilisée, suivi par la méthode de mesure de l'angle de contact. La méthode BATH possède de plus l'avantage d'avoir déjà été utilisée à la fois pour des mesures d'hydrophobicité des flocs de boues et des EPS tandis que celle basée sur la mesure de l'angle de contact n'a jamais été utilisée dans le cas de mesures sur les EPS.

### III.1.2. Rôle des cations

Comme cela a été mentionné précédemment, les floccs de boues sont classiquement reconnus pour porter des charges négatives à leur surface, notamment du fait de l'inclusion des EPS dans leur structure. Par conséquent, l'importance du rôle des cations sur la bioflocculation a été soulignée par de nombreux auteurs. Certains cations tels que  $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$  ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  de façon plus mineure) sont fortement impliqués dans l'édification des floccs. Le calcium est considéré comme le cation ayant la plus forte influence dans le processus de bioflocculation, notamment du fait de sa forte affinité pour les EPS (Forster et Lewin, 1972 ; Erikson et Alm, 1991 ; Sanin et Vesilind, 2000). De nombreuses études s'accordent pour souligner l'importance des cations dans la structuration des floccs mais les résultats obtenus ainsi que les mécanismes de flocculation proposés peuvent parfois diverger selon les auteurs.

#### *III.1.2.1. Mécanismes de flocculation*

Tous les modèles de flocculation mettent généralement en avant l'importance des propriétés de surface dans la formation d'interactions au niveau des floccs. Trois modèles principaux sont classiquement retenus (Sobeck et Higgins, 2002).

Le modèle le plus classique pour discuter de la formation de structures flocculées est celui qui se base sur la théorie DLVO (cf. III.1.1.6) ; les interactions entre les constituants des floccs (surtout les EPS et les cations) étant alors analysées en termes d'énergie d'attraction et de répulsion (Adamson, 1990). Selon cette approche, la teneur en charges de surface et par conséquent les forces de répulsions électrostatiques sont fortement dépendantes de la teneur en cations au sein des floccs de boues.

Une autre approche, celle du modèle "Divalent Cation Bridging (DCB)", suppose que les EPS qui contiennent des groupements chargés négativement (à un pH proche de la neutralité) sont liés ensemble par l'intermédiaire de cations divalents ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) ou trivalents (McKinney, 1952 ; Tezuka, 1969 ; Erikson *et al.*, 1992 ; Bruus *et al.*, 1992 ; Nielsen et Keiding, 1998), afin de former un large réseau dans lequel les différents constituants des floccs tels que les bactéries ou les colonies de bactéries sont intégrées. Le troisième modèle appelé ici modèle "alginate" implique également les cations multivalents.

Il suppose une interaction spécifique entre les ions calcium et l'alginate (EPS polysaccharidique issu d'une sécrétion bactérienne présentant une succession d'acide mannuronique et d'acide guluronique) qui tend à former un gel structurant.

Ces trois modèles de floculation mettent en avant une forte implication des cations, notamment multivalents, sur la stabilité et la structure des floes de boues. En examinant le rôle des cations dans la biofloculation de suspensions de boues, par des ajouts d'espèces divalentes ( $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ ) et monovalentes ( $\text{Na}^+$ ), Sobeck et Higgins (2002) concluent que la théorie la plus appropriée au cas des boues résiduelles est le modèle "DCB".

### *III.1.2.2. Effet des cations sur la stabilité et la déshydratabilité des floes de boues*

D'après Bruus *et al.* (1992), les cations, notamment ceux multivalents, assurent ainsi une stabilité des floes en établissant des liaisons entre les micro-organismes.

Sanin et Vesilind (2000) puis Bruus *et al.* (2002), mettent en avant le rôle du calcium en utilisant des agents chélatants, de type EGTA. Ils observent ainsi une défloculation du système qui traduit la forte implication des cations dans la structure et la stabilité des floes. Par ailleurs, Sanin et Vesilind (1996) montrent que pour une concentration donnée en alginate, plus les ajouts en  $\text{Ca}^{2+}$  sont importants, meilleure est la floculation. Le pontage entre les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et les fonctions chargées négativement de l'alginate semble alors être le principal facteur responsable de la floculation. De leur côté, Bruus *et al.* (1992) suggèrent l'existence de pontages entre les cations divalents et les groupes carboxylates des acides uroniques portés par les floes et les EPS. Sobeck et Higgins (2002) montrent quant à eux, que l'ajout de cations monovalents ( $\text{Na}^+$ ) dans une suspension de boue entraîne une migration des ions  $\text{Ca}^{2+}$  de la structure solide vers la phase liquide par un mécanisme d'échange d'ions.

Ce départ des cations multivalents (notamment  $\text{Ca}^{2+}$ ) peut entraîner un effondrement de la structure floculée qui se traduit par un accroissement de la turbidité du surnageant et de l'indice de décantation (Zita et Hermansson, 1994 ; Kara *et al.*, 2008).

La modification de la structure des floccs avec la teneur et le type de cations entraîne également une évolution du comportement de la boue en terme de filtrabilité. En règle générale, l'augmentation de la teneur en cations divalents, de type  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ , se traduit par une amélioration des propriétés de déshydratation, marquées par une diminution du CST et de la RSF (Higgins et Novak, 1997 ; Sobeck et Higgins, 2002 ; Jin *et al.*, 2004). Cependant, en lien avec le modèle "DCB" (mécanisme d'échange d'ions entre le  $\text{Na}^+$  et le  $\text{Ca}^{2+}$ ), l'ajout de cations monovalents du type  $\text{Na}^+$  limite la déshydratabilité des floccs de boues (Sobeck et Higgins, 2002 ; Kara *et al.*, 2008). Ainsi, Higgins et Novak (1997) indiquent que la faculté de la boue à être déshydratée peut être mise en relation avec le ratio teneur en cations monovalents/teneur en cations divalents. Selon ces auteurs, la déshydratabilité des boues se trouvent fortement limitée lorsque le ratio molaire ( $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Na}^+/\text{Mg}^{2+}$ ) devient supérieur à 4. Ce résultat reste cependant contesté par Houghton *et al.* (2001) qui ne remarquent pas de corrélation entre ce ratio et la déshydratabilité des boues.

En conclusion, la présence de cations multivalents semble améliorer les propriétés de floculation et de déshydratation des boues, probablement du fait de fortes interactions avec les EPS. Ce phénomène est classiquement favorisé par l'augmentation de la valence des cations impliqués.

### III.1.3. Influence du pH

La stabilité de la structure des floccs influence considérablement le comportement des boues lors de l'étape de déshydratation. De nombreux auteurs ont ainsi abordés l'influence d'un pré-conditionnement acide ou basique sur la structure des floccs et leur déshydratabilité (Karr et Keinath, 1978 ; Liao *et al.*, 2002 ; Neyens *et al.*, 2003 ; Chen *et al.*, 2007 ; Shao *et al.*, 2009) ; l'idée principale étant qu'un pré-conditionnement acide ou basique pouvait influencer le mécanisme de flocculation en provoquant, en règle générale, une hydrolyse des constituants couplée à une modification des propriétés de surface des floccs de boues.

#### *III.1.3.1. Rôle du pH sur la structure des floccs*

##### ➤ *Propriétés de surface*

En conditions acides, les protons présents dans le milieu neutralisent les charges négatives portées par les floccs de boues. Neyens *et al.*, (2003) indiquent que la dose de polymère cationique nécessaire au conditionnement d'une suspension de boue tend à diminuer dans des conditions acides. En effet, la teneur en charges de surface négative diminue par l'adsorption des protons à la surface des EPS, ce qui permet d'atteindre une dose de polymère optimale pour un pH proche de 3.

Selon Liao *et al.* (2002), la teneur en charges de surface négatives nette est nulle autour d'un pH compris entre 2,6 et 3,6 ; le point isoélectrique est atteint. Dans ces conditions, la stabilité de la structure des floccs est maximale ; les forces de répulsions électrostatiques étant alors minimales. L'agglomération des floccs de petites tailles aboutira à la formation de floccs à faibles constantes de dissociation. Par contre, la constante de dissociation augmente fortement à un pH inférieur au point isoélectrique du fait de l'adsorption des protons  $H^+$  par les groupes aminés ( $R-NH_2$ ) formant ainsi des groupements du type ( $R-NH_3^+$ ). Par ailleurs, la modification du pH affecte peu la structure des floccs de boues dans une zone tampon comprise entre 4,5 et 9,5. La variation de la constante de dissociation dépend de l'ionisation des différents groupes fonctionnels présents à la surface des EPS, tels que les groupes carboxyles et aminés des protéines. Ainsi, l'influence combiné de chacun de ces groupes, ayant des constantes de dissociation différentes (pKa compris entre 1,71 et 3 pour les groupes aminés et entre 8,2 et 11 pour les groupes carboxyles), font que la constante de dissociation des floccs évolue peu dans ces conditions de pH.

A l'inverse du conditionnement acide, lorsque le milieu devient de plus en plus alcalin, la teneur en charges de surface négatives des floccs de boue augmente (Katsiris et Kouzeli-Katsiri (1987). L'ionisation des groupes hydroxyles (OH en O<sup>-</sup>) induit une augmentation des forces de répulsions électrostatiques qui se traduit par une défloculation du système (Wingender *et al.*, 1999).

➤ *Solubilisation des floccs par hydrolyse ou acidification*

En plus de la modification des propriétés de surface des floccs de boues, le pH provoque une solubilisation du système par hydrolyse et acidification. Sur la base de mesures de DCO soluble, plusieurs auteurs remarquent une hausse de la solubilisation des floccs lors d'un conditionnement acide ou basique, avec des résultats plus prononcés dans le cas du traitement alcalin (Lin *et al.*, 1998 ; Vlyssides et Karlis, 2004 ; Chen *et al.*, 2007). Ce phénomène s'accompagne d'une dissolution des EPS (majoritairement des protéines) vers la phase liquide, (Shao *et al.*, 2009). Ainsi, l'augmentation du pH semble entraîner une dissociation des acides fixés sur les EPS, qui accentue la migration des protéines et des polysaccharides (en moindre mesure) vers la phase soluble. Neyens *et al.* (2003) indiquent par ailleurs une dissolution de la membrane cellulaire des micro-organismes due notamment à la saponification des lipides qui composent cette paroi cellulaire.

En conclusion, l'augmentation des forces de répulsions électrostatiques couplée à une hydrolyse ou une acidification des floccs de boue favorise la défloculation du système.

### *III.1.3.2. Rôle du pH sur la déshydratabilité des boues*

De nombreux auteurs indiquent une amélioration de la déshydratabilité des boues (en termes de CST et de RSF) sous conditions acides ; la cinétique de déshydratation devenant optimale pour un pH proche de 2,5, correspondant au point isoélectrique (Everett, 1974 ; Karr et Keinath, 1978 ; Chen *et al.*, 2001 ; Neyens *et al.*, 2003). Par contre, la déshydratabilité est fortement limitée en conditions basiques ; la RSF semble augmenter de façon exponentielle avec le pH (Karr et Keinath, 1978 ; Sürücü et Cetin, 1989 ; Neyens *et al.*, 2003 ; Shao *et al.*, 2009). Ceci peut s'expliquer en partie par le fait que la solubilisation des floccs altère la distribution de tailles des particules.

Le taux de particules dissoutes (taille comprise entre 0,01 à 1  $\mu\text{m}$ ) et décantables (taille supérieure à 100 $\mu\text{m}$ ) augmente d'autant plus que le pH est faible, tandis que le taux de particules supracolloïdales (1 à 100  $\mu\text{m}$ ) diminue. A contrario, dans des conditions basiques pour lesquelles la solubilisation est généralement plus marquée, une réduction du taux de particules décantables et une hausse de celui des particules supracolloïdales ont été observées (Karr et Keinath, 1978 ; Shao *et al.*, 2009). Selon Karr et Keinath (1978) le taux de particules supracolloïdales semble être un facteur important sur la déshydratabilité des boues. Ces particules sont classiquement considérées comme étant en grande partie responsable du colmatage des gâteaux de boue et des média filtrants, limitant ainsi les performances de déshydratation. Il semble donc important de réduire le taux de particules supracolloïdales dans les boues à déshydrater.

#### III.1.4. Influence de l'âge des boues

Il est souvent rapporté dans la littérature que la structure des floccs et leur stabilité évoluent en fonction de l'âge des boues. En règle générale, la teneur en charges de surface négatives à la surface des floccs tend à diminuer avec l'âge des boues (Liao *et al.*, 2001, 2002, 2006 ; Liss *et al.*, 2002), ce qui entraînerait une réduction de l'intensité des forces de répulsions électrostatiques et stabiliserait ainsi les floccs. Liao *et al.* (2002) signalent en effet, que la constante de dissociation des floccs est d'autant plus faible que la boue est vieille. De plus, l'hydrophobicité des floccs semble également augmenter avec l'âge ce qui contribue également à la stabilité des floccs (Liao *et al.*, 2001). Ainsi, la modification des propriétés de surface des boues au cours de leur vieillissement conduit à une évolution de la structure même des floccs. D'après, Liao *et al.* (2002, 2006), un flocc de boue fraîche peut être représenté comme un système constitué principalement de micro-organismes et d'eau, dans une matrice polymérique (EPS) plutôt lâche. Par contre, dans le cas d'une boue âgée, ces auteurs considèrent que le flocc est davantage compact et qu'une couche lisse formée par des EPS se situe en périphérie des floccs de bactéries.

Sachant que les propriétés de surface et par conséquent la stabilité des floccs dépendent fortement de la teneur en EPS (cf. III.1.1.6.), il semble important d'évaluer dans quelle mesure cette teneur évolue avec le vieillissement. Malheureusement les résultats reportés dans la littérature sur cette évolution présente une grande disparité.

En effet, plusieurs auteurs indiquent une augmentation de la teneur en EPS avec l'âge de boues (Tenny et Stumm, 1965 ; Pavoni *et al.*, 1972 ; Chao et Keinath, 1979). Ces derniers (Chao et Keintah, 1979) montrent par exemple que la teneur en polymères passe respectivement de 20 mg/g de SS à 67 mg/g de SS en dix jours environ. A l'opposé, Gulas *et al.* (1979) et Sheintuch *et al.* (1986) observent une diminution de la teneur en EPS au cours du vieillissement ; et Liao *et al.* (2001) ne remarquent aucune évolution. Cette disparité des résultats peut s'expliquer en partie par les différentes méthodes expérimentales utilisées :

- différentes techniques d'extraction employées (suivant les méthodes d'extraction utilisées, la quantité extraite n'est pas toujours représentative de celle réellement présente au sein des floes),
- différentes méthodes de dosage,
- différentes conditions de culture,
- différentes gammes d'âge de boues étudiées, etc....

Bien qu'aucune corrélation entre la quantité totale d'exopolymères présents au sein des floes et l'âge des boues ne puisse être véritablement mise en évidence, il semblerait en revanche, que l'évolution de la nature des EPS (notamment les protéines et les polysaccharides) en fonction de l'âge des boues soit davantage marquée. Par conséquent, lorsque l'âge des boues augmente, la quantité de protéines au sein des floes aurait tendance à augmenter suite à la libération de protéines et d'ADN intracellulaires induite par la lyse cellulaire ou la respiration endogène. Ainsi, Lee *et al.* (2003) constatent une augmentation de la quantité de protéines extraites par une méthode thermique entre une boue de 20 jours et de 60 jours, l'activité bactérienne étant alors réduite. Pour les polysaccharides, Brookes *et al.* (2003) et Liao *et al.* (2001, 2002) constatent qu'un vieillissement des boues induit une diminution de la concentration de cette espèce. A un âge élevé, la faible quantité de substrat carboné est préférentiellement utilisée pour la synthèse cellulaire et l'énergie de maintenance et ne permet qu'une production minimale de polysaccharides (Durmaz et Sanin, 2001 ; Liao *et al.*, 2001 ; Liu et Fang, 2003).

En conclusion, le vieillissement des boues a un impact significatif sur la stabilité et la structure des floes, notamment suite à une évolution de la composition des EPS. Cet aspect des choses est classiquement caractérisé par le suivi du ratio : teneur en protéines/teneur en polysaccharides, qui tend à augmenter au cours du vieillissement des boues (Liao *et al.*, 2002 ; Liss *et al.*, 2002).

## **II.2. Matériels et méthodes**

### II.2.1. Préparation des échantillons de boue

L'ajout d'un flocculant chimique au sein d'une suspension de boue activée modifie considérablement les interactions intra-flocs et inter-flocs. Par conséquent, après un tel conditionnement, il semble difficile de déceler convenablement par une caractérisation physico-chimique des échantillons de boues l'impact des constituants majeurs initiaux des flocs sur la stabilité de la structure du réseau polymérique. C'est pourquoi des échantillons de boues activées liquides non flocculées sont utilisés lors de cette étude. Ces échantillons sont concentrés à 10 g/L selon le protocole présenté précédemment (cf. II.2.2.), puis modifiés physico-chimiquement afin de mettre en évidence l'impact sur les mécanismes de floculation de différents facteurs tels que les propriétés de surface des flocs ou des effets de structure liés notamment à la teneur et à la composition en EPS ; ceci dans le but d'aboutir à une meilleure compréhension du comportement des gâteaux de boue lors de l'étape de déshydratation, notamment en phase de compression.

Ainsi, l'impact de la teneur en sel monovalent, de type Chlorure de sodium, du pH ou encore du vieillissement sur la structure des flocs est caractérisé par la détermination de paramètres physico-chimiques majeurs des boues, couplée à des tests de déshydratation en CFC.

### II.2.2. Méthodes analytiques de caractérisation physico-chimique

#### *II.2.2.1. Mesure de la turbidité*

##### ➤ Protocole expérimental

L'échantillon de boue activée non flocculée est tout d'abord centrifugé à 3000 tr/min pendant 2 min (Sigma-4K15). La turbidité du surnageant est ensuite déterminée par une mesure d'absorbance à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 650 nm (domaine du visible) (Biochrom-WPA-S1200). Une valeur élevée d'absorbance caractérise la faible stabilité de la structure des flocs de boues. En fait, il n'existe pas de conditions de référence pour la centrifugation. Bruus *et al.*, (1992) proposent par exemple de déterminer l'absorbance de l'échantillon à l'issue d'une centrifugation à 2200 tr/min pendant 2 min tandis que Hjorth *et al.*, (2008) utilisent un couple vitesse/temps de centrifugation de 900 tr/min

pendant 2 min. Cependant, après avoir testé plusieurs conditions expérimentales proches de celles proposées ci-dessus, seule une centrifugation à 3000 tr/min pendant 2 min a permis d'obtenir des mesures d'absorbance reproductibles et inférieures à une valeur de 1.

➤ Répétabilité et détermination des incertitudes de mesures

Six tests ont été réalisés avec une même boue activée non floculée où, pour chaque échantillon prélevé, six mesures d'absorbance ont été déterminées (Tableau III. 1).

Tableau III. 1 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue activée non floculée à 10 g/L

Essais	1	2	3	4	5	6
<b>Absorbance</b>	0,43	0,49	0,49	0,48	0,44	0,51
	0,40	0,49	0,50	0,47	0,45	0,50
	0,43	0,49	0,51	0,47	0,45	0,51
	0,41	0,48	0,50	0,48	0,45	0,51
	0,44	0,49	0,48	0,48	0,43	0,48
	0,41	0,48	0,49	0,46	0,45	0,50
<b>Moyenne</b>	<b>0,42</b>	<b>0,49</b>	<b>0,49</b>	<b>0,48</b>	<b>0,45</b>	<b>0,50</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,47 ± 0,07</i>						

La moyenne des moyennes est calculée afin de prendre en compte l'incertitude de mesure liée à la reproductibilité des expériences. Cette incertitude élargie correspond à l'écart type des moyennes multiplié par deux (soit ici égale à une absorbance de ± 0,066) afin de prendre en compte l'ensemble des données sur un intervalle de confiance de 95,4 %. L'erreur de mesure liée à la reproductibilité des essais évolue entre 5 et 9 % selon la boue initiale prélevée à la station d'épuration (Tableau III. 2).

Tableau III. 2 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L)

	Boue 1	Boue 2	Boue 3	Boue 4	Boue 5	Boue 6
<b>Moyenne des moyennes</b>	0,472 ± 0,066	0,482 ± 0,086	0,491 ± 0,025	0,501 ± 0,086	0,486 ± 0,055	0,474 ± 0,064
<b>Pourcentage d'erreur (%)</b>	7	8,9	5	8,6	5,6	6,8

### II.2.2.2. Mesure de la teneur en charges de surface négatives par titration colloïdale

#### ➤ Protocole expérimental

1 mL de boue concentrée à 10 g/L est dilué dans 150 mL d'eau distillée avant d'ajouter un excès de polybrène (Sigma-Aldrich, > 94 %), soit 5 mL à 0,001 N. La solution est mise sous agitation pendant 5 minutes afin que le polymère cationique neutralise l'ensemble des charges de surface négatives portées par les floccs de boue. En présence de quelques gouttes de bleu de Toluidine, l'excédent de polybrène est titré par l'ajout de PVSK (Polyvinylsulfuric acid potassium salt) (Acros organics) à 0,001 N, un polymère anionique. A l'instant où l'indicateur coloré passe du bleu au pourpre, le point de neutralité électrique est atteint. Ce protocole est ensuite reproduit en l'absence de suspension de boue afin d'obtenir le volume de PVSK nécessaire à la neutralisation de 5 mL de polybrène. La teneur en charges de surface négatives est exprimée en milliéquivalent par gramme de suspension solide selon l'équation III.1 (Wilén *et al.*, 2003) :

$$\text{Charges de surface négatives (meq.g de SS}^{-1}\text{)} = \frac{[C_{PVSK}] * (V_{PVSK} - V_{PVSKblanc})}{m_s} \quad (\text{III.1})$$

Avec :

$C_{PVSK}$  : concentration en PVSK en meq.L<sup>-1</sup>

$V_{PVSK}$  : volume de PVSK ajouté en présence de la suspension de boue (en L)

$V_{PVSKblanc}$  : volume de PVSK ajouté en l'absence de la suspension de boue (en L)

$m_s$  : masse de suspension solide initialement présente dans l'échantillon de boue à 10 g/L

➤ Répétabilité

Des essais de détermination de la teneur en charges de surface négatives portées par les floccs ont été réalisés pour cinq boues activées brutes (non flocculées) différentes. Pour chaque boue, les essais de titration ont été répétés trois fois (Tableau III. 3). L'incertitude de reproductibilité élargie (l'écart type multiplié par deux) déterminée pour une même boue est plutôt faible. Quelle que soit la boue considérée, l'erreur de mesure évolue entre 2 et 4 % environ (Tableau III. 3).

Tableau III. 3 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en meq.g de MS<sup>-1</sup>) pour différentes boues activées non flocculées initiales (concentration = 10 g/L)

Boues initiales différentes	Boue 1	Boue 2	Boue 3	Boue 4	Boue 5
Charges de surface (meq.g de MS <sup>-1</sup> )	-1,08	-1,03	-1,02	-1,07	-0,99
	-1,11	-1,02	-1,05	-1,09	-1,01
	-1,07	-1,04	-1,03	-1,06	-0,98
Moyenne	<b>-1,09 ± 0,04</b>	<b>-1,03 ± 0,02</b>	<b>-1,03 ± 0,03</b>	<b>-1,07 ± 0,03</b>	<b>-0,99 ± 0,03</b>
% d'erreur	<b>3,8</b>	<b>1,9</b>	<b>3,0</b>	<b>2,8</b>	<b>3,1</b>

II.2.2.3. Mesure du caractère hydrophobe de la suspension de boue

➤ Protocole expérimental

40 g de boue concentrée à 10 g/L sont agités uniformément pendant 20 minutes avec 20 g d'hexadécane (composé organique) (Acros organics, 99 %) dans un bécher afin d'obtenir un mélange homogène sous la forme d'une émulsion. La solution est ensuite transférée dans une ampoule à décanter. Après 30 minutes, les phases hydrophiles et hydrophobes de la suspension de boue sont complètement séparées ; les particules hydrophobes sont fixées sur l'hexadécane. La phase aqueuse est récupérée et placée au dessiccateur à 105°C afin de déterminer la teneur en matière sèche. Le caractère hydrophobe est ensuite défini selon l'équation III.2 (Wilén *et al.*, 2003) :

$$\text{Hydrophobicité relative (\%)} = \left(1 - \frac{MS_e}{MS_i}\right) * 100 \quad \text{(III.2)}$$

Avec :

$MS_e$  : matière sèche dans la phase aqueuse après émulsification (g)

$MS_i$  : matière sèche initiale de la suspension de boue à 10 g/L (g)

➤ Répétabilité

Deux essais de détermination de l'hydrophobicité relative des floccs de boues ont été réalisés pour quatre boues initiales différentes. Les résultats sont globalement reproductibles avec une erreur de mesure de l'ordre de 2 % (Tableau III. 4).

Tableau III. 4 : Mesure de l'hydrophobicité relative de différentes boues activées brutes (non flocculées) (concentration = 10 g/L)

Boues initiales différentes	Boue 1	Boue 2	Boue 3	Boue 4
Hydrophobicité relative (%)	92,6	91,5	94,6	90,6
	90,5	91,9	96,5	92,5

II.2.2.4. Extraction et dosage des EPS

➤ Protocole d'extraction des EPS

La méthode d'extraction développée est basée sur l'utilisation d'une résine échangeuse de cations (Frolund *et al.*, 1996). Cette méthode permet une extraction avec un rendement élevé des EPS contenus dans les floccs et dans le surnageant, tout en limitant une lyse cellulaire (cf. III.1.1.5.). Durant toutes les étapes majeures de l'extraction, les solutions sont conservées à une température proche de 4°C dans de la glace pilée, afin d'éviter la lyse cellulaire et le relargage de polymères intracellulaires. De même, toutes les dilutions sont effectuées avec un tampon phosphate de pH quasiment équivalent à celui des boues (pH = 7). La pression osmotique est ainsi globalement la même de part et d'autre des parois des cellules, ce qui limite les effets de lyse cellulaire. Les quantités de produits utilisées lors de la préparation de la solution tampon sont déterminées pour 1 litre d'eau distillée (Tableau III. 5).

Tableau III. 5 : Quantité de produits nécessaire à la préparation de la solution tampon

Produits	Quantité en masse (g)	Masse molaire (g/mol)	Molarité
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .12(H <sub>2</sub> O)	0,328	163,94	2 mM
NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> .(H <sub>2</sub> O)	0,552	137,99	4 mM
NaCl	0,526	58,44	9 mM
KCl	0,0746	74,56	1 mM

Enfin, avant son utilisation, la résine échangeuse de cations (Dowex Marathon C, Na<sup>+</sup> form, Mesh 20/50, strongly acidic ; Sigma Aldrich) est préalablement lavée avec la solution tampon : une proportion de 35 g de résine pour 150 mL de solution phosphate est utilisée, quelle que soit la quantité de résine nécessaire à l'extraction. Le mélange est mis en agitation pendant 1 heure dans le noir puis filtré à travers un papier filtre afin de récupérer la résine conditionnée.

35 g de résine échangeuse de cations pour 0,5 g de MVS (Matières Volatiles Solides) sont nécessaires pour extraire les EPS liés. Ainsi, une masse  $m_0$  de boue activée non floclée à 10 g/L, déterminée selon la spécification ci-dessus, est placée dans un pot de centrifugation. Suit alors une étape de centrifugation, à 12000 G pendant 15 min, dont le but est de séparer les exopolymères solubles présents dans le surnageant ; les EPS liés aux floccs restent dans le culot de centrifugation. Les EPS solubles sont ensuite pesés et stockés au congélateur, dans un flacon fermé, avant d'être dosés ultérieurement.

Le culot de centrifugation est quant à lui remis en suspension avec 30 mL de tampon phosphate avant d'être à nouveau centrifugé à 12000 G pendant 15 min afin de subir une étape de lavage. Le nouveau surnageant est éliminé et le culot de centrifugation est à nouveau remis en suspension avec 30 mL de solution tampon pour ensuite être introduit dans un bécher contenant 35 g de résine. 70 mL de solution phosphate sont utilisés pour nettoyer le récipient contenant le culot de centrifugation remis en suspension et transférés dans le bécher d'extraction. Le contenu du bécher, entouré de glace pilée, est ensuite mis sous agitation à haute vitesse pendant 4 heures. Cette étape permet la solubilisation des EPS liés. La centrifugation du contenu (12000 G pendant 15 minutes) qui suit l'étape d'extraction, permet de récupérer le surnageant contenant alors les EPS initialement liés aux agrégats biologiques. L'échantillon recueilli est ensuite pesé et stocké au congélateur.

➤ Protocole de dosage des EPS

- Dosage des protéines et des substances humiques

Les protéines sont dosées selon la méthode colorimétrique de Lowry (Lowry *et al.*, 1951) modifiée par Frolund *et al.*, (1995). Elle consiste à former un complexe entre les liaisons peptidiques et le sulfate de cuivre  $\text{CuSO}_4$ , en milieu alcalin. Ce complexe réduit alors les acides phosphomolybdiques et phosphotungstiques du réactif Phénol-Folin-Ciocalteau pour donner un second complexe de couleur bleue, mesuré au spectrophotomètre à 750 nm. Toutefois, lors de l'utilisation de cette méthode, Davis (1988) met en évidence des interférences dues aux substances humiques, lors de la lecture au spectrophotomètre. Frolund *et al.*, (1995) ont ainsi modifié la méthode établie par Lowry (Lowry *et al.*, 1951) afin de prendre en compte les substances humiques dans la mesure des protéines. Cette méthode est basée sur la mesure du développement de couleur en présence et en absence de  $\text{CuSO}_4$ . En présence de  $\text{CuSO}_4$ , aussi bien les protéines que les substances humiques sont dosées. En l'absence de  $\text{CuSO}_4$ , le développement de couleur est dû aux composés humiques et aux acides aminés chromogènes. Ainsi, sans  $\text{CuSO}_4$ , la coloration développée par le SAB (Sérum Albumine Bovin) est réduite de 20 % mais pas pour les substances de type humique (Frolund *et al.*, 1995). A partir des absorbances lues, il est possible de déterminer l'absorbance des protéines et des substances humiques (équations III.3 et III.4) :

$$\text{Abs totale avec } \text{CuSO}_4 = \text{Abs protéines} + \text{Abs substances humiques} \quad (\text{III.3})$$

$$\text{Abs totale sans } \text{CuSO}_4 = 0,2 * \text{Abs protéines} + \text{Abs substances humiques} \quad (\text{III.4})$$

Des deux premières équations, il vient :

$$\text{Abs protéines} = 1,25 * (\text{Abs totale avec } \text{CuSO}_4 - \text{Abs totale sans } \text{CuSO}_4) \quad (\text{III.5})$$

$$\text{Abs substances humiques} = \text{Abs totale sans } \text{CuSO}_4 - 0,2 * \text{Abs protéines} \quad (\text{III.6})$$

Le protocole opératoire de dosage des protéines et des substances humiques est décrit dans le Tableau III. 6.

Tableau III. 6 : Protocole de dosage des protéines et des substances humiques

En présence de $\text{CuSO}_4$	En absence de $\text{CuSO}_4$
5 mL de (F) + 1 mL d'échantillon	5 mL de (H) + 1 mL d'échantillon
Homogénéisation au vortex pendant 30 s	Homogénéisation au vortex pendant 30 s
Repos 10 minutes à température ambiante	Repos 10 minutes à température ambiante
0,5 mL de (G)	0,5 mL de (G)
Homogénéisation au vortex pendant 30 s	Homogénéisation au vortex pendant 30 s
Repos 15 minutes à l'obscurité	Repos 15 minutes à l'obscurité
Analyse au spectrophotomètre à 750 nm	Analyse au spectrophotomètre à 750 nm

- Avec :
- (A) :  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (1 % en masse)
  - (B) : Tartrate de potassium et de sodium (2% en masse)
  - (C) : NaOH (0,2 M)
  - (D) : Carbonate de sodium (4 % en masse)
  - (E) : Réactif de Folin (2N)
  - (F) : 49 mL de (D) + 49 mL (C) + 1 mL de (A) + 1 mL de (B)
  - (G) : (E)/2
  - (H) : 49 mL de (D) + 49 mL de (C) + 1 mL d'eau + 1 mL de (B)

Les concentrations en protéines et en substances humiques sont établies à partir des gammes étalons réalisées respectivement, avec du sérum albumine bovin (Sigma A7906, 98 %) et des acides humiques (Fluka 53680) (Figure III. 3, Figure III. 4).

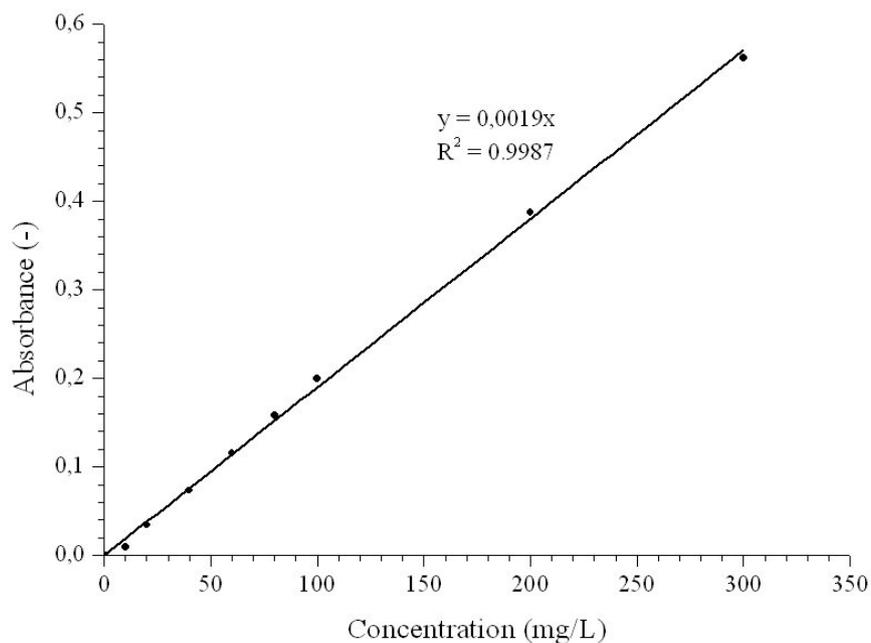


Figure III. 3 : Courbe d'étalonnage du dosage des protéines avec du Sérum Albumine Bovin

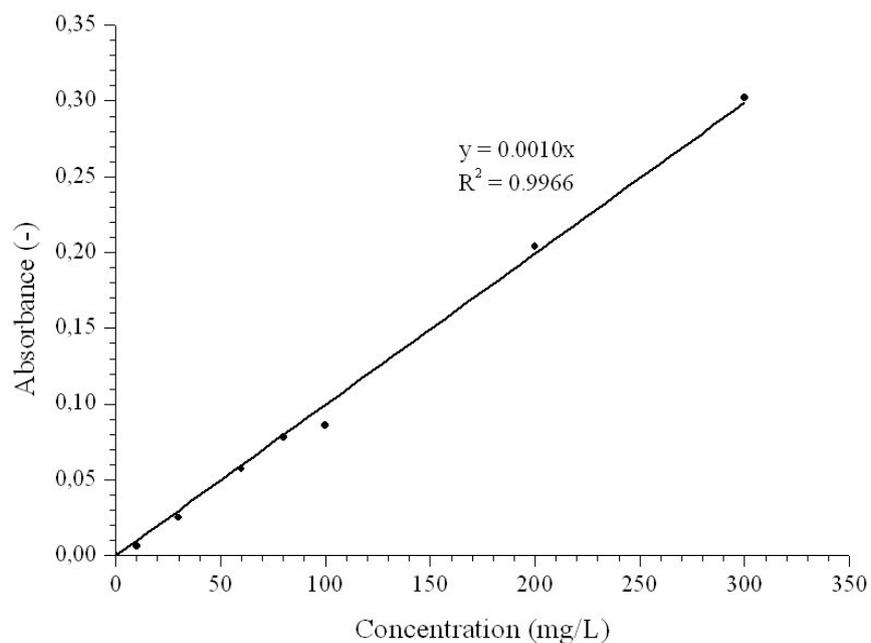


Figure III. 4 : Courbe d'étalonnage du dosage des substances humiques avec des acides humiques

- Dosage des polysaccharides

Les polysaccharides sont dosés selon la méthode colorimétrique établie par Dubois *et al.*, (1956). L'échantillon est chauffé en présence d'acide sulfurique et de phénol. Les polysaccharides sont hydrolysés, durant le chauffage, par l'acide sulfurique puis les monosaccharides sont déshydratés par le phénol pour donner finalement une coloration orange.

Le protocole opératoire de dosage des polysaccharides est décrit dans le Tableau III. 7.

Tableau III. 7 : Protocole de dosage des polysaccharides

Dosage des Polysaccharides
1 mL de Phénol + 1 mL d'échantillon
Homogénéisation au vortex pendant 30 s
5 mL d'acide sulfurique concentré
Bain marie à 100°C pendant 5 min
Repos 30 minutes à l'obscurité
Analyse au spectrophotomètre à 492 nm

La concentration en polysaccharides est établie à partir d'une gamme étalon réalisée avec du glucose (D-glucose, anhydrique, 99%, Acros organics) (Figure III. 5).

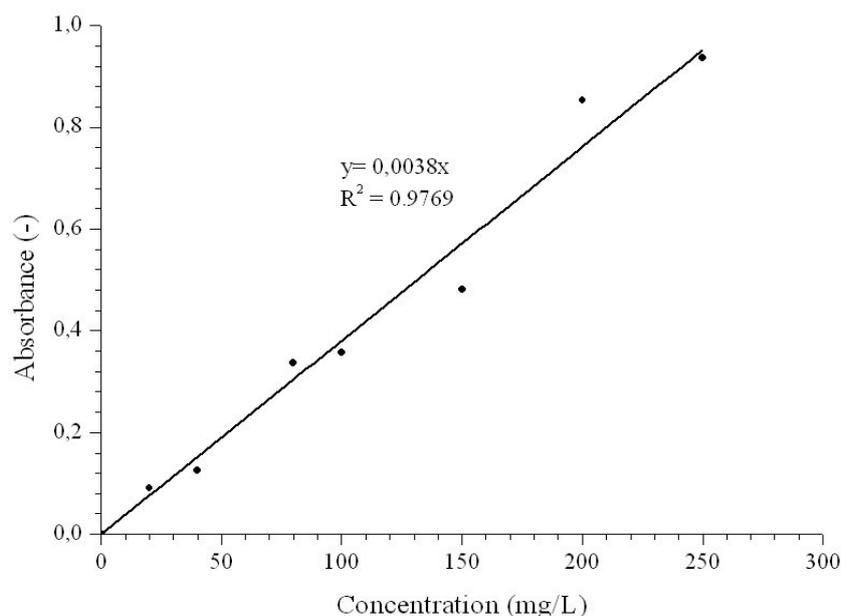


Figure III. 5 : Courbe d'étalonnage du dosage des polysaccharides avec du glucose

➤ Détermination de la teneur en EPS et répétabilité

Les EPS sont constitués en majeure partie de protéines, de substances humiques et de polysaccharides (Frolund *et al.*, 1996 ; Dignac *et al.*, 1998 ; Wilen *et al.*, 2003). Ainsi la teneur en EPS totale présente dans la suspension de boue activée non floculée est déterminée à partir de la somme de chacun de ces trois constituants majeurs. Pour chacune des solutions d'EPS solubles et liés extraites, les teneurs en protéines, en substances humiques et en polysaccharides sont calculées par le produit de leur concentration dans la suspension avec la quantité d'EPS récupérée.

Trois essais d'extraction des EPS solubles et liés suivi de leur dosage ont été réalisés avec une même boue activée non floculée initiale afin de caractériser la reproductibilité des résultats obtenus (Tableau III. 8).

Tableau III. 8 : Evolution de la teneur en EPS liés et solubles pour une même boue activée non floculée (concentration = 10 g/L)

Moyenne de la teneur en EPS (mg.g de VSS <sup>-1</sup> )	Echantillon 1			Echantillon 2			Echantillon 3		
	Liés	Solubles	Totaux	Liés	Solubles	Totaux	Liés	Solubles	Totaux
<b>Protéines</b>	18,5	1,6	20,1	20,6	1,7	22,3	17,8	1,8	19,6
<b>Acides humiques</b>	15,0	3,9	18,9	15,8	2,9	18,7	18,6	4,5	23,1
<b>Polysaccharides</b>	18,2	6,7	24,9	19,7	7,6	27,3	17,5	7,4	24,9
<b>Totale</b>	<b>51,7</b>	<b>12,2</b>	<b>63,9</b>	<b>56,1</b>	<b>12,3</b>	<b>68,3</b>	<b>53,8</b>	<b>13,7</b>	<b>67,6</b>

Quel que soit l'échantillon de boue considéré, les quantités extraites en chacun des constituants liés et solubles, et par conséquent en EPS totales sont très proches (Tableau III. 8). Les pourcentages d'erreurs liés à la reproductibilité des essais varient en majorité aux alentours de 5 à 10 % (Tableau III. 9).

Tableau III. 9 : Mesure des pourcentages d'erreurs liés à la reproductibilité des essais d'extraction et de dosage des EPS pour une boue activée non floculée (concentration = 10 g/L)

Protéines		Acides humiques		Polysaccharides		EPS liés totale	EPS solubles totale	EPS totale
Liés	Solubles	Liés	Solubles	Liés	Solubles			
7,8	6,3	11,7	20,5	6,2	6,8	5	7,3	4,3

### II.2.3. Suivi de la déshydratation en Cellule de Filtration-Compression

Les conditions expérimentales de déshydratation, notamment en termes de pression appliquée, sont identiques quel que soit le conditionnement physico-chimique initial. La déshydratation des boues en phase de compression est améliorée pour des pressions appliquées élevées (cf. II.3.3.2.). Ainsi, les essais ont été réalisés à la pression maximale fournie par le réseau d'air comprimé. Ce réseau d'air comprimé offre la possibilité d'appliquer plutôt des pressions proches de 7 bar ; cependant suite à des raisons techniques liées à l'installation, il est difficile d'atteindre et de maintenir cette pression constante au cours de la déshydratation. Une pression appliquée de 6 bar est alors maintenue constante tout au long de l'étape de déshydratation, en filtration et en compression.

### **III.3. Influence de la teneur en NaCl**

Les boues résiduelles issues du traitement des eaux usées d'origine industrielle ou domestique sont naturellement composées de divers cations monovalents, divalents ou encore trivalents, en provenance notamment des eaux de lavages et/ou de traitement de surface. Par ailleurs, les sels sont également utilisés sous leur forme hydroxyde pour ajuster le pH lors des phases de traitement (Patterson, 1997). Ainsi, de nombreux auteurs se sont intéressés au rôle que pouvaient avoir les cations sur la structure des floes de boues (Higgins et Novak, 1997 ; Novak *et al.*, 1998 ; Sobeck et Higgins, 2002) en suivant l'évolution de nombreux paramètres caractéristiques de la floculation (indice de Molhmann, taille des floes, turbidité, charges de surface etc.) en fonction de la teneur et du type de cations (KCl, NaCl, CaCl<sub>2</sub>, MgCl etc.). Ces recherches ont ensuite été reliées à l'aptitude de la boue à être déshydratée en établissant un parallèle avec les évolutions de paramètres caractéristiques tels que le CST et la RSF. Cependant, très peu de travaux se sont intéressés à l'impact des cations sur la phase importante de compression, que ce soit en termes de cinétique ou de siccité (Jean et Lee, 1998 ; Keiding et Rasmussen, 2003 ; Curvers *et al.*, 2009). Ainsi, dans cette partie nous avons cherché à combler ce manque en réalisant plusieurs essais de déshydratation en CFC couplés à une caractérisation physico-chimique de la boue, en modifiant la teneur initiale en sel monovalent (NaCl) de la suspension de boue.

### III.3.1. Conditionnement des échantillons de boue

Le chlorure de sodium (NaCl) est ajouté à la suspension de boue activée non floculée concentrée à 10 g/L (cf. II.2.2.), à deux concentrations différentes : 0,1 M et 0,3 M. Une teneur élevée en sel a été choisie afin de bien mettre en évidence son impact sur la structure des floccs de boue et par conséquent sur la cinétique de déshydratation.

La solution est homogénéisée par agitation pendant une heure avant la réalisation des essais de caractérisation physico-chimique et de déshydratation en CFC, afin d'obtenir une suspension avec une force ionique stable (Curvers *et al.*, 2009).

### III.3.2. Effet du NaCl sur la structure des floccs de boues

Selon la littérature, l'effet des sels monovalents tels que le NaCl sur la floculation des boues est communément caractérisé au moyen des théories DLVO et DCB (cf. III.1.2). Cependant dans le cadre de cette thèse, seul le modèle DCB est à même de décrire les phénomènes mis en jeu lors de la modification de la structure des floccs suite à l'ajout de NaCl. En effet, l'explication de ces phénomènes par la théorie DLVO semble uniquement viable pour des faibles teneurs initiales en sels (Eriksson *et al.*, 1992 ; Zita et Hermansson, 1994 ; Lo *et al.*, 2001 ; Sobeck et Higgins, 2002). L'ajout de sels augmente la force ionique du système et provoque la compression de la double couche électrique des floccs qui se traduit par une réduction de la teneur en charges de surface. Ainsi, la diminution des forces de répulsions électrostatiques favorise le mécanisme de floculation. Cette théorie ne permet donc pas d'expliquer nos résultats puisque la teneur en charges de surface négatives augmente avec l'ajout de NaCl. Cette évolution est reproductible d'un échantillon à l'autre pour une même boue (Tableau III. 10), mais également pour des boues initiales différentes (Tableau III. 11).

Tableau III. 10 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en meq.g de MS<sup>-1</sup>) selon le conditionnement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L)

	<b>Boue brute 10 g/L</b>	<b>Boue + NaCl 0,1 M</b>	<b>Boue + NaCl 0,3 M</b>
<b>Echantillon 1</b>	-1,03	-1,14	-1,42
<b>Echantillon 2</b>	-1,02	-1,2	-1,37
<b>Echantillon 3</b>	-1,04	-1,17	-1,39
<b>Moyenne</b>	<b>-1,03 ± 0,02</b>	<b>-1,17 ± 0,06</b>	<b>-1,39 ± 0,05</b>

Tableau III. 11 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives moyenne (en meq.g de MS<sup>-1</sup>) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L)

	<b>Boue brute 10 g/L</b>	<b>Boue + NaCl 0,1 M</b>	<b>Boue + NaCl 0,3 M</b>
<b>Boue 1</b>	-1,03 ± 0,02	-1,17 ± 0,06	-1,39 ± 0,05
<b>Boue 2</b>	-1,06 ± 0,03	-1,18 ± 0,05	-1,33 ± 0,03
<b>Boue 3</b>	-1,09 ± 0,04	-1,19 ± 0,06	-1,33 ± 0,08

Par ailleurs, selon Sobeck et Higgins (2002) l'augmentation de la teneur en Na<sup>+</sup> dans la suspension de boue induit le relargage vers la phase libre des cations divalents de type Ca<sup>2+</sup> présents au sein de la structure des floccs, par un mécanisme d'échange d'ions. Selon le modèle DCB, ces cations divalents contribuent fortement à la stabilité du réseau polymérique, en formant des liens par pontage avec les charges négatives portées par les EPS. Par conséquent, le remplacement de ces Ca<sup>2+</sup> par des Na<sup>+</sup> rend d'autant plus disponibles les charges négatives initialement présentes sur les EPS. Ainsi, la teneur en charges de surface négatives portées par les floccs augmente avec l'ajout de sels (Tableau III. 10, Tableau III. 11), puisque ces derniers sont constitués en forte proportion d'EPS (Li et Ganzarczyk, 1990 ; Frolund *et al.*, 1996). Ce mécanisme d'échange d'ions provoque également un effondrement de la structure des floccs : la turbidité du surnageant augmente avec la teneur en sels suite à un relargage de fines particules vers la phase soluble (Tableau III. 12, Tableau III. 13, Tableau III. 14, Tableau III. 15).

Tableau III. 12 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L

<b>Essais</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
<b>Absorbance</b>	0,48	0,43	0,45	0,42	0,41
	0,45	0,41	0,40	0,43	0,44
	0,45	0,38	0,38	0,44	0,42
	0,45	0,41	0,41	0,48	0,39
	0,38	0,39	0,38	0,43	0,41
<b>Moyenne</b>	<b>0,45</b>	<b>0,40</b>	<b>0,41</b>	<b>0,44</b>	<b>0,42</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,42 ± 0,09</i>					

Tableau III. 13 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L en présence de NaCl à 0,1 M

Essais	1	2	3	4	5
Absorbance	0,52	0,60	0,51	0,55	0,58
	0,59	0,54	0,52	0,56	0,54
	0,54	0,49	0,55	0,56	0,59
	0,55	0,53	0,54	0,55	0,56
	0,56	0,51	0,59	0,54	0,56
<b>Moyenne</b>	<b>0,55</b>	<b>0,52</b>	<b>0,53</b>	<b>0,55</b>	<b>0,56</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,54 ± 0,04</i>					

Tableau III. 14 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L en présence de NaCl à 0,3 M

Essais	1	2	3	4	5
Absorbance	0,68	0,60	0,61	0,62	0,63
	0,66	0,65	0,65	0,61	0,64
	0,65	0,66	0,61	0,63	0,65
	0,65	0,67	0,62	0,63	0,64
	0,66	0,67	0,65	0,63	0,63
<b>Moyenne</b>	<b>0,66</b>	<b>0,65</b>	<b>0,62</b>	<b>0,62</b>	<b>0,64</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,64 ± 0,03</i>					

Tableau III. 15 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L)

	Boue brute 10 g/L	Boue + NaCl 0,1 M	Boue + NaCl 0,3 M
<b>Boue 1</b>	0,47 ± 0,07	0,57 ± 0,07	0,65 ± 0,08
<b>Boue 2</b>	0,42 ± 0,09	0,54 ± 0,04	0,64 ± 0,03
<b>Boue 3</b>	0,49 ± 0,05	0,58 ± 0,06	0,64 ± 0,08

En effet, de par son caractère monovalent, le Na<sup>+</sup> est uniquement adsorbé sur les EPS et ne peut donc pas participer à l'élaboration d'un réseau polymérique. Une proportion des EPS liés est alors transférée vers la phase soluble (Tableau III. 16), notamment des acides humiques (Tableau III. 17). La teneur en EPS solubles augmente donc avec la concentration en NaCl au détriment de celle en EPS liés.

Tableau III. 16 : Teneur en EPS dans la suspension de boue selon le conditionnement initial  
(mg.g de VSS<sup>-1</sup>)

Boue brute 10 g/L			Boue brute + NaCl 0,1 M				Boue brute + NaCl 0,3 M			
EPS liés	EPS solubles	EPS total	EPS liés	EPS solubles	EPS total	% transféré	EPS liés	EPS solubles	EPS total	% transféré
83,5	17,2	100,7	68	29,9	97,9	19	68,6	36,3	104,9	18

Tableau III. 17 : Evolution de la proportion d'EPS liés (%) vers la phase soluble selon le conditionnement initial

Boue brute + NaCl 0,1 M			Boue brute + NaCl 0,3 M		
Protéines	Acides humiques	Polysaccharides	Protéines	Acides humiques	Polysaccharides
17	65	18	16	72	12

Par ailleurs, la stabilité des floccs est classiquement améliorée lors de l'augmentation de l'hydrophobicité (Liao *et al.*, 2001). Cette déstructuration des floccs est également caractérisée par la diminution de l'hydrophobicité relative de la suspension de boue avec la teneur en NaCl (Tableau III. 18).

Tableau III. 18 : Evolution de l'hydrophobicité relative (%) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L)

	Boue brute 10 g/L	Boue brute + NaCl 0,1 M	Boue brute + NaCl 0,3 M
<b>Boue 1</b>	92,2	64,5	32
<b>Boue 2</b>	90,5	60,1	32,5
<b>Boue 3</b>	90,4	65,7	32,8

En conclusion, l'impact du NaCl sur les mécanismes de floculation semble pouvoir être convenablement modélisé par la théorie DCB. En excès, les sels monovalents conduisent sensiblement à la déstructuration des floccs de boues et par conséquent à la solubilisation des EPS ; ce qui inévitablement va jouer un rôle considérable sur les cinétiques de déshydratation en phases de filtration et de compression.

### III.3.3. Influence de la teneur en NaCl sur la déshydratation

D'après les essais réalisés, la cinétique de déshydratation est beaucoup plus lente lorsqu'un sel monovalent est ajouté dans la boue (Figure III. 6), par contre la siccité finale obtenue en fin de déshydratation est plus élevée (Tableau III. 19).

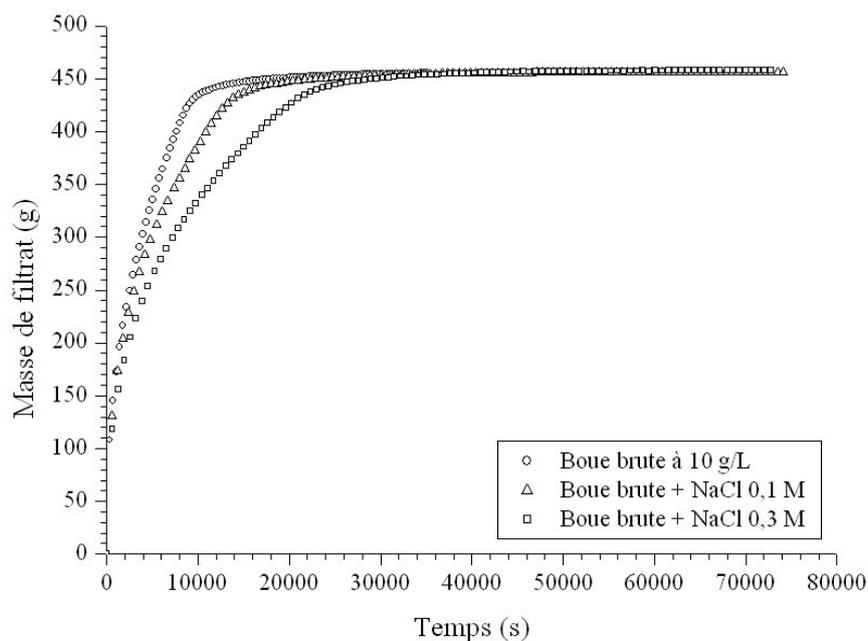


Figure III. 6 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar)

Sur le graphique, du fait des effets d'échelle, les masses de filtrat finales semblent identiques, cependant en terme de siccité finale les écarts sont assez conséquents : de 3 à 7 points de siccité selon la teneur en sel.

Tableau III. 19 : Evolution des paramètres de déshydratation selon la teneur en NaCl

Conditionnement	Siccité finale (%)			Siccité en fin de filtration (%)			Temps de transition (s) (entrée en compression)		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
<b>Boue brute à 10 g/l</b>	35,1	35,8	31,2	9,1	8,1	7,9	8480	8780	14270
<b>Boue + NaCl 0,1 M</b>	38,6	36,9	36,7	11,2	9,7	9,4	13180	16860	19770
<b>Boue + NaCl 0,3 M</b>	43,6	38,9	38,2	13,2	10,9	12,8	21430	23230	53330

## III.3.3.1. Etude de la déshydratation en phase de filtration

Un ralentissement de la cinétique de filtration est également observé suite à l'augmentation de la teneur en sel. Cet effet semble être induit par le phénomène de déstructuration des floccs de boue précédemment évoqué (Figure III. 7).

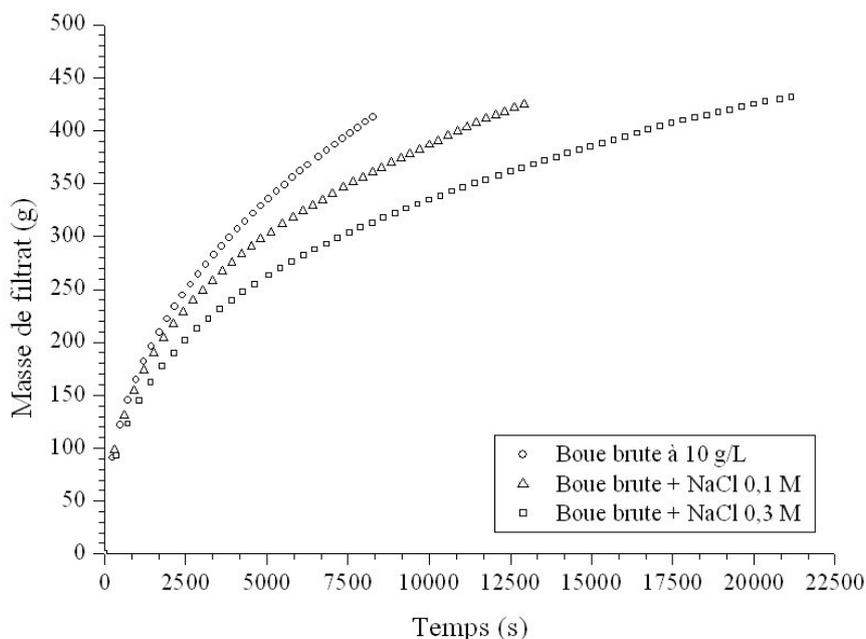


Figure III. 7 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de filtration d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar)

En effet, la libération de fines particules dans la suspension de boue, suite à l'ajout de sel, favorise le colmatage du gâteau de boue formé et du média filtrant ; ceci induit une augmentation de la résistance spécifique à la filtration qui limite l'écoulement du filtrat à travers le gâteau et le filtre. Par contre, le phénomène de défloculation induit également la libération d'une partie de l'eau piégée au sein de la structure des floccs vers la phase libre, qui est plus facilement évacuée du gâteau de boue ; ainsi la siccité obtenue en fin de filtration augmente avec la teneur en sels (Tableau III. 19 et Figure III. 7). Ce transfert de l'eau piégée semble être en partie lié au relargage des EPS liées vers la phase soluble puisque ces derniers contribuent énormément au taux d'hydratation des floccs (Tableau III. 16) (Keiding *et al.*, 2001).

## III.3.3.2. Etude de la déshydratation en phase de compression

Afin de comparer correctement les résultats obtenus suite à l'influence de la teneur en sels sur la cinétique de compression, la masse de filtrat recueillie est adimensionnée par la masse d'eau ( $m^*$ ) contenue dans la boue à la transition entre les phases de filtration et de compression.

D'après les résultats obtenus, la cinétique de compression ralentie et la siccité en fin de compression du gâteau de boue diminue lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente (Figure III. 8).

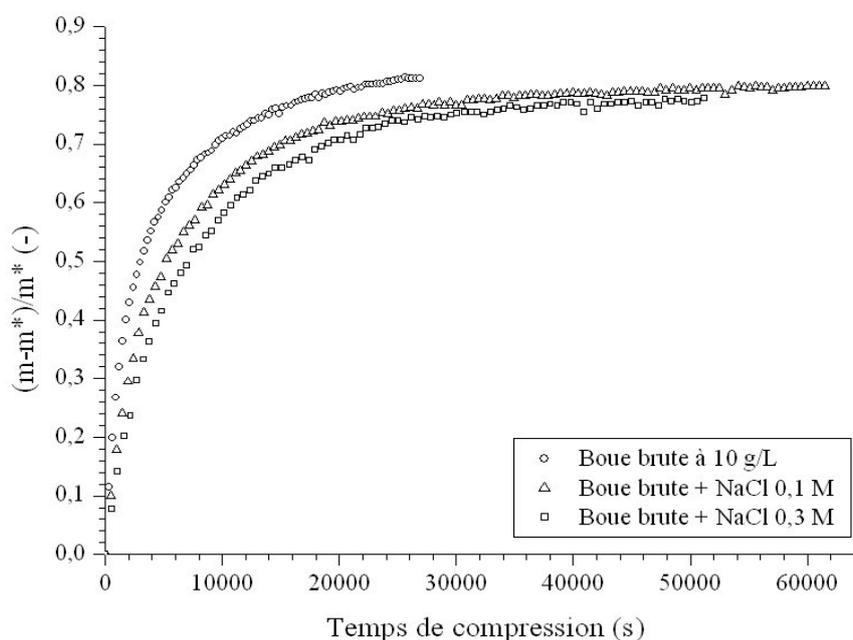


Figure III. 8 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar)

➤ Caractérisation du comportement des boues par le modèle de Terzaghi-Voigt

Classiquement, le comportement des boues en compression est décrit par le modèle de Terzaghi-Voigt (Shirato *et al.*, 1986). Le suivi de l'évolution des paramètres caractéristiques de compression :  $B$ ,  $\eta$  et  $C_e$ , permet de déceler l'évolution de la structure du gâteau de boue selon le conditionnement physico-chimique initial, en lien avec son aptitude à être déshydraté. Par exemple, Jean et Lee (1999) ont pu mettre en évidence un effet de fluage prononcé de la boue, suite à effondrement de la structure des floes en présence de chlorure de sodium. Cependant, même si le modèle de Terzaghi-Voigt décrit correctement les profils cinétiques de compression expérimentaux (coefficient de régression compris entre 98 et 99 %), aucune corrélation n'apparaît entre les paramètres de compression et la teneur en NaCl (Figure III. 9 et Tableau III. 20).

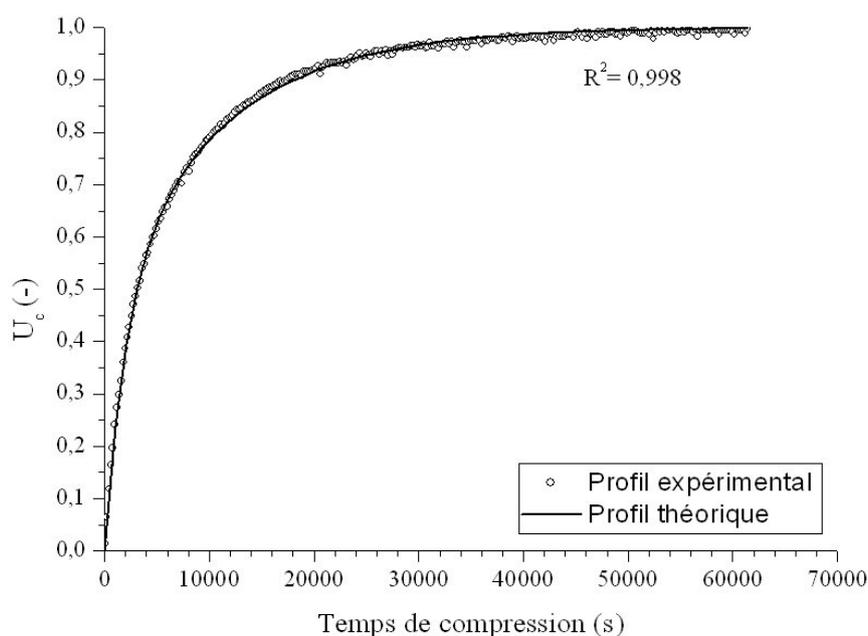


Figure III. 9 : Modélisation du taux de compression d'une boue activée "semi-solide" avec une teneur en NaCl à 0,1 M par le modèle de Shirato *et al.*, (1986)

Tableau III. 20 : Détermination des paramètres de compression selon le modèle de Shirato *et al.*, (1986)

Paramètres de compression	Boue brute à 10 g/L	Boue brute + NaCl 0,1 M	Boue brute + NaCl 0,3 M
<b>B</b>	0,56	0,53	0,8
<b>Ce</b>	$7,2 \cdot 10^{-4}$	$3,6 \cdot 10^{-4}$	$4,6 \cdot 10^{-4}$
<b><math>\eta</math></b>	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$

L'intérêt de ce modèle dans un but de caractérisation de la compression reste donc limité, l'estimation de la valeur des trois paramètres rhéologiques ( $B$ ,  $\eta$  et  $C_e$ ) reste sujette à discussion. En effet ces derniers sont déterminés empiriquement par des méthodes d'optimisation qui visent à ajuster le modèle sur des points issus d'une expérience. Ce type d'approche ne garantit pas l'unicité de la valeur de ces paramètres ni la cohérence physique de ces valeurs (Vaxelaire et Olivier, 2006). Le modèle de Terzaghi-Voigt adapté par Shirato *et al.*, (1986) ne sera que très peu utilisé durant cette étude.

➤ Caractérisation du comportement des boues par le suivi du gradient de pression moyen

En lien avec l'étude précédemment présentée (cf. II.5.) et avec les travaux de recherches menés par Keiding et Rasmussen (2003) et Curvers *et al.*, (2009), les processus de déshydratation des boues activées sont à même d'être convenablement décrits par les phénomènes osmotiques agissant au sein de la matrice floculée ; notamment lors de la modification des forces ioniques du système par l'ajout de sels. Suite à la diminution de la pression osmotique de la matrice floculée dû à l'ajout de NaCl, la déshydratation de la boue est améliorée (cf. II.5.6.). Cependant, au regard de nos résultats, la quantité de filtrat recueillie diminue pour une boue riche en sel (Figure III. 8). Il semble donc que le phénomène osmotique devienne négligeable devant l'effet de structure du matériau lorsque la compression suit une étape de filtration. Dans ce dernier cas, le gâteau de boue est plus compact que celui formé au début de la compression avec une boue semi-solide. La présence accrue de fines particules dans la boue, causée par le phénomène de défloculation en présence de sels, contribue à la formation d'un gâteau de boue d'autant plus dense avec une plus faible porosité moyenne à travers son épaisseur. En théorie, la cinétique de compression dépend de l'évolution de la déformation moyenne du gâteau de boue sous l'action d'une contrainte. En assimilant le gâteau de boue à un système diphasique (liquide/solide), l'élimination de l'eau du système s'accompagne d'une diminution de l'épaisseur du gâteau. Autrement dit, le gradient de pression totale moyen augmente lorsque l'épaisseur de gâteau diminue. Cependant, on constate que le gradient de pression moyen à travers le gâteau est plus élevé avec une teneur en sel importante alors que la masse de filtrat recueillie au cours du temps est plus faible (Figure III. 8 Figure III. 10). L'évolution de la structure du gâteau en phase de filtration conduit donc à une limitation de l'écoulement du filtrat en phase de compression.

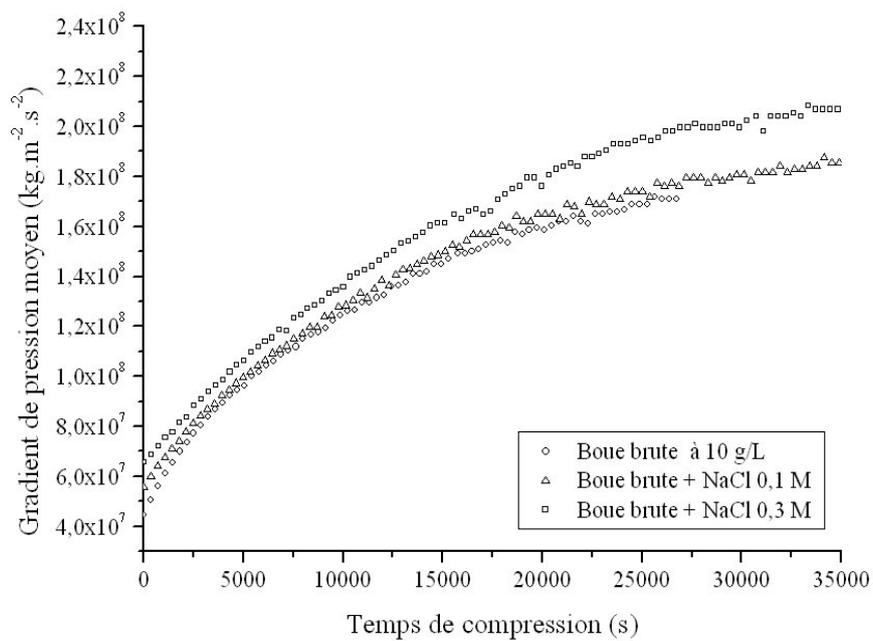


Figure III. 10 : Evolution du gradient de pression moyen à travers un gâteau de boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar)

### **III.4. Influence du pH**

#### **III.4.1. Conditionnement des échantillons de boue**

La boue activée non floculée à 10 g/L est conditionnée à la fois avec de l'acide sulfurique et de la soude, afin de se placer respectivement sous des conditions acides (à pH 3) et basiques (à pH 9). Ces pH ont été choisis pour être proches des limites d'acidité et de basicité de la zone tampon des boues activées, compris en règle général entre un pH de 4,5 et 9,5 (Liao *et al.*, 2002), afin d'observer un impact du conditionnement sur la structure des floccs de boues. Un pH basique plus élevé (à pH 10-11) aurait certainement été plus approprié cependant le phénomène de moussage observé sous ces conditions ne permettait pas l'obtention de résultats exploitables en déshydratation. En effet, la présence de bulles d'air dans la suspension de boue placée dans la CFC, provoquait une variation inopinée de la course du piston et par conséquent de la masse de filtrat suite à l'expulsion de l'air vers l'extérieur du système au cours de la déshydratation.

#### **III.4.2. Effet du pH sur la structure des floccs de boues**

L'ajout d'acide sulfurique ou de soude modifie considérablement les propriétés de surface des floccs de boues activées. En effet, en lien avec les constatations de Neyens *et al.*, (2003) et Liao *et al.*, (2002), la teneur en charges de surface négatives des floccs diminue sous des conditions acides (Tableau III. 21 Tableau III. 22).

Tableau III. 21 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en meq.g de MS<sup>-1</sup>) selon le conditionnement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L)

	<b>Boue brute à pH 7</b>	<b>Boue brute à pH 3</b>	<b>Boue brute à pH 9</b>
<b>Echantillon 1</b>	-0,95	-0,55	-1,15
<b>Echantillon 2</b>	-0,95	-0,60	-1,15
<b>Echantillon 3</b>	-1,00	-0,58	-1,10
<b>Moyenne</b>	<b>-0,97 ± 0,06</b>	<b>-0,58 ± 0,05</b>	<b>-1,13 ± 0,06</b>

Tableau III. 22 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives moyenne (en meq.g de MS<sup>-1</sup>) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L)

	<b>Boue brute à pH 7</b>	<b>Boue brute à pH 3</b>	<b>Boue brute à pH 9</b>
<b>Boue 1</b>	-0,97 ± 0,06	-0,58 ± 0,05	-1,13 ± 0,06
<b>Boue 2</b>	-1,03 ± 0,06	-0,58 ± 0,06	-1,17 ± 0,03
<b>Boue 3</b>	-1,01 ± 0,04	-0,61 ± 0,04	-1,15 ± 0,08

Les protons présents dans le milieu neutralisent les charges négatives présentes à la surface des floes. Ces groupements H<sup>+</sup> semblent être essentiellement adsorbés à la surface des EPS, classiquement chargés négativement. La stabilité des floes est ainsi améliorée par la réduction des forces de répulsions électrostatiques. A l'inverse, l'augmentation de la teneur en charges de surface négatives, suite à l'ajout de soude, implique une intensification de ces forces de répulsions qui favorise la défloculation du système (Tableau III. 21, Tableau III. 22). Par conséquent, la turbidité du surnageant augmente fortement au regard d'une boue non conditionnée (Tableau III. 23, Tableau III. 25).

Tableau III. 23 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L

<b>Essais</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
<b>Absorbance</b>	0,52	0,50	0,45	0,49	0,48
	0,54	0,49	0,48	0,49	0,48
	0,50	0,50	0,44	0,50	0,49
	0,55	0,48	0,47	0,47	0,46
	0,53	0,53	0,46	0,49	0,46
<b>Moyenne</b>	<b>0,53</b>	<b>0,50</b>	<b>0,46</b>	<b>0,49</b>	<b>0,48</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,49 ± 0,03</i>					

Tableau III. 24 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à pH 3

<b>Essais</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
<b>Absorbance</b>	0,53	0,58	0,55	0,54	0,55
	0,51	0,54	0,55	0,52	0,55
	0,51	0,54	0,53	0,51	0,56
	0,54	0,56	0,57	0,53	0,54
	0,52	0,56	0,55	0,52	0,56
<b>Moyenne</b>	<b>0,52</b>	<b>0,56</b>	<b>0,55</b>	<b>0,52</b>	<b>0,55</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,54 ± 0,02</i>					

Tableau III. 25 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à pH 9

Essais	1	2	3	4	5
<b>Absorbance</b>	0,63	0,69	0,72	0,69	0,66
	0,64	0,69	0,70	0,70	0,68
	0,63	0,69	0,71	0,68	0,68
	0,62	0,700	0,71	0,69	0,66
	0,63	0,69	0,72	0,69	0,67
<b>Moyenne</b>	<b>0,63</b>	<b>0,69</b>	<b>0,71</b>	<b>0,69</b>	<b>0,67</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,68 ± 0,03</i>					

Tableau III. 26 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales  
(concentration = 10 g/L)

	<b>Boue brute à pH 7</b>	<b>Boue brute à pH 3</b>	<b>Boue brute à pH 9</b>
<b>Essai 1</b>	0,49 ± 0,03	0,54 ± 0,02	0,68 ± 0,03
<b>Essai 2</b>	0,47 ± 0,06	0,55 ± 0,04	0,68 ± 0,09
<b>Essai 3</b>	0,47 ± 0,03	0,55 ± 0,06	0,67 ± 0,08

Cependant, cet effet de déstructuration est également observé, en moindre mesure, sous un conditionnement acide (Tableau III. 23, Tableau III. 24). L'hypothèse la plus probable est que l'hydrolyse et l'acidification provoquent en parallèle la solubilisation de la matrice floculée. L'ajout d'acide sulfurique ou de soude au sein de la suspension de boue conduit à une dissolution des EPS liés vers la phase liquide ; de façon plus prononcée sous des conditions acides (Tableau III. 27).

Tableau III. 27 : Teneur en EPS dans la suspension de boue selon le conditionnement initial  
(mg.g de VSS<sup>-1</sup>)

<b>Boue brute à pH 7</b>			<b>Boue brute à pH 3</b>				<b>Boue brute à pH 9</b>			
EPS liés	EPS solubles	EPS total	EPS liés	EPS solubles	EPS total	%transféré	EPS liés	EPS solubles	EPS total	%transféré
46,6	17,7	64,3	31,6	38,5	70,1	32	42,6	22,4	65	9

De plus, en accord avec Shao *et al.*, (2009) on constate essentiellement une migration des protéines et des polysaccharides vers la phase soluble, notamment pour une boue à pH = 3 (Tableau III. 28).

Tableau III. 28 : Evolution de la proportion d'EPS liés (%) vers la phase soluble selon le conditionnement initial

Boue brute à pH 3			Boue brute à pH 9		
Protéines	Acides humiques	Polysaccharides	Protéines	Acides humiques	Polysaccharides
40	5	55	36	21	43

Ainsi, le relargage des EPS présents au sein de la matrice floculée contribue fortement à la déstructuration des floccs de boues. Ce phénomène est en majorité responsable de la hausse de la turbidité du surnageant dans des conditions acides (Tableau III. 23, Tableau III. 24). En conditions basiques, l'apport couplé de l'augmentation des forces de répulsions électrostatiques et de la dissolution des EPS liés accentue le mécanisme de défloculation (Tableau III. 21, Tableau III. 22, Tableau III. 26, Tableau III. 27).

Ces effets de structure de la matrice floculée sont également corrélés aux mesures d'hydrophobicité relative qui diminuent davantage à un pH basique (Tableau III. 29).

Tableau III. 29 : Evolution de l'hydrophobicité relative (%) d'une boue activée non floculée selon le conditionnement initial

	Boue brute à pH 7	Boue brute à pH 3	Boue brute à pH 9
<b>Essai 1</b>	92,9	74,4	64,1
<b>Essai 2</b>	92,3	70,5	62,9

### III.4.3. Influence du pH sur la déshydratation

Suite aux essais réalisés en CFC, la cinétique de déshydratation est légèrement plus rapide lorsqu'on se place dans des conditions acides et est beaucoup plus lente à pH basique (Figure III. 11). Cependant, la siccité finale obtenue est plus importante lorsque la boue est préalablement modifiée physico-chimiquement (Tableau III. 30).

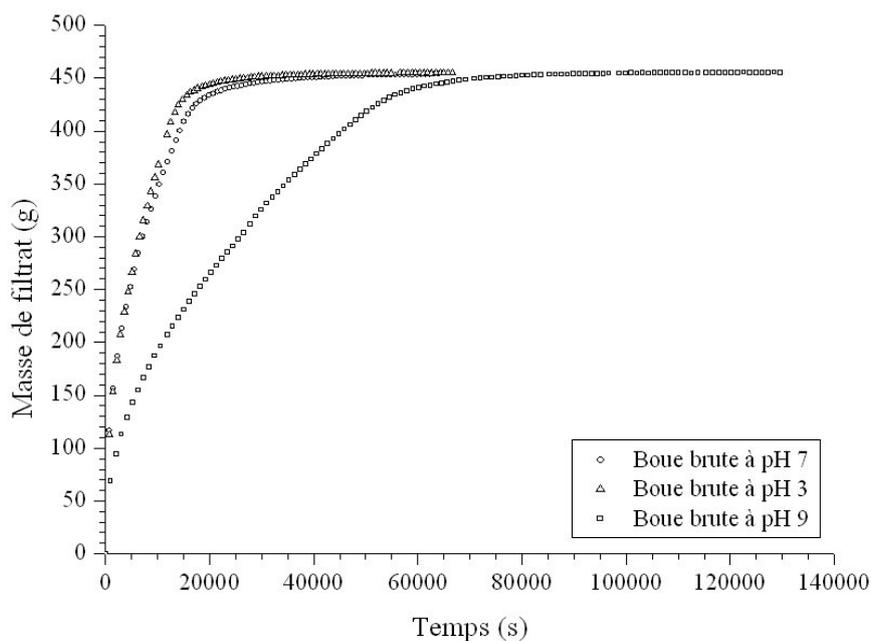


Figure III. 11 : Influence du pH sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar)

Tableau III. 30 : Evolution des paramètres de déshydratation d'une boue activée non floculée selon le pH

Conditionnement	Siccité finale (%)			Siccité en fin de filtration (%)			Temps de transition (s) (entrée en compression)		
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 1	Essai 2	Essai 3
<b>Boue à pH 7</b>	29,7	32,4	33,5	8,2	8,2	8,5	8140	15460	14150
<b>Boue à pH 3</b>	33,4	35,2	37,5	9,9	10	11,4	5520	13740	11180
<b>Boue à pH 9</b>	32,4	35,4	35,7	11,1	11,8	12,7	50840	53540	35600

## III.4.2.1. Etude de la déshydratation en phase de filtration

Le comportement de la boue en phase de filtration est corrélé à l'effet de solubilisation des floes suite à une modification du pH. La défloculation du système, accompagnée de la dissolution d'une partie des EPS liés, favorise la libération de l'eau contenue à l'intérieur de la matrice floclée. Ces polymères sont capables de se lier à de fortes quantités d'eau (Forster, 1983). De plus selon Neyens *et al.*, (2003), une perte du matériel intra-cellulaire couplée à une expulsion de l'eau est remarquée à des pH extrêmes. Par conséquent la siccité en fin de filtration est plus élevée pour une boue modifiée ; notamment sous un conditionnement basique où le taux de solubilisation des floes est accentué (Figure III. 12 et Tableau III. 30).

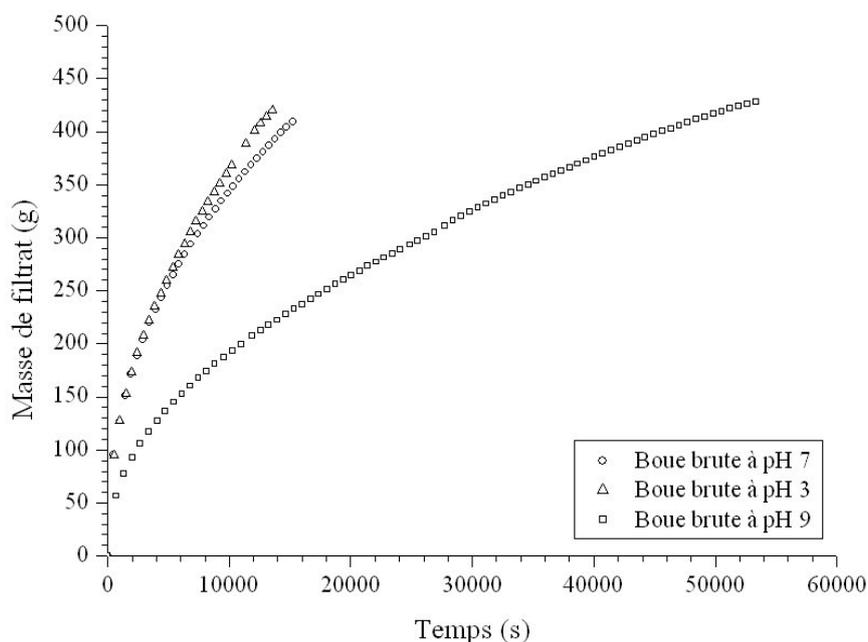


Figure III. 12 : Influence du pH sur la cinétique de filtration d'une boue activée non floclée (pression appliquée de 6 bar)

Par ailleurs, la déstructuration des floes affecte différemment les cinétiques de filtration selon le type de conditionnement physico-chimique initial. Sous des conditions basiques, la formation de fines particules provoque le colmatage du gâteau de boue formé et du média filtrant, ce qui conduit à un ralentissement de l'écoulement du filtrat (Figure III. 12). Par contre, une amélioration de la déshydratabilité est constatée sous un conditionnement acide (Figure III. 12). Il semble ainsi que la cinétique de déshydratation soit plutôt dépendante du type de particules formées suite à la défloculation du système.

➤ Influence de la distribution de tailles des particules sur la cinétique de filtration

Sous un conditionnement basique, Karr et Keinath (1978) constatent une diminution du taux de particules décantables au profit d'une augmentation de la teneur en particules dissoutes et supracolloïdales. Par contre, les taux de particules dissoutes et décantables augmentent d'autant plus que le pH est faible, alors que la teneur en particules supracolloïdales diminue (Karr et Keinath, 1978). Ainsi, les particules dissoutes formées à l'issue de la solubilisation des floes ne semblent que très peu affecter la cinétique de filtration puisque le seuil de coupure des filtres utilisés lors de la déshydratation en CFC est de 16  $\mu\text{m}$ . La plupart de ces particules semble ainsi être présente dans le filtrat récupéré. Par ailleurs, l'augmentation des forces de répulsions électrostatiques (Tableau III. 22) en présence de soude semble favoriser la destruction des particules décantables. A l'inverse, la diminution de la teneur en charges de surface négatives (Tableau III. 22), à pH acide, favorise la stabilité et l'agglomération des fines particules issues de la solubilisation des floes ; impliquant vraisemblablement une augmentation de la proportion en particules décantables. La diminution de la surface spécifique totale de l'ensemble des particules accroît par conséquent la stabilité des floes et limite le phénomène de colmatage ; la déshydratation, en terme de cinétique, des boues acides est favorisée (Figure III. 12). Finalement, la diminution du taux de particules supracolloïdales, responsable en majeure partie du colmatage du gâteau de boue et du média filtrant, serait un facteur qui tend à améliorer la cinétique de filtration des boues activées.

*III.4.2.2. Etude de la déshydratation en phase de compression*

Au regard de nos résultats, la quantité de filtrat recueillie au cours du temps est plus faible dans le cas d'une boue dont le pH a été modifié, hormis en début de compression où la cinétique de déshydratation reste quasiment la même pour une boue brute et une boue acidifiée (Figure III. 13).

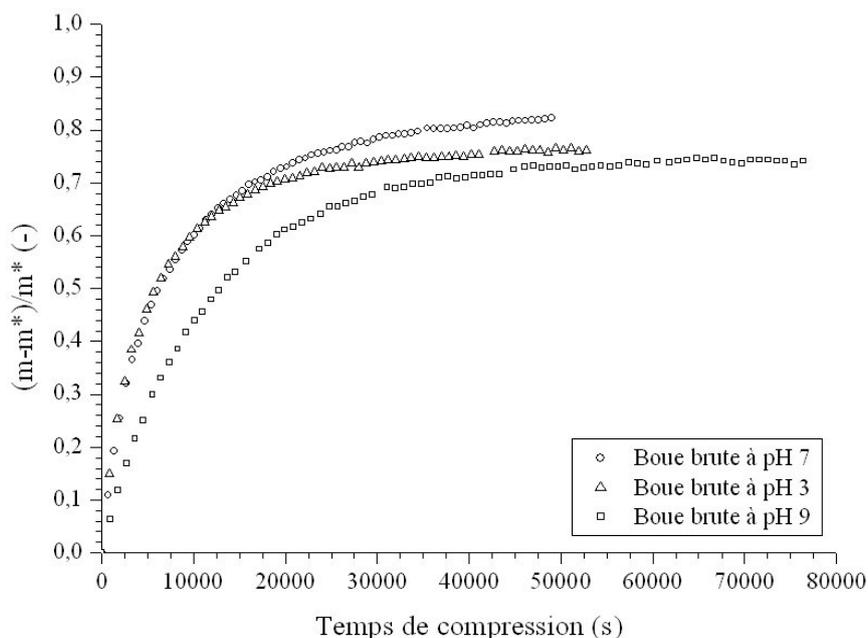


Figure III. 13 : Influence du pH sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar)

En revanche, le gradient de pression moyen à travers le gâteau de boue au cours de la déshydratation est plus faible pour une boue non modifiée (Figure III. 14).

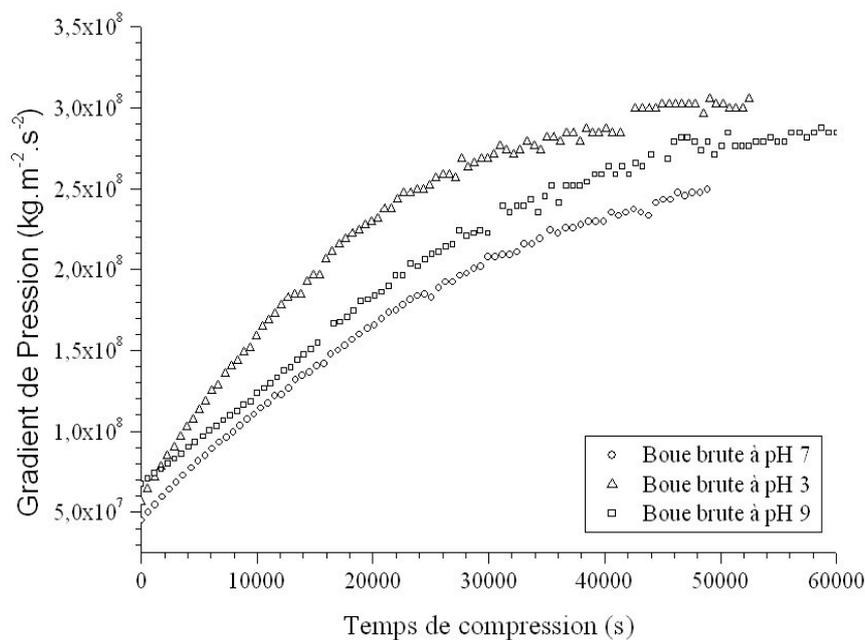


Figure III. 14 : Evolution du gradient de pression moyen à travers le gâteau d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar)

Ainsi, la structure du gâteau d'une boue modifiée physico-chimiquement par ajout d'acide sulfurique ou de soude est beaucoup plus compacte que celle d'une boue brute.

La déstructuration des floccs par une modification du pH contribue, à l'issue de l'étape de filtration, à la formation d'un gâteau de boue avec une structure proche d'un assemblage particulaire. Ainsi, dans le cas d'une boue dont le pH a été augmenté, le gâteau formé est plus compact de par un effet de solubilisation accrue ; les cinétiques de déformation et par conséquent de compression sont plus lentes dans ces conditions (Figure III. 13, Figure III. 14). Du fait probablement d'une occlusion stérique importante, l'écoulement du filtrat est réduit et devient quasiment inexistant au cours de la compression.

Par contre, la structure d'un gâteau de boue brute est moins compacte et par conséquent plus déformable que celui d'une boue modifiée physico-chimiquement. L'élimination de l'eau présente dans l'espace inter-floccs du gâteau est facilitée étant donné que pour un gradient de pression moyen plus faible que dans le cas d'un système particulaire la déshydratation est améliorée (Figure III. 13, Figure III. 14). L'absence de solubilisation des floccs, et notamment de dissolution des EPS présents au sein de la matrice flocculée, fait que le gâteau de boue ressemble plutôt à un réseau polymérique qu'à un assemblage de particules. Ces polymères jouent un rôle de maintien de la structure des floccs et semblent être largement responsables des propriétés mécaniques des gâteaux de boues.

Par ailleurs, quel que soit le type de boue, modifié ou non, on constate que le profil de déformation est linéaire en début de compression (Figure III. 14). Les gâteaux suivent un comportement qui s'apparente à celui décrit par le phénomène de compression primaire par Shirato *et al.*, (1986) et pour lequel le coefficient de compression du gâteau ( $C_e$ ) est indépendant du temps. Ceci est d'autant mieux vérifié dans le cas d'un système particulaire, notamment à un pH élevé. Au cours de la compression primaire, l'évacuation du filtrat s'accompagne essentiellement d'un réagencement des floccs au sein du gâteau, afin de tendre vers une configuration plus stable qui devient par conséquent de plus en plus compact avec le temps (Chang et Lee, 1998). La déformation des floccs sous l'action de la contrainte semble mineure devant cet effet de réorganisation. Une étape de compression secondaire débute lorsque le profil de déformation cesse d'être linéaire (Figure III. 14) ; la résistance spécifique moyenne du gâteau augmente fortement suite à un effet d'opposition de la structure du gâteau de boue face à la contrainte appliquée.

Ce phénomène est davantage remarqué dans le cas d'un gâteau où le réseau polymérique est important et contribue à l'amélioration de la déshydratation puisque l'évacuation de l'eau est le seul degré de liberté du système.

### III.5. Influence de l'âge des boues

Des échantillons d'une même boue activée non floculée à 10 g/L, stockée à 4°C, sont prélevés chaque semaine, sur une période de trois à quatre semaines, afin de réaliser des tests de caractérisation physico-chimique et de déshydratation en Cellule de Filtration-Compression.

#### III.5.1. Effet de l'âge des boues sur la structure des floccs

Les propriétés de surface des floccs de boue évoluent selon l'âge des boues et dépendent énormément de la teneur en EPS (cf. III.1.1.6.). La quantité totale en polymères exocellulaires, liés et solubles, tend en moyenne à croître au cours des quatre semaines d'essais (Figure III. 15). Au regard des incertitudes de mesures, les teneurs en EPS contenus dans une boue vieille de deux semaines et plus, sont très proches.

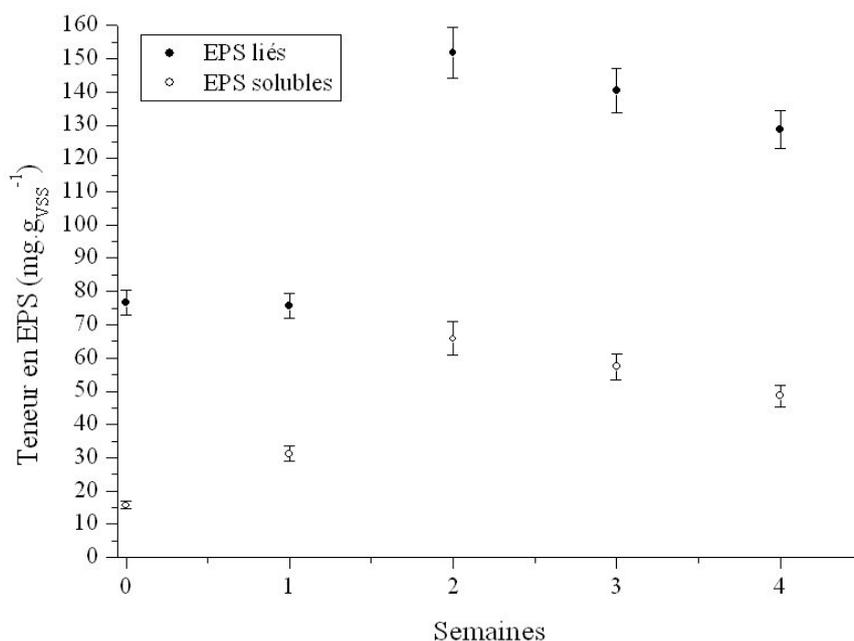


Figure III. 15 : Evolution de la teneur totale en EPS ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues

Cette croissance dépend essentiellement de l'évolution de la proportion en acides humiques (Figure III. 16) ; les teneurs en protéines et en polysaccharides restant quasiment inchangées, que ce soit en termes d'EPS liés ou solubles (Figure III. 17, Figure III. 18). Seule une faible proportion de protéines liées est transférée vers la phase soluble (Figure III. 18). La synthèse de ces acides humiques peut vraisemblablement être induite par le métabolisme bactérien.

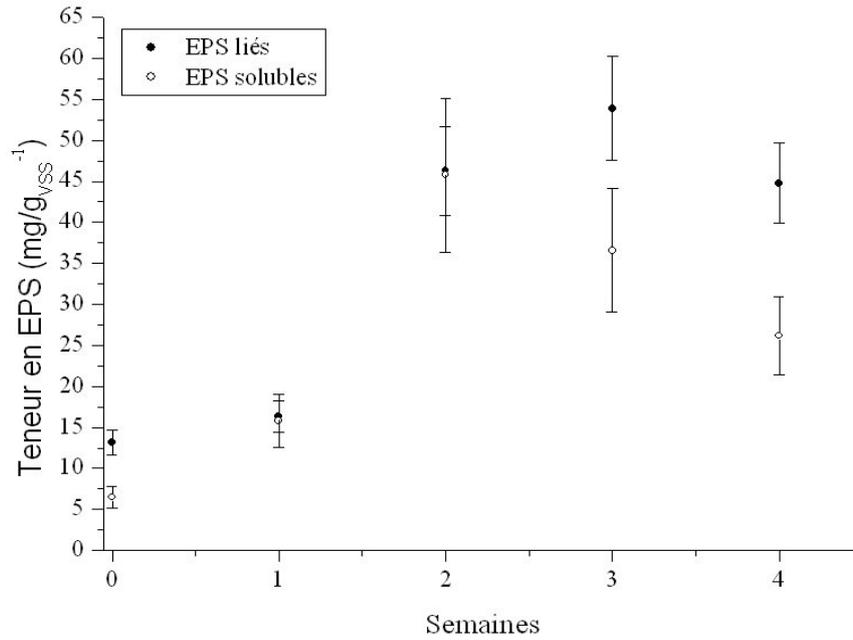


Figure III. 16 : Evolution de la teneur en acides humiques ( $\text{mg.g de vss}^{-1}$ ) avec l'âge des boues

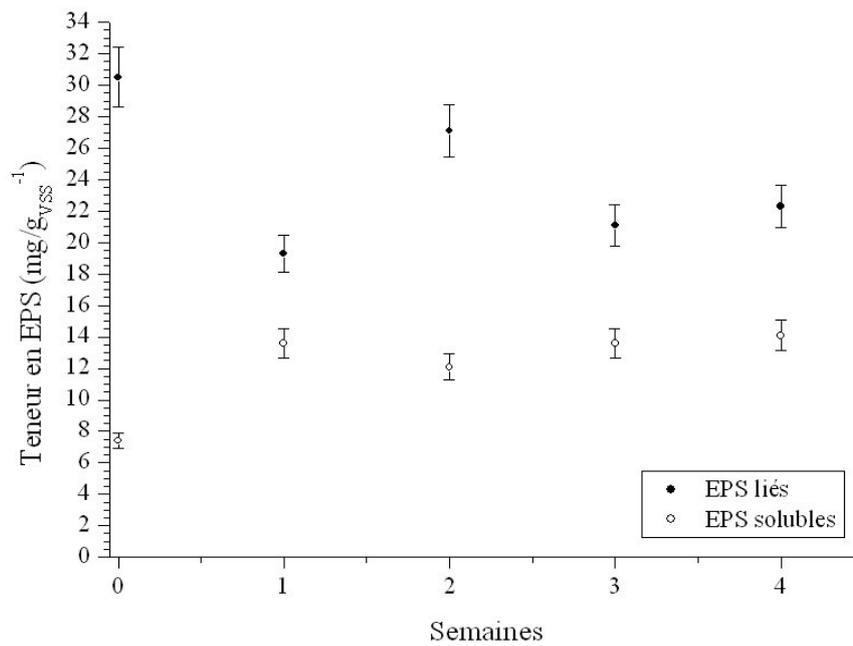


Figure III. 17 : Evolution de la teneur en polysaccharides ( $\text{mg.g de vss}^{-1}$ ) avec l'âge des boues

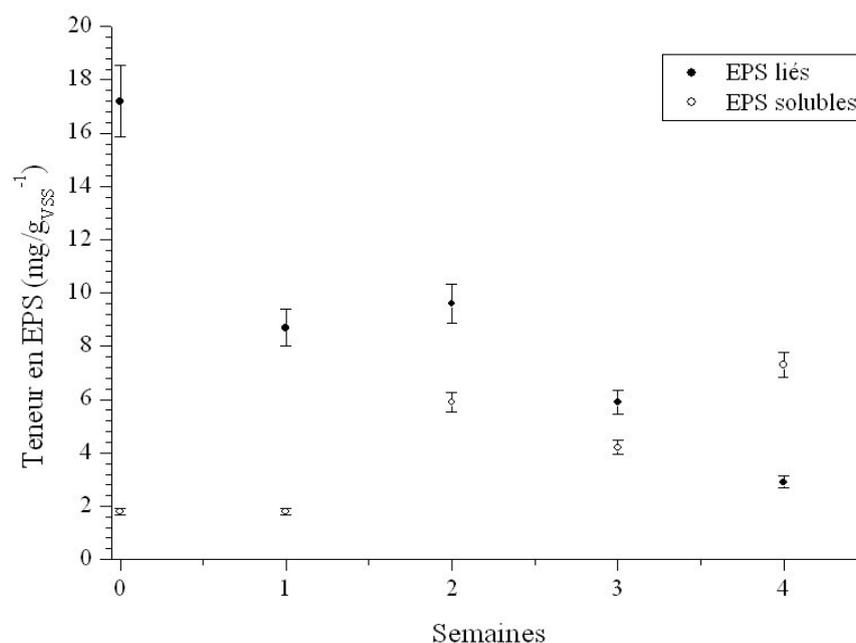


Figure III. 18 : Evolution de la teneur en protéines ( $\text{mg.g de vSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues

En théorie, l'augmentation de la quantité d'EPS est classiquement associée à une hausse de la teneur en charges de surface négatives portées par les floccs (Wilén *et al.*, 2003). Cependant, d'après nos essais et en accord avec Liao *et al.*, (2001, 2002, 2006) et Liss *et al.*, (2002), la teneur en charges de surface négatives portées par les floccs de boue diminue avec le vieillissement (Tableau III. 31).

Tableau III. 31 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en  $\text{meq.g de MS}^{-1}$ ) au cours du vieillissement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L)

	Boue fraîche	Boue de 1 semaine	Boue de 2 semaines	Boue de 3 semaines	Boue de 4 semaines
<b>Echantillon 1</b>	-1,03	-0,71	-0,69	-0,65	-0,25
<b>Echantillon 2</b>	-1,02	-0,70	-0,68	-0,62	-0,22
<b>Echantillon 3</b>	-1,07	-0,65	-0,66	-0,60	-0,20
<b>Moyenne</b>	<b>-1,04 ± 0,05</b>	<b>-0,69 ± 0,06</b>	<b>-0,68 ± 0,03</b>	<b>-0,62 ± 0,05</b>	<b>-0,22 ± 0,05</b>

La réduction de l'intensité des forces de répulsions électrostatiques induite par une diminution de la teneur en charges de surface, tend classiquement à améliorer la stabilité des floccs. Néanmoins, les essais réalisés montrent que la turbidité du surnageant augmente et que l'hydrophobicité relative diminue pour un âge de boue élevé (Tableau III. 32, Tableau III. 33, Tableau III. 34, Tableau III. 35, Tableau III. 36 ; Figure III. 19, Figure III. 20). Ces résultats tendent à mettre en avant un effet de déstructuration des floccs de boue.

Tableau III. 32 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L

Essais	1	2	3	4
<b>Absorbance</b>	0,51	0,48	0,55	0,49
	0,51	0,49	0,52	0,49
	0,51	0,49	0,49	0,49
	0,50	0,48	0,48	0,51
	0,51	0,46	0,49	0,52
<b>Moyenne</b>	<b>0,51</b>	<b>0,48</b>	<b>0,51</b>	<b>0,50</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,50 ± 0,09</i>				

Tableau III. 33 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée d'une semaine

Essais	1	2	3	4
<b>Absorbance</b>	0,42	0,41	0,43	0,48
	0,42	0,42	0,46	0,49
	0,43	0,41	0,45	0,49
	0,44	0,41	0,45	0,47
	0,44	0,41	0,45	0,48
<b>Moyenne</b>	<b>0,43</b>	<b>0,41</b>	<b>0,45</b>	<b>0,48</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,44 ± 0,07</i>				

Tableau III. 34 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de deux semaines

Essais	1	2	3	4
<b>Absorbance</b>	0,45	0,50	0,50	0,46
	0,46	0,50	0,49	0,46
	0,44	0,52	0,51	0,44
	0,44	0,49	0,50	0,43
	0,45	0,46	0,50	0,46
<b>Moyenne</b>	<b>0,45</b>	<b>0,49</b>	<b>0,50</b>	<b>0,45</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,47 ± 0,07</i>				

Tableau III. 35 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de trois semaines

Essais	1	2	3	4
<b>Absorbance</b>	0,47	0,53	0,52	0,45
	0,49	0,56	0,52	0,46
	0,49	0,53	0,56	0,51
	0,48	0,53	0,56	0,51
	0,49	0,52	0,56	0,51
<b>Moyenne</b>	<b>0,49</b>	<b>0,53</b>	<b>0,54</b>	<b>0,48</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,51 ± 0,07</i>				

Tableau III. 36 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de quatre semaines

Essais	1	2	3	4
<b>Absorbance</b>	0,65	0,68	0,70	0,68
	0,69	0,69	0,70	0,66
	0,67	0,67	0,70	0,69
	0,61	0,65	0,69	0,68
	0,60	0,69	0,68	0,67
<b>Moyenne</b>	<b>0,64</b>	<b>0,68</b>	<b>0,69</b>	<b>0,68</b>
<i>Moyenne des moyennes = 0,67 ± 0,08</i>				

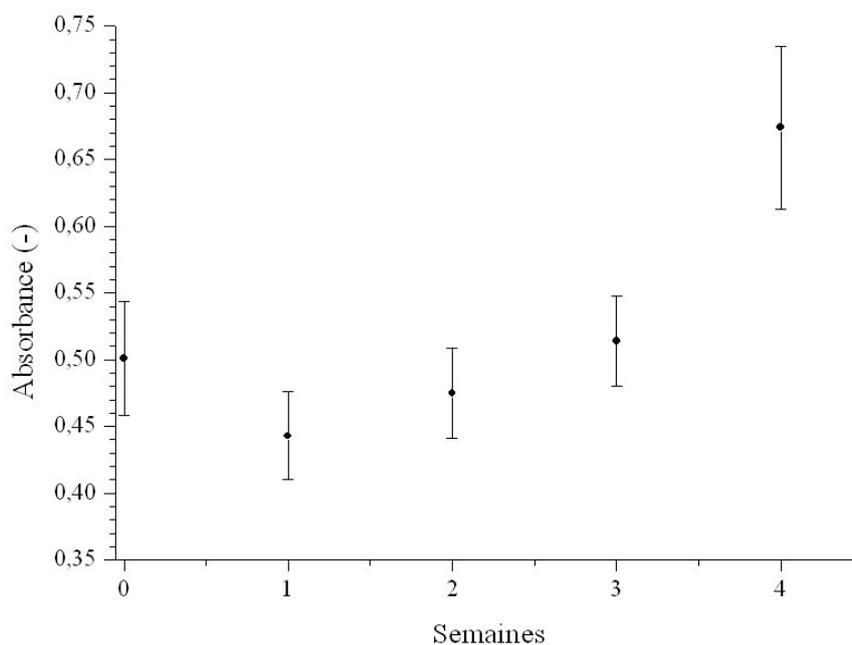


Figure III. 19 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm d'une boue activée non flocculée avec l'âge des boues (concentration = 10 g/L)

Cependant, le phénomène de défloculation semble peu prononcé au regard de la faible variation de la turbidité avec l'âge des boues, notamment les trois premières semaines (Figure III. 19). En revanche, une chute importante de l'hydrophobicité est constatée d'une semaine à l'autre (Figure III. 20).

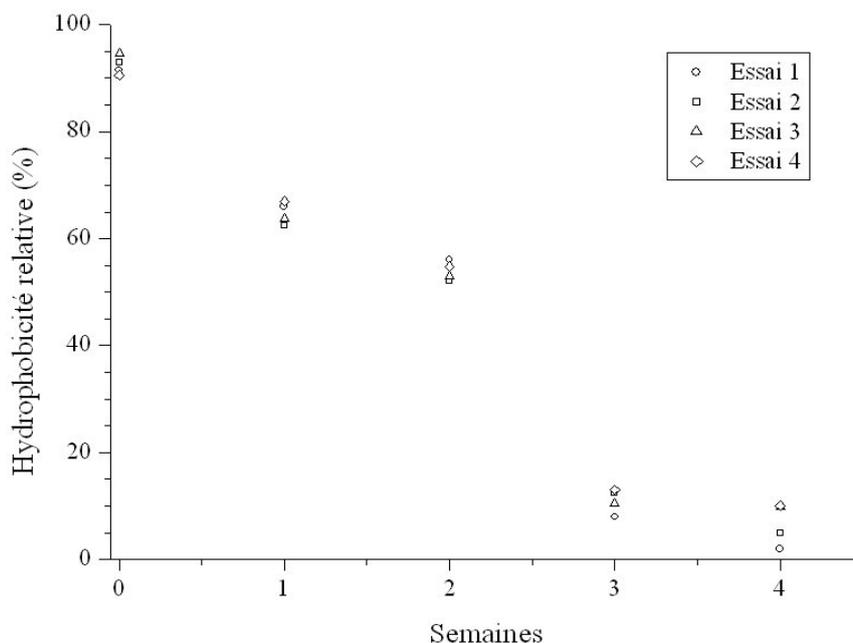


Figure III. 20 : Evolution, pour différentes boues activées non flocculées, de l'hydrophobicité relative avec l'âge des boues (concentration = 10 g/L)

Ainsi, la modification des propriétés de surface au cours du vieillissement semble essentiellement induire un changement de conformation de la structure des floccs. Par exemple, Liao *et al.*, (2002, 2006) remarquent la formation de floccs de boue beaucoup plus denses et compacts dans le cas d'une boue âgée, les floccs étant alors enveloppés d'une couche mince d'EPS.

La chute de l'hydrophobicité ainsi que de la teneur en charges de surface négatives peut s'expliquer par un effet de repli ou de compaction de la matrice polymérique. Une grande partie des constituants chargés négativement et apolaires serait ainsi piégée à l'intérieur du réseau polymérique. Les méthodes de détermination de la teneur en charges de surface négatives et de la proportion hydrophobe des floccs utilisées, respectivement la titration colloïdale et la méthode BATH, sont uniquement adaptées pour une caractérisation des propriétés de surface des floccs.

### III.5.2. Influence de l'âge des boues sur la déshydratation

L'évolution de la structure des floccs suite au vieillissement influence sensiblement la faculté de la boue à être déshydratée. Les essais réalisés en CFC montrent que la cinétique de déshydratation est beaucoup plus lente pour un âge de boue élevé, cependant la masse de filtrat recueillie en fin de compression est plus importante (Figure III. 21 et Tableau III. 37).

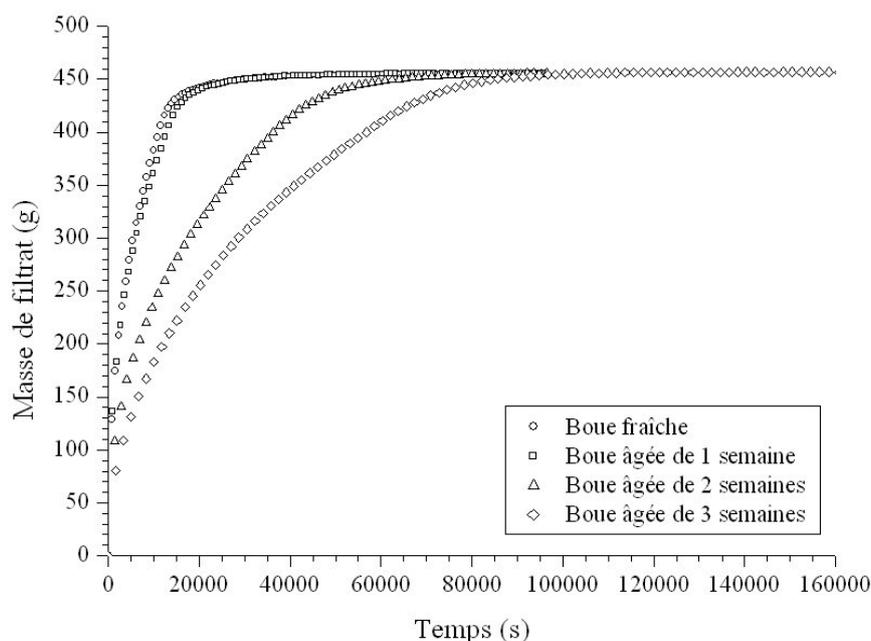


Figure III. 21 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar)

Tableau III. 37 : Evolution des paramètres de déshydratation d'une boue activée non floculée selon l'âge des boues

Conditionnement	Siccité finale (%)		Siccité en fin de filtration (%)		Temps de transition (s) (entrée en compression)	
	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2
<b>Boue fraîche</b>	29,9	33,3	8,7	7,8	12250	11094
<b>Boue âgée de 1 semaine</b>	36,2	37,2	9,1	8,6	14390	18693
<b>Boue âgée de 2 semaines</b>	38,1	39,5	14,4	11,3	48420	40860
<b>Boue âgée de 3 semaines</b>	40,5	41,2	17,2	15,4	75180	79620

Le changement de conformation des floccs de boue favorise l'expulsion de l'eau piégée au sein de la matrice flocculée vers la phase libre ; la quantité de filtrat recueillie en fin de filtration augmente avec l'âge des boues (Tableau III. 37 et Figure III. 22). Cependant, l'écoulement du filtrat à travers le milieu poreux formé par une accumulation des floccs denses et compacts sur le média filtrant est limité et la cinétique de filtration se trouve ralentie avec le vieillissement (Figure III. 22). Ainsi, le possible changement de conformation pourrait être associé à une défloculation partielle du réseau polymérique libérant des fines particules qui induiraient une hausse de la résistance spécifique moyenne du gâteau.

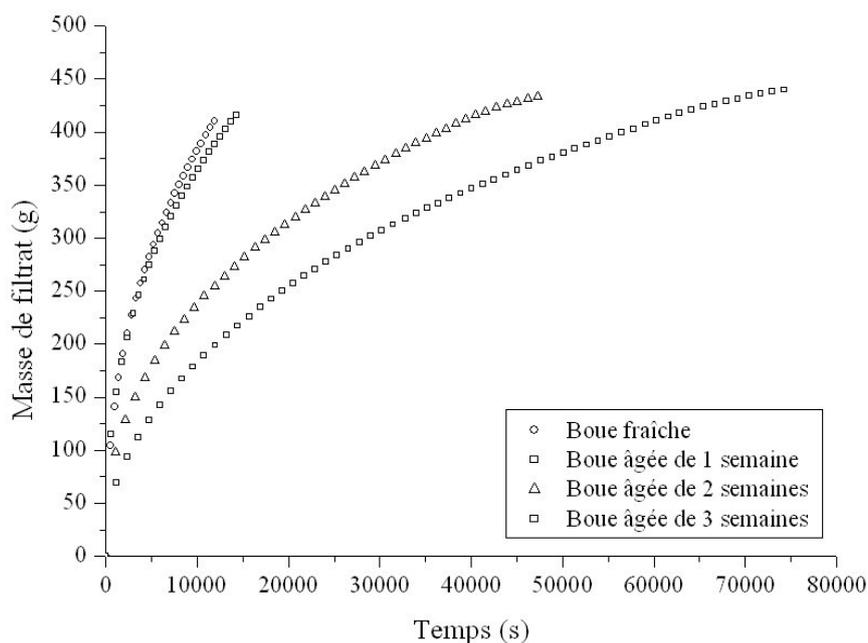


Figure III. 22 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de filtration d'une boue activée non flocculée (Pression appliquée de 6 bar)

Le gâteau de boue à l'entrée de l'étape de compression est d'autant plus compact que l'âge de boue est élevé. La proportion de filtrat recueillie au cours de cette étape est ainsi plus importante pour une boue fraîche alors que le gradient de pression moyen à travers le gâteau est plus faible (Figure III. 23, Figure III. 24).

Même si par exemple la masse de filtrat recueillie pour une boue fraîche et une boue âgée d'une semaine est très proche, la déformation du gâteau reste tout de même plus prononcée dans le cas de la boue vieillie (Figure III. 23, Figure III. 24). Le possible changement de conformation de la boue serait ainsi effectif dès la première semaine de vieillissement.

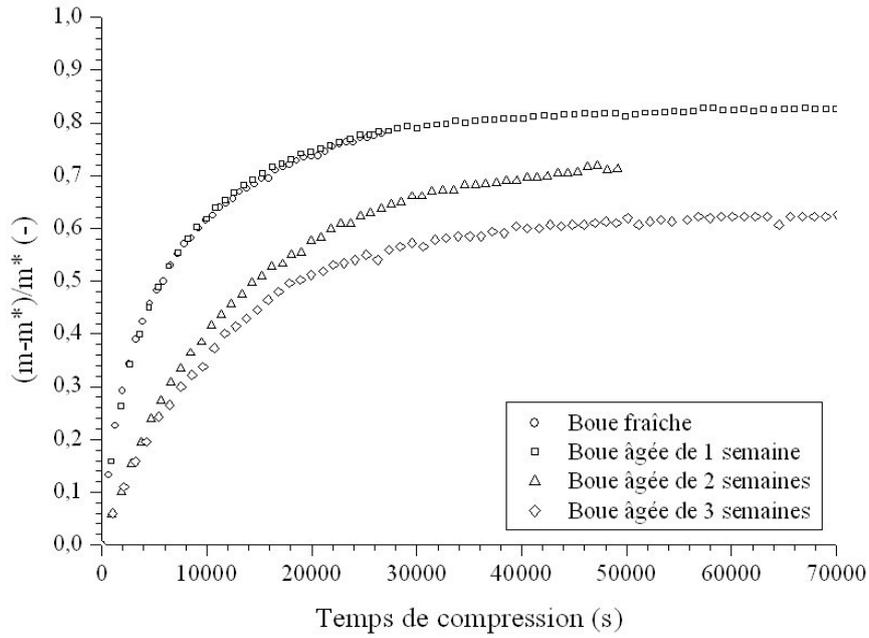


Figure III. 23 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de compression d'une boue activée non flocculée (Pression appliquée de 6 bar)

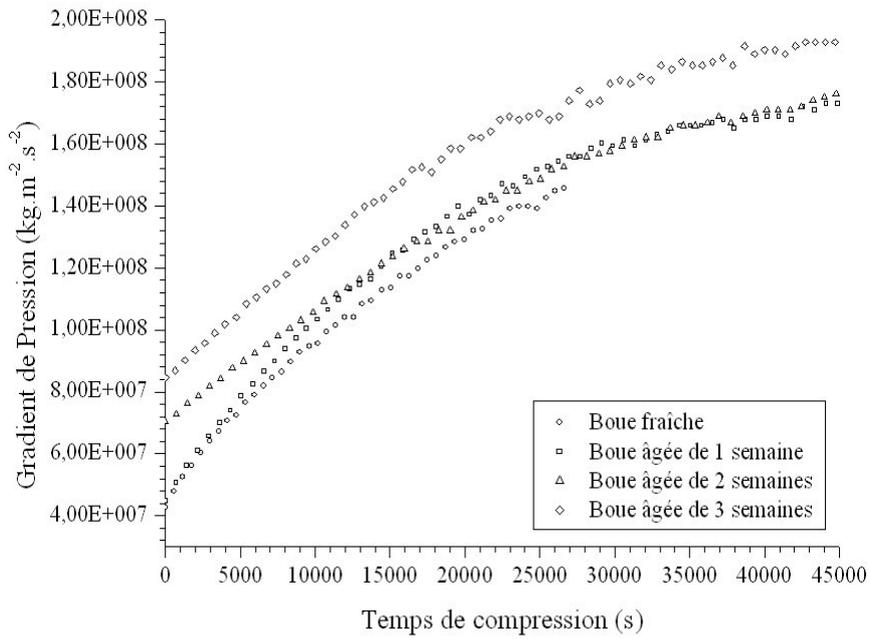


Figure III. 24 : Evolution du gradient de pression moyen à travers un gâteau de boue activée non flocculée avec l'âge des boues (Pression appliquée de 6 bar)

### **III.6. Conclusion**

Le changement des conditions physico-chimiques initiales d'une suspension de boue activée non floculée influence de façon notable la structure des floccs. L'ajout de chlorure de sodium et de soude modifie notamment les propriétés de surface des floccs. L'augmentation de la teneur en charges de surface négatives favorise l'accentuation des forces de répulsions électrostatiques, qui se traduit par une défloculation du système. Ces effets de déstructuration des floccs sont également induits par le relargage des EPS liés vers la phase soluble, suite notamment à un mécanisme d'échange d'ions en présence de chlorure de sodium mais également à l'hydrolyse et l'acidification de la suspension de boue. Les polymères exocellulaires sont par conséquent fortement impliqués dans la stabilité de la structure des floccs.

Par ailleurs, les mesures de turbidité et d'hydrophobicité sont des indicateurs simples à mettre en œuvre et capables de caractériser l'état de structure des floccs. L'augmentation de la turbidité couplée à une diminution de l'hydrophobicité relative reflète classiquement la déstructuration du système flocculé.

Au final, l'étude de l'apport couplé des paramètres physico-chimiques choisis lors de cette étude permet d'obtenir une image assez précise de l'état de structure des floccs ; ce qui contribue à une meilleure compréhension du comportement des boues lors de l'étape de déshydratation, en phases de filtration et de compression.

La libération de fines particules dans la suspension de boue suite au phénomène de déstructuration des floccs, favorise le colmatage du gâteau de boue et du média filtrant. Plus précisément, cet effet semble particulièrement induit par la présence accrue de particules de type supracolloïdales. Ainsi, la cinétique de filtration est ralentie du fait d'une hausse de la résistance spécifique moyenne du gâteau de boue. Cependant, la quantité de filtrat recueillie en fin de filtration augmente sous l'effet de la défloculation grâce à la libération de l'eau piégée à l'intérieur de la matrice flocculée. Ce transfert d'eau semble en grande partie dû à la solubilisation des EPS connus pour être sensiblement responsables du taux d'hydratation des floccs de boues.

La déstructuration des floccs favorise, à l'issue de l'étape de filtration, la formation d'un gâteau compact, proche d'une structure qui s'apparente à un assemblage particulaire. Suite à une occlusion stérique importante du gâteau et à un effet de restructuration, l'écoulement du filtrat est réduit.

Le suivi du profil du gradient de pression moyen permet une description convenable de ces comportements particuliers du gâteau de boue au cours de la compression. Le profil de déformation linéaire, caractéristique de la compression primaire, est par exemple plus prononcé dans le cas d'un gâteau de type particulière. A contrario, pour une boue activée brute (dont la structure du gâteau s'apparente plutôt à un réseau polymérique) l'effet de restructuration du matériau est accentué ; la phase de compression secondaire est davantage marquée.

Finalement, la stabilité accrue des floes, favorisée par une réduction des forces de répulsions électrostatiques, couplée à la solubilisation des EPS tend à améliorer la déshydratation que ce soit en termes de cinétique et de siccité finale. Ainsi, à l'échelle industrielle, il serait intéressant de placer la boue dans des conditions fortement acides, à un pH inférieur à celui de la zone tampon, où la cinétique de déshydratation est accélérée et la siccité finale accrue. Cependant, il est vrai que ce conditionnement acide pourrait induire quelques inconvénients dans la suite de la filière de traitement, notamment lors des étapes de compostage ou encore de digestion anaérobie.

A l'inverse, un conditionnement basique limite fortement la cinétique de déshydratation des boues activées non floculées. Néanmoins, l'ajout du mélange Chlorure ferrique-chaux dans la suspension de boue est classiquement pratiqué lors de la déshydratation mécanique par des filtres presse à plateaux. Par conséquent, il serait probablement judicieux de conditionner la boue avec de la chaux uniquement après l'étape de déshydratation. Cependant, il est vrai que les conditions d'homogénéisation d'une boue déshydratée avec de la chaux sont plus difficiles à mettre en œuvre du fait de l'aspect pâteux du matériau.

## **Bibliographie**

- Adamson A.W. (1990). Physical chemistry of surfaces. 5<sup>th</sup> ed. New York: Wiley.
- Boyette S.M., Lovett J.M., Gaboda W.G., Soares J.A. (2001) Cell surface and exopolymer characterization of laboratory stabilized activated sludge from a beverage bottling plant. *Water Sci. Technol.* 43 (6), 175-184.
- Brookes A., Judd S.J., Reid E., Germain E., Smith S., Alvarez H., LeClech P., Stephenson T., Turra E., Jefferson B. (2003). Characterization and impact of biomass foulant in membrane bioreactors. In Proc IMSTEC 2003, Sydney.
- Brown M.J., Lester J.N. (1980) Comparison of bacterial extracellular polymer extraction methods. *Applies and environmental microbiology.* 40, 179-185.
- Bruus J. H., Nielsen P. H., Keiding K. (1992) On the stability of activated sludge flocs with implications to dewatering. *Water Res.*, 26 (12), 1597-1604.
- Bura R., Cheung M., Liao B., Finlayson J., Lee B.C., Droppo I.G., Leppard G.G., Liss S.N. (1998) Composition of extracellular polymeric substances in the activated sludge floc matrix. *Water science and technology.* 37, 325-333.
- Chang I. L., Lee D. J. (1998) Ternary expression stage in biological sludge dewatering. *Water Res.* 32 (3), 905-914.
- Chao A.C., Keinath T.M. (1979) Influence of process loading intensity on sludge clarification and thickening characteristics. *Water Research.* 13 (12), 1213-1220.
- Chen Y., Jiang S., Yuan H., Zhou Q., Gu G. (2007) Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs. *Water Research.* 41, 683-689.
- Chen Y.G., Yang H.Z., Gu G.W. (2001) Effect of acid surfactant treatment on activated sludge dewatering and settling. *Water Research.* 35, 2615-2620.
- Comte S. (2005) Interactions entre des exopolymères extraits de biomasses épuratoires et les métaux. Thèse. Université de Limoges.
- Croué J.P., Lefebvre E., Martin B., Legube B. (1993) Removal of dissolved hydrophobic and hydrophilic organic substances during coagulation/floculation of surface waters. *Water science and technology.* 27, 143-152.
- Curvers D., Usher S.P., Kilcullen A.R., Scales P.J., Saveyn H. and Van der Meer, P. (2009) The influence of ionic strength and osmotic pressure on the dewatering behaviour of sewage sludge. *Chemical Engineering Science,* 64 (10), 2448-2454.
- Daffonchio D., Thaveesri J., et Verstraete W. (1995) Contact angle measurement and cell hydrophobicity of granular sludge from upflow anaerobic sludge bed reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* 61 (10), 3676-3680.

Davis E.M. (1988) Protein assays: a review of common techniques. *AM. Biotechnology. Lab.* 7, 28-37.

Derjaguin B.V., Landau L. (1941) Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged particles in solutions of electrolytes. *Acta Physicochemistry URSS.* 14, 633-662.

Dignac M.F., Urbain V., Rybacki D., Bruchet A., Snidaro D., Scribe P. (1998) Chemical description of extracellular polymers : implication on activated sludge floc structure. *Water Sci. Technol.* 38 (8/9), 45-53.

Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A., Smith F. (1956) Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry.* 28, 350-356.

Durmaz B., Sanin F.D. (2001) Effect of carbon to nitrogen ratio on the composition of microbial extracellular polymers in activated sludge, *Water science and technology*, 44 (10), 221-229.

Erikson L., Alm B. (1991) Study of flocculation mechanisms by observing effects of a complexing agent on activated sludge properties. *Water Sci. Technol.* 24, 21-28.

Erikson L., Steen I., Tendaj M. (1992) Evaluation of sludge properties at an activated sludge plant. *Water Science and Technology.* 28, 203-212.

Everett J.G. (1974) The effect of pH on the heat treatment of sewage sludges. *Water Research.* 8, 899-906.

Forster C. F. (2002) The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges. *Enzyme and Microbial Technology* 30 (3) 340-345.

Forster C.F., Lewin D. C. (1972) Polymer interactions at activated sludge surfaces. *Effluent and Water Treatment J.* 12, 520-525.

Forster C.F. (1971) Activated sludge surfaces in relation to the sludge volume index. *Water Research.* 5, 861-870.

Forster C.F. (1968) The surface of activated sludge particles in relation to their settling characteristics. *Water research.* 2, 767-776.

Forster C.F. (1976) Bioflocculation in the activated sludge process. *Journal of applied chemistry and biotechnology.* 26, 291.

Forster C.F. Clarke A.R. (1983) The production of polymer from activated sludge by ethanolic extraction and its relation to treatment plant operation. *Water pollution control.* 82, 430-433.

Frolund B., Palmgren R., Keiding K., Nielsen P. H. (1996) Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Research* 30, 1749-1758.

Frolund B., Griebe T., Nielsen P.H. (1995) Enzymatic activity in the activated sludge floc matrix. *Applied Microbiology and Biotechnology*. 43 (4), 755-761.

Gulas V., Bond M., Benefield L. (1979) Use of extracellular polymers for thickening and dewatering activated sludge. *Journal of Pollution Control*. 51 (4), 198-807.

Henning-Rysoff-Nielson M. S. (1975) The role of natural extracellular polymers in the bioflocculation and dewatering of sludge. *Vatten* 31, 33-39.

Higgins M.J., Novak J.T. (1997) The effect of cations on the settling and dewatering of activated sludge : laboratory results. *Water Environment Research*. 69 (2), 215-224.

Hoa P.T., Nair L., Visvanathan C. (2003) The effects of nutrients on extracellular polymeric substance production and its influence on sludge properties. *Water SA*. 29 (4).

Houghton J.I., Quarmby J., Stephenson T. (2000) The impact of digestion on sludge dewaterability. *Process Safety and Environmental Protection*. 78 (2) 153-159.

Houghton J.I., Quarmby J., Stephenson T. (2001) Municipal wastewater sludge dewaterability and the presence of microbial extracellular polymer. *Water Science and Technology* 44, 373-379.

Jean D.S., Lee D.J. (1999) Effects of salinity on expression dewatering of waste activated sludge. *Journal of Colloid and Interface Science*. 215, 443-445.

Jin B., Wilen B.M., Lant P. (2003) A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal* 95, 221-234.

Jin B., Wilen B.M., Lant P. (2004) Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal* 98, 115-126.

Jorand F., Guicherd P., Urbain V., Block J. C. (1994) Hydrophobicity of activated sludge flocs and laboratory-growth bacteria. *Water Sci. Technol.*, 30 (11), 211-218.

Jorand F., Boué-Bign F., Block, J.-C., Urbain, V. (1998) Hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances. *Water Science and Technology*. 37 (4-5), 307-315.

Kang S.-M., Kishimoto M., Shioya S., Yoshida T., Suga K.-I., Taguchi H. (1989) Dewatering characteristics of activated sludge and effect of extracellular polymer. *Journal of fermentation and Bioengineering*. 68, 117-122.

Kara K., Gurakan G.C., Sanin F.D. (2008) Monovalent cations and their influence on activated sludge floc chemistry, structure, and physical characteristics. *Biotechnology and Bioengineering*. 100 (2), 231-239.

Karr P. R., Keinath T. M. (1978) Influence of particle size on sludge dewatering", *Journal Water Pollution Control Federation* 50, 1911-1930.

Katsiris N. et Kouzeli-Katseri, A. (1987) Bound water content of biological sludges in relation to filtration and dewatering, *Water Research*, 21 (11), 1319-1327.

Keiding K. and Rasmussen M. R. (2003) Osmotic effects in sludge dewatering. *Advances in Environmental Research*, 7(3): 641-645.

Keiding K., Wybrandt L. and Nielsen P. (2001) Remember the water – a comment on EPS colligative properties. *Water Science and Technology*, 43(6): 17-23.

Lee W., Kang S., Shin H. (2003) Sludge characteristics and their contribution to microfiltration in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science*. 216, 217-227.

Li D.H., Ganczarczyk J.J. (1990) Structure of activated sludge flocs. *Biotechnology and Bioengineering*. 35, 57-65.

Liao B.Q., Allen D.G., Leppard G.G., Droppo I.G., Liss S.N. (2001) Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability. *Water Research* 35 (2) 339-350.

Liao B.Q., Allen D.G., Leppard G.G., Droppo I.G., Liss S.N. (2002) Interparticle interactions affecting the stability of sludge flocs. *J. Colloid Interf. Sci.*, 249 372-380.

Liao B.Q., Droppo I.G., Leppard G.G., Liss S.N. (2006) Effect of solids retention time on structure and characteristics of sludge flocs in sequencing batch reactors. *Water Research*. 40, 2583-2591.

Lindahl M.A., Faris A., Wadstrom T., Hjerten S. (1981) A new test based on "salting out" to measure relative surface hydrophobicity of bacterial cells. *Acta Biochimica Biophysica*. 677, 471-476.

Liss S.N., Liao B.Q., Droppo I.G., Allen D.G., Leppard G.G. (2002) Effect of solids retention time on floc structure. *Water Science and Technology*. 46 (1-2), 431-438.

Liu Y., Fang H. H. P. (2003) Influence of extracellular polymeric Substances (EPS) on flocculation, settling and dewatering of activated sludge. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 33), 237-273.

Liu H., Fang H. (2002) Extraction of extracellular polymeric substances (EPS of sludges. *Journal of Biotechnology*. 95, 249-256.

Liu Y., Lam M.C., Fang H.H.P. (2001) Adsorption of heavy metals by EPS of activated sludge. *Water science and technology*. 43, 59-66.

Lo I.M.C., Keith C.K.L., Chen G.H. (2001) Salinity effect on mechanical dewatering of sludge with and without chemical conditioning. *Environmental Science and Technology*. 35, 4691-4696.

Lowry E.H., Rosebrough N.J., Lewis Far R.A. [et al.] (1951) Protein measurement with the folin phenol reagent. *Journal of Biological Chemistry*. 193, 265-275.

Martin-Cereceda M., Jorand F., Guinea A., Block J.C. (2001) Characterization of extracellular polymeric substances in rotating biological contactors and activated sludge flocs. *Environ. Technol.* 22 (8), 951-959.

Mc Kinney, R.E. (1952) A fundamental approach to the activated sludge process II. A proposed theory of floc formation. *Sewage Industrial Waste.* 24, 280-287.

Mikkelsen L. H., Keiding K. (2002) Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering. *Water Research* 36, 2451-2462.

Mikkelsen L.H., Gottfresen A.K., Agerbaek M.L., Nielsen P.H., Keiding K. (1996) Effects of colloidal stability on clarification and dewatering of activated sludge. *Water Science and Technology.* 34 (3-4), 449-457.

Morgan J. W., Forster C. F., Evison L. (1990) A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges. *Water Research* 24 (6), 743-750.

Murthy S. N, Novak J. T, De Haas R. D. (1998) Monitoring cations to predict and improve activated sludge settling and dewatering properties of industrial wastewaters. *Water Science and Technology.* 38 (3), 119-126.

Murthy S.N., Novak J.T. (1999) Factors affecting floc properties during aerobic digestion: implications for dewatering. *Water Environment Research.* 71 (2), 197-202.

Neyens E., Baeyens J., Weemaes M., De heyder B. (2003) Hot acid hydrolysis as a potential treatment of thickened sewage sludge. *Journal of hazardous materials.* 275-293.

Nielsen P.H., Jahn A., Palmgren R. (1997) Conceptual model for production of exopolymers in biofilms. *Water Science and Technology.* 36, 11-19.

Nielsen P.H., Keiding K. (1998) Disintegration of activated sludge flocs in presence of sulphide. *Water Research.* 32, 313-320.

Novak J. T, Muller C. D, Murthy S. N. (2001) Floc structure and the role of cations. *Water Science and Technology*, 44 (10), 209-213.

Novak J.T., Love N.G., Smith M.L., Wheeler E.R. (1998) The effect of cationic salt addition on the settling and dewatering properties of an industrial activated sludge. *Water Environment Research.* 70, 984.

Patterson R.A. (1997) Domestic wastewater and the sodium factor. In : Bedinger, M.S., Johnson, A.I., Fleming, J.S., editors. *Site characterization and design of on-site septic systems.* New Orleans, LA: American Society for Testing and Materials. 23-235.

Pavoni J.L., Tenney M.W., Echelberger W.F. (1972) Bacterial extracellular polymers and biological flocculation. *Journal of the Water Pollution Control Federation.* 44, 414-431.

Sanin D., Vesilind P. A. (2000) Bioflocculation of activated sludge: the role of calcium ions and extracellular polymers. *Environ. Technol.* 21, 1405-1412.

Sanin F.D., Vesilind P.A. (1966) Synthetic sludge: a physical/chemical model in understanding bioflocculation. *Water Environment Research*. 68 (5), 927-933.

Shao L., Peipei. He. P., Yu. G., He P. (2009) Effect of proteins, polysaccharides, and particle sizes on sludge dewaterability. *Journal of Environmental Science*. 21, 83-88.

Sheinbuch M., Lev O., Einav P., Rubin E. (1986) The role of exocellular polymer in the design of activated sludge. *Biotechnology and Bioengineering*. 28 (10), 1546-1576.

Shirato M., Murase T., Iwata M., Nakatsuka S. (1986) The Terzaghi-Voigt combined model for constant pressure consolidation of filter cakes and homogeneous semisolid materials *Chem. Eng. Sci.* 41 3213-3218.

Sobeck D. C., Higgins M. J. (2002) Examination of three theories for mechanisms of cation induced bioflocculation. *Water Res.*, 36 (3), 527-538.

Sponza D. T. (2003) Investigation of extracellular polymer substances (EPS) and physicochemical properties of different activated sludge flocs under steady-state conditions, *Enzyme Microb. Technol.*, 32 375-385.

Sürücü G., Cetin F.D. (1989) Effect of temperature, pH and DO concentration on filterability and compressibility of activated sludge. *Water Research*. 23 (11), 1389-1395.

Tenny M., Stumm W. (1965) Chemical flocculation of microorganisms in biological waste treatment. *Journal of Water Pollution Control*. 37, 1370-1388.

Tezuka Y. (1969) Cation dependent flocculation in a flavobacterium species predominant in activated sludge. *Applied Microbiology and Biotechnology*.

Tiravanti G., Lore F., Sonnante G. (1985) Influence of the change density of cationic polyelectrolytes on sludge conditioning. *Water Research*. 19, 93-97.

Urbain V. (1992). *Caractérisation physico-chimique des boues actives en relation avec leur propriétés de décantation*. Thèse. Université Henri Poincaré (Nancy I).

Vaxelaire J., Olivier J. (2006) Conditioning for municipal sludge dewatering. From filtration compression cell tests to belt press. *Drying Technology*. 24, 1225-1233.

Verwey E.J.W., Overbeek J.G. (1948) *Theory of the stability of lyophobic colloids*. Amsterdam, Elsevier.

Vlyssides A.G., Karlis P.K. (2004) Thermal-alkaline solubilisation of waste activated sludge as a pre-treatment. *Bioresource Technology*. 91 (2), 201-206.

Wigender J., Neu T.R., Flemming H.C. (1999) *Microbial extracellular polymeric substances: characterisation, structure and function*. Berlin: Springer, p.123.

Wilén B. M., Jin B., Lant P. (2003) The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties. *Water Research*. 37, 2127-2139.

Wu Y. C., Smith Ed D., Novak R. (1982) Filterability of activated sludge in response to growth conditions. *Journal of Water Pollution Control Federation*. 54, 4446-456.

Yun Z., Jo W., Yi Y., Choi S., Min K. (2000) Effects of sludge settling characteristics in the BNR system. *Water Science and Technology*. 42 (3-4), 283-288.

Zita A., Hermansson M. (1994) Effects of ionic strength on bacterial adhesion and stability of flocs in a wastewater activated sludge system. *Applied Environ. Res.*, 60, 3041-3048.

## **Conclusion et perspectives**

L'objectif de cette thèse consistait à mettre en évidence, par une approche expérimentale, les paramètres mécaniques et physico-chimiques majeurs des boues résiduelles qui limitent leur aptitude à être déshydratées par voie mécanique.

La première partie du travail s'est orientée vers l'étude du comportement mécanique des boues en phase de filtration mais surtout en phase de compression ; phase qui reste la plus représentative du fonctionnement des appareils de déshydratation mécanique.

En phase de filtration, l'analyse de l'influence des paramètres opératoires caractéristiques, notamment de la pression appliquée, souligne le comportement particulier des matériaux extrêmement compressibles tels que les boues activées. En effet, les modèles classiquement utilisés pour décrire l'étape de filtration semblent limités puisque la résistance spécifique moyenne du gâteau de filtration évolue au cours du temps. Cette résistance à l'écoulement est essentiellement située au niveau d'une fine couche compacte et assez peu perméable, formée à l'interface gâteau de boue/média filtrant. Cette pellicule dense semble largement gouverner le processus de déshydratation en phase de filtration.

Par ailleurs, la déshydratation des boues en phase de compression est améliorée lorsque le gradient de pression moyen à travers le gâteau augmente, notamment en début de compression, c'est-à-dire quand le gâteau n'est pas encore tout à fait structuré. Cependant, la distribution du gradient de pression à travers l'épaisseur de gâteau n'est pas uniforme. La présence de la couche dense de gâteau non déformable continue de perturber la déshydratation. L'impact de cette fine couche sur la cinétique de compression a pu être caractérisé par le suivi de sa cinétique de formation au cours du temps. La densification de cette couche semble être liée aux modifications de la structure du gâteau. Des effets de relaxation du matériau ont été constatés lorsqu'une pression constante est appliquée. Ce comportement particulier semble partiellement induit par des phénomènes osmotiques, au sein de la matrice flocculée, qui tentent à s'opposer à la compression et limitent ainsi l'aptitude de la boue à relarguer l'eau. Cet effet reste cependant d'autant plus négligeable que les pressions appliquées sont suffisamment importantes et les temps de compression élevés.

Le comportement mécanique particulier des gâteaux de boue activée en déshydratation dépend principalement de la nature même de ce type de matériau.

La deuxième partie de cette thèse s'est donc davantage intéressée au rôle de plusieurs propriétés physico-chimiques de la boue sur la structure des floccs, ceci afin de mieux appréhender leur comportement mécanique en déshydratation, et notamment en phase de compression.

Les polymères exocellulaires (EPS) et les propriétés de surface des floccs sont fortement impliqués dans la structure et la stabilité des floccs. L'ajout de sels monovalents (NaCl) ou de soude entraîne une augmentation des forces de répulsions électrostatiques qui se traduit par une déstructuration des floccs. A l'inverse, sous un conditionnement acide, la teneur en charges de surface négatives favorise l'agglomération des fines particules et tend ainsi à diminuer le taux de particules supracolloïdales. Cependant, quelles que soit les modifications physico-chimiques appliquées à la boue, une solubilisation des EPS accompagnée d'une défloculation du système polymérique est constatée. Par ailleurs, les modifications induites par le vieillissement des boues semblent intervenir essentiellement sur la conformation des floccs dont la structure polymérique aurait tendance à se replier sur elle-même ; les propriétés de surface de ces floccs étant alors modifiées.

Au final, la solubilisation des EPS couplée à une augmentation des forces de répulsions électrostatiques contribue à une déstructuration des floccs. Cet effet de défloculation s'accompagne d'une libération de l'eau piégée au sein du réseau polymérique, ce qui tend à améliorer la déshydratation en terme de siccité finale. Cependant, la libération de fines particules, notamment de type supracolloïdal, favorise le colmatage du gâteau de boue et du média filtrant ; la cinétique de déshydratation est alors ralentie du fait d'une hausse de la résistance à l'écoulement.

Ces travaux ouvrent différentes perspectives aussi bien de recherche industrielle qu'académique.

D'un point de vue industriel, l'optimisation de la déshydratation passe par une modification des paramètres de fonctionnement opératoires mais également des conditions physico-chimiques initiales de la boue, avant de s'intéresser par la suite à une évolution de la conception des appareils de déshydratation.

En premier lieu, dans un souci de réduction des coûts énergétiques, il n'apparaît pas utile d'appliquer de fortes pressions en phase de filtration puisque celles-ci n'influencent ni la cinétique ni la quantité de filtrat recueillie. Par contre, il est nécessaire d'appliquer une pression la plus élevée possible, à l'entrée de la phase de compression. Cette augmentation de pression doit être appliquée rapidement dès l'entrée en compression.

De plus, il est judicieux de réduire les épaisseurs de gâteaux de boue formés lors de cette phase de compression afin d'accroître le gradient de pression moyen à travers le gâteau mais également d'obtenir des épaisseurs de fine couche dense de gâteau réduites.

Par ailleurs, il pourrait être adéquat d'associer ces modifications de fonctionnement à un conditionnement acide de la suspension de boue, où la solubilisation des EPS accompagnée d'une réduction des forces de répulsions électrostatiques favorise la déshydratation en termes de cinétique et de quantité de filtrat recueillie. Cependant, dans le cas d'études menées sur des boues activées floculées, il serait nécessaire d'évaluer l'impact d'un conditionnement acide sur la stabilité du polymère utilisé et des floccs formés.

Enfin, une évolution de la conception des appareils de déshydratation mécaniques pourrait être envisagée afin de tenter d'une part l'élimination en continu de la fine couche dense de gâteau formée et d'autre part d'optimiser la répartition des pressions appliquées, notamment dans le cas des filtres à bandes et des centrifugeuses, en phase de compression.

Les perspectives de recherche académique, quant à elles, peuvent être orientées vers une caractérisation approfondie du comportement mécanique des boues en phase de compression. Par exemple, il serait utile de compléter l'étude menée sur l'impact de la pression appliquée en phase de compression afin de rechercher la pression maximale ou limite pour laquelle la quantité de filtrat recueillie n'évolue plus. De même il serait important de compléter toute l'étude sur les corrélations entre la nature physico-chimique des boues et leur aptitude à la déshydratation, en étudiant d'autres types de boues (mixtes, industrielles, digérées...etc.) et en essayant d'évaluer dans quelle mesure un conditionnement avec des polymères synthétiques modifie les tendances obtenues sur des boues brutes.

Il semble également important, en parallèle de cette approche expérimentale, de reconsidérer les modèles classiques de filtration-compression pour les adapter aux cas des boues résiduelles. Afin de rendre ces modèles le plus pertinent possible, il serait intéressant d'y intégrer certains aspects physico-chimiques. Une première idée pourrait être de décrire l'évolution de la pression osmotique dans la matrice floculée et de la prendre en compte dans le calcul des pressions exercées à travers le gâteau. Ce travail doit cependant s'appuyer sur une bonne description de l'évolution des pressions (liquide et solide) dans le gâteau.

Même si, d'après la littérature, certains efforts de recherche ont déjà été mis en œuvre dans ce domaine il semble important de poursuivre ces travaux avec une approche rhéologique plus poussée.



## Table des illustrations

### Figures

Figure I. 1 : Représentation schématique d'une station d'épuration (adaptée de Léonard, 2003)	26
Figure I. 2 : Représentation schématique d'une filière de traitement des boues	29
Figure I. 3 : Répartition des principales voies d'élimination des boues en 2007 (source : APCA)	31
Figure I. 4 : Représentation schématique d'un floc de boue activée (Urbain et al., 1993)	37
Figure I. 5 : Différentes tailles d'agrégats dans un floc de boue activée	38
Figure I. 6 : Schéma des floccs de boue (établi à partir des données de Turchiuli et Fargues (2004) et Zartarian et al., (1997))	38
Figure II. 1 : Représentation schématique d'un filtre à bandes (OTV, 1997)	53
Figure II. 2: Représentation schématique d'une décanteuse centrifugeuse (OTV, 1997)	55
Figure II. 3: Représentation schématique d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)	55
Figure II. 4: Remplissage d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)	56
Figure II. 5 : Débâtissage d'un filtre à plateaux (OTV, 1997)	56
Figure II. 6 : Représentation schématique de la filtration/compression (Saveyn, 2005)	59
Figure II. 7 : Représentation de la cinétique de déshydratation selon la méthode de Ruth (1946)	61
Figure II. 8 : Détermination du point de transition entre les phases de filtration et de compression, selon la méthode de Shirato et al., (1970) et LaHeij (1994)	67
Figure II. 9 : Evolution de la fraction solide massique selon la méthode de Konnur et al., (2008)	67
Figure II. 10 : Evolution de la pression liquide au niveau du piston en fonction du volume de filtrat recueilli ; d'après Christensen et al., (2006)	68
Figure II. 11 : Evolution du profil de pression liquide à travers le gâteau au cours de la filtration et de la compression de matériaux extrêmement compressibles (Sorensen et al., 1996)	70
Figure II. 12 : Schéma du modèle de compression Terzaghi-Voigt	72
Figure II. 13 : La Cellule de Filtration-Compression	75
Figure II. 14 : Schéma du principe de fonctionnement de l'installation	76
Figure II. 15 : Test de reproductibilité de la filtration d'une boue activée non flocculée	77
Figure II. 16 : Test de reproductibilité de la filtration d'une boue activée flocculée	78
Figure II. 17 : Tests de reproductibilité de la filtration d'une boue activée flocculée avec un flocculant vieillissant	79
Figure II. 18 : Filtration à différentes hauteurs initiales de suspension (concentration = 9 g/L et P = 5 bar)	80
Figure II. 19 : Masse finale de filtrat récupérée en fonction de $h_0$ (concentration = 9 g/L et P = 5 bar)	81
Figure II. 20 : Evolution de $t^*$ en fonction de $h_0$ (concentration = 9 g/L et P = 5 bar)	81
Figure II. 21 : Adimensionnement des profils cinétiques de déshydratation, $m/m^*$ en fonction de $t/t^*$ (concentration = 9g/L et P = 5 bar)	82

Figure II. 22 : Filtration d'une boue activée non floculée à différentes hauteurs initiales de suspension, $t/h_0^2$ en fonction de $(v/h_0)^2$ (concentration = 9 g/L et P = 5 bar) .....	82
Figure II. 23 : Filtration à différentes concentrations initiales en matière solide.....	83
Figure II. 24 : Evolution de la RSF selon la concentration initiale (Pression = 5 bar) .....	84
Figure II. 25 : Paliers de pression au cours de l'étape de filtration (t = 300 s).....	86
Figure II. 26 : Influence de la pression sur une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L).....	88
Figure II. 27 : Influence de la pression sur une boue activée floculée (concentration = 7 g/L) .....	88
Figure II. 28 : Influence des paliers de pression sur une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L).....	89
Figure II. 29 : Comparaison des cinétiques de déshydratation en phase de filtration d'une boue activée floculée et non floculée (concentration = 7 g/L et Pression = 7 bar).....	89
Figure II. 30 : Evolution de la fraction massique solide d'une suspension de boue activée non floculée au cours de la déshydratation en CFC .....	91
Figure II. 31 : Influence de la pression sur la compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L).....	92
Figure II. 32 : Influence de paliers de pression sur la compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L).....	92
Figure II. 33 : Influence de paliers de pression sur la compression d'une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L).....	93
Figure II. 34 : Adimensionnement des profils cinétiques de compression pour une boue activée floculée (concentration = 7g/L) .....	94
Figure II. 35 : Représentation du couple pression appliquée/temps de compression pour différentes masses de filtrat recueillies .....	95
Figure II. 36 : Influence de la variation de pression à différents instants sur la cinétique de compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar) .....	96
Figure II. 37 : Influence de la variation de pression à différents instants sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar) .....	96
Figure II. 38 : Comparaison de la compression d'une boue activée floculée et non floculée lors d'une variation de pression en début de compression (concentration = 7 g/L et palier de pression : 1 à 7 bar) .....	97
Figure II. 39 : Influence de la vitesse de montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (concentration = 7 g/L) .....	98
Figure II. 40 : Influence de la vitesse de montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée floculée (concentration = 7 g/L) .....	98
Figure II. 41 : Influence de la quantité de boue à déshydrater sur la compression d'une boue semi-solide (pression appliquée de 6 bar) .....	101
Figure II. 42 : Evolution de la masse de filtrat recueillie selon la diminution de l'épaisseur du gâteau au cours de la compression (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar) .....	102
Figure II. 43 : Evolution de la déformation moyenne du gâteau au cours du temps pour différentes quantités initiales de boue à déshydrater (pression appliquée de 6 bar) .....	103
Figure II. 44 : Evolution de la masse de filtrat selon la déformation moyenne du gâteau de boue (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar) .....	103
Figure II. 45 : Représentation schématique du gâteau de boue semi-solide au cours de la déshydratation .....	104

Figure II. 46 : Evolution de l'épaisseur de la fine couche au cours de la compression pour une boue semi-solide (pression appliquée de 6 bar) .....	105
Figure II. 47 : Déplacement du piston au cours du temps.....	108
Figure II. 48 : Tests de reproductibilité : suivi de la remontée du piston au cours du temps pour une boue semi-solide (épaisseur initiale de 2 cm et pression appliquée de 6 bar ; le temps égal à 0 seconde correspond à la chute de la pression) .....	111
Figure II. 49 : Remontée du piston pour différents paliers de pression (épaisseur initiale de 2 cm).....	112
Figure II. 50 : Influence de la pression appliquée sur la compression d'une boue semi-solide (épaisseur initiale de 2 cm).....	115
Figure II. 51 : Evolution de la pression appliquée au cours du temps .....	115
Figure II. 52 : Remontée du piston au cours de la compression à différents paliers de pression (épaisseur initiale de 2 cm).....	116
Figure III. 1 : Représentation de la théorie DLVO .....	138
Figure III. 2 : Représentation de la double couche électrique.....	139
Figure III. 3 : Courbe d'étalonnage du dosage des protéines avec du Sérum Albumine Bovin .....	158
Figure III. 4 : Courbe d'étalonnage du dosage des substances humiques avec des acides humiques .....	158
Figure III. 5 : Courbe d'étalonnage du dosage des polysaccharides avec du glucose .....	159
Figure III. 6 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar) .....	167
Figure III. 7 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de filtration d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	168
Figure III. 8 : Influence de la teneur en NaCl sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	169
Figure III. 9 : Modélisation du taux de compression d'une boue activée "semi-solide" avec une teneur en NaCl à 0,1 M par le modèle de Shirato et al., (1986).....	170
Figure III. 10 : Evolution du gradient de pression moyen à travers un gâteau de boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	172
Figure III. 11 : Influence du pH sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar).....	177
Figure III. 12 : Influence du pH sur la cinétique de filtration d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar) .....	178
Figure III. 13 : Influence du pH sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	180
Figure III. 14 : Evolution du gradient de pression moyen à travers le gâteau d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	180
Figure III. 15 : Evolution de la teneur totale en EPS ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues.....	183
Figure III. 16 : Evolution de la teneur en acides humiques ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues .....	184
Figure III. 17 : Evolution de la teneur en polysaccharides ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues .....	184
Figure III. 18 : Evolution de la teneur en protéines ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ) avec l'âge des boues.....	185
Figure III. 19 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm d'une boue activée non floculée avec l'âge des boues (concentration = 10 g/L) .....	187
Figure III. 20 : Evolution, pour différentes boues activées non flocuées, de l'hydrophobicité relative avec l'âge des boues (concentration = 10 g/L) .....	188

Figure III. 21 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de déshydratation d'une boue activée non floculée (pression appliquée de 6 bar) .....	189
Figure III. 22 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de filtration d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	190
Figure III. 23 : Influence de l'âge des boues sur la cinétique de compression d'une boue activée non floculée (Pression appliquée de 6 bar) .....	191
Figure III. 24 : Evolution du gradient de pression moyen à travers un gâteau de boue activée non floculée avec l'âge des boues (Pression appliquée de 6 bar) .....	191

## **Tableaux**

Tableau I. 1 : caractérisation physico-chimique des boues selon quatre études différentes ....	43
Tableau II. 1 : Siccité d'une boue déshydratée (%) classiquement obtenue selon les appareils de déshydratation d'après des sources industrielles.....	57
Tableau II. 2 : Temps de filtration correspondant à l'entrée en phase de compression pour une suspension de Kaolin.....	91
Tableau II. 3 : Remontée du piston au cours du temps pour un palier de pression de 6 bar (épaisseur initiale de 2 cm).....	117
Tableau II. 4 : Remontée du piston selon l'épaisseur initiale de l'échantillon de boue (pression appliquée de 6 bar) .....	118
Tableau III. 1 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue activée non floculée à 10 g/L .....	151
Tableau III. 2 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	151
Tableau III. 3 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en meq.g de MS <sup>-1</sup> ) pour différentes boues activées non flocuées initiales (concentration = 10 g/L) .....	153
Tableau III. 4 : Mesure de l'hydrophobicité relative de différentes boues activées brutes (non flocuées) (concentration = 10 g/L).....	154
Tableau III. 5 : Quantité de produits nécessaire à la préparation de la solution tampon .....	155
Tableau III. 6 : Protocole de dosage des protéines et des substances humiques.....	157
Tableau III. 7 : Protocole de dosage des polysaccharides.....	159
Tableau III. 8 : Evolution de la teneur en EPS liés et solubles pour une même boue activée non floculée (concentration = 10 g/L).....	160
Tableau III. 9 : Mesure des pourcentages d'erreurs liés à la reproductibilité des essais d'extraction et de dosage des EPS pour une boue activée non floculée (concentration = 10 g/L) .....	160
Tableau III. 10 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en meq.g de MS <sup>-1</sup> ) selon le conditionnement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L).....	163
Tableau III. 11 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives moyenne (en meq.g de MS <sup>-1</sup> ) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	164
Tableau III. 12 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L .....	164
Tableau III. 13 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L en présence de NaCl à 0,1 M .....	165
Tableau III. 14 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L en présence de NaCl à 0,3 M .....	165

Tableau III. 15 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	165
Tableau III. 16 : Teneur en EPS dans la suspension de boue selon le conditionnement initial ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ).....	166
Tableau III. 17 : Evolution de la proportion d'EPS liés (%) vers la phase soluble selon le conditionnement initial.....	166
Tableau III. 18 : Evolution de l'hydrophobicité relative (%) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	166
Tableau III. 19 : Evolution des paramètres de déshydratation selon la teneur en NaCl .....	167
Tableau III. 20 : Détermination des paramètres de compression selon le modèle de Shirato et al., (1986) .....	170
Tableau III. 21 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en $\text{meq.g de MS}^{-1}$ ) selon le conditionnement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L).....	173
Tableau III. 22 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives moyenne (en $\text{meq.g de MS}^{-1}$ ) selon le conditionnement pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	174
Tableau III. 23 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L .....	174
Tableau III. 24 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à pH 3.....	174
Tableau III. 25 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à pH 9.....	175
Tableau III. 26 : Evolution de l'absorbance moyenne à 650 nm pour différentes boues initiales (concentration = 10 g/L).....	175
Tableau III. 27 : Teneur en EPS dans la suspension de boue selon le conditionnement initial ( $\text{mg.g de VSS}^{-1}$ ).....	175
Tableau III. 28 : Evolution de la proportion d'EPS liés (%) vers la phase soluble selon le conditionnement initial.....	176
Tableau III. 29 : Evolution de l'hydrophobicité relative (%) d'une boue activée non floculée selon le conditionnement initial .....	176
Tableau III. 30 : Evolution des paramètres de déshydratation d'une boue activée non floculée selon le pH.....	177
Tableau III. 31 : Evolution de la teneur en charges de surface négatives (en $\text{meq.g de MS}^{-1}$ ) au cours du vieillissement pour une même boue initiale (concentration = 10 g/L).....	185
Tableau III. 32 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute à 10 g/L .....	186
Tableau III. 33 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée d'une semaine .....	186
Tableau III. 34 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de deux semaines .....	186
Tableau III. 35 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de trois semaines .....	187
Tableau III. 36 : Mesure de l'absorbance à 650 nm pour une boue brute âgée de quatre semaines .....	187
Tableau III. 37 : Evolution des paramètres de déshydratation d'une boue activée non floculée selon l'âge des boues .....	189

## **Communications et articles associés à la thèse**

**Raynaud M., Héritier P., Baudez J-C., Vaxelaire J. (2010).** Experimental characterisation of activated sludge behaviour during mechanical expression. *Process Safety and Environmental Protection*, doi: 10.1016/j.psep.2010.02.004.

**Raynaud M., Baudez J-C., Héritier P., Vaxelaire J. (2009).** Activated sludge dewatering in Filtration-Compression Cell: deviations in comparison to classical theory. *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, doi: 10.1002/apj407.

**Raynaud M., Vaxelaire J., Héritier P., Baudez J-C. (2010).** Effect of cations on activated sludge dewatering. ECSM'10, Budapest, Hongrie.

**Raynaud, M., Baudez, J-C., Héritier, P., Vaxelaire, J., (2009).** Relaxation phenomena of activated sludge during mechanical dewatering. IWA, Harbin, Chine.