



HAL
open science

Caractérisation et modélisation de l'écoulement de boues résiduaires dans un sécheur à palettes

Christophe Charlou

► **To cite this version:**

Christophe Charlou. Caractérisation et modélisation de l'écoulement de boues résiduaires dans un sécheur à palettes. Génie des procédés. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2014. Français. NNT : 2014EMAC0004 . tel-01135531

HAL Id: tel-01135531

<https://theses.hal.science/tel-01135531>

Submitted on 25 Mar 2015

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

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux conjointement avec l'INP Toulouse

Présentée et soutenue par :

Christophe CHARLOU

le lundi 28 avril 2014

Titre :

Caractérisation et modélisation de l'écoulement de boues résiduaire
dans un sécheur à palettes

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED MEGEP : Génie des procédés et de l'Environnement

Unité de recherche :

Rapsodee, CNRS - UMR 5302, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux

Directeur(s) de Thèse :

Patricia ARLABOSSE

Martial SAUCEAU

Jury :

Angélique LEONARD, Professeur, Université de Liège, Rapporteur

Patrick GLOUANNEC, Professeur, Université de Bretagne Sud, Rapporteur

Etienne PAUL, Professeur, INSA Toulouse, Président

Jean-Christophe BAUDEZ, HDR, IRSTEA - Clermont-Ferrand, Examineur

Patricia ARLABOSSE, HDR, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Directeur

Martial SAUCEAU, Maître Assistant, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Co-Directeur

Merci à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail...

Publications

Characterisation of the residence time distribution in a continuous paddle dryer.

C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. Journal of Residuals Science & Technology, Vol 10, n°3, p117-125, 2013.

Modeling of sewage sludge flow in a continuous paddle dryer (article soumis).

M. Milhé, C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. Drying Technology.

A new methodology for measurement of experimental Residence Time Distribution of sludge in a paddle dryer with X-ray fluorescence analysis (article soumis).

C. Charlou, M. Milhé, M. Sauceau, P. Arlabosse. Water Research.

Communications orales avec actes et comité de lecture

Caractérisation de la distribution des temps de séjour de boues résiduaires urbaines dans un sécheur par contact avec agitation.

C. Charlou, P. Arlabosse, M. Sauceau. SFGP 2013 - 14^{ème} congrès de la Société Française de Génie des Procédés, Lyon (France), 8-10 octobre 2013.

Influence of premixing on the rheological properties and drying characteristics.

C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. 16th European Biosolids & Organic Resources Conference, Leeds (Grande Bretagne), 14-16 novembre 2011.

Characterisation of the residence time distribution in a continuous paddle dryer.

C. Charlou, P. Arlabosse, M. Sauceau. ECSM 2012 – 3rd European Conference on Sludge Management, Leon (Espagne), 6-7 septembre 2012.

Application of Markov chains to the modeling of sludge flow in an agitated indirect continuous dryer.

C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. Eurodrying 2013 - 4th European Drying Conference, Paris (France), 2-4 octobre 2013.

Evolution of the properties of municipal sewage sludge during digestion, flocculation and centrifugation.

C. Charlou, A. Ndong Obame, M. Sauceau, P. Arlabosse. 4th European Conference on Sludge Management. Izmir (Turquie), 26-27 septembre 2014.

Communications orales sans acte

Influence of pretreatments (anaerobic digestion, flocculation and dewatering) on the rheological properties of sludge.

C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. Workshop Rheology-Sludge physical consistency: flow ability and solidity. Agen (France), 9 avril 2013.

Laser diffraction for particle size analysis: Application to municipal sewage sludge.

C. Charlou, Ph. Accart, M. Sauceau, P. Arlabosse. Workshop Granulometry : Determination on sludge particle and floc size, Agen (France), 10 avril 2013.

Communications par poster

Influence of the particle size distribution on the contact drying kinetics of agitated sewage sludge.

C. Charlou, P. Arlabosse. European Drying Conference - EuroDrying'2011. Palma (Espagne), 26-28 octobre 2011.

Influence of flocculation and concentration on the rheological properties of municipal sewage sludge.

C. Charlou, M. Sauceau, P. Arlabosse. ECSM 2012 – 3rd European Conference on Sludge Management. Leon (Espagne), 6-7 septembre 2012.

Characterisation of the residence time distribution in a continuous paddle dryer.

C. Charlou, B. Auduc, M. Sauceau, P. Arlabosse. 3rd GEM-IIT – Indo-French Seminar, New Delhi (Inde), décembre 2012.

Chapitre 1 : Introduction.....	5
1. Position du problème	6
2. Présentation de l'étude	7
3. Plan du mémoire	8
Chapitre 2 : Etude bibliographique.....	11
1. La boue de station d'épuration	12
1.1. Un produit issu de l'activité humaine.....	12
1.2. Etat physique d'une boue.....	13
1.3. Les voies de valorisation de la boue.....	15
2. Le séchage	17
2.1. Les principaux modes de séchage	17
2.2. Les différents types de sécheurs	18
2.3. Problématique de la phase plastique.....	20
3. Rhéologies des boues.....	23
3.1. Généralités	23
3.2. Rhéogrammes et principaux comportements.....	25
3.3. Modèles de comportements rhéologiques	27
3.4. La viscoélasticité linéaire	28
3.5. Rhéologie des boues de station d'épuration.....	31
4. La distribution des temps de séjour	35
4.1. Définition et principe.....	35
4.2. Paramètres caractérisant la distribution des temps de séjour	36
4.3. Caractérisation expérimentale d'une distribution des temps de séjour.....	38
4.4. Application du concept de DTS au séchage des boues résiduaire.....	40
4.5. Application à des technologies similaires à un sécheur à palettes	41
4.6. Modélisation des écoulements non idéaux	47
5. Conclusion	59
6. Références bibliographiques	61
Chapitre 3 : Caractérisation des boues de station d'épuration	73
1. Introduction.....	74
2. Origine des boues utilisées.....	75
2.1. Description de la station d'épuration d'Albi.	75
2.2. Prélèvement et conditionnement des échantillons	78

3.	Préparation des boues	80
3.1.	Pré-cisaillement	80
3.2.	Floculation	80
3.3.	Centrifugation.....	81
3.4.	Séchage.....	82
4.	Méthodes de caractérisation	85
4.1.	Caractérisation rhéologique	85
4.2.	Distribution granulométrique	89
4.3.	Potentiel zêta.....	91
5.	Influence de la digestion	92
6.	Effet du pré-cisaillement de la boue	93
6.1.	Comparaison des boues digérée et non digérée.....	93
6.2.	Effet de la vitesse et du temps de pré-cisaillement sur la boue non digérée	100
6.3.	Synthèse des observations	101
7.	Effet de la concentration en matière sèche	102
7.1.	Floculation	102
7.2.	Centrifugation.....	113
8.	Conclusion	117
9.	Bibliographie.....	119

Chapitre 4 : Caractérisation de la distribution des temps de séjour d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes..... 121

1.	Introduction.....	122
2.	Description du pilote de séchage continu	123
2.1.	Dispositif expérimental	123
2.2.	Instrumentation du pilote et acquisition des données	127
3.	Protocole pour la mesure de la DTS des boues.....	127
3.1.	Analyse préliminaire pour le choix du couple traceur/détecteur	128
3.2.	Mise au point des méthodes de détection.....	130
3.3.	Préparation et injection du traceur	139
3.4.	Méthodes d'échantillonnage et de dosage	141
3.5.	Calcul du temps de passage théorique.....	143
4.	Validation du protocole.....	143
4.1.	Répétabilité des mesures	144
4.2.	Comparaison des méthodes de détection	149

4.3. Représentativité des mesures	150
5. Influence du temps de stockage et de l'inclinaison du sécheur sur l'hydrodynamique	153
5.1. Influence de la durée de stockage sur l'hydrodynamique du procédé de séchage	154
5.2. Influence de l'angle d'inclinaison	157
5.3. Conclusion sur l'hydrodynamique du sécheur à palettes de laboratoire	160
6. Conclusion	165
7. Bibliographie.....	167

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes .. 169

1. Introduction.....	170
2. Structure du modèle Markovien	170
2.1. Modèle physique simplifié - Hypothèses	170
2.2. Formulation mathématique	173
2.3. Calcul de la DTS et de ses moments caractéristiques	175
3. Etude de sensibilité de la DTS aux paramètres d'entrée du modèle.	176
3.1. Influence de la durée de transition, Δt , sur la DTS.....	177
3.2. Influence de ξ et de R sur la DTS.	178
4. Confrontation aux données expérimentales.....	180
4.1. Corrélation utilisée pour le calcul du coefficient de recirculation R	181
4.2. Identification de la masse de solides retenus – Critère de minimisation.	182
4.3. Résultats	182
5. Comparaison aux modèles conventionnels.....	185
6. Conclusion	188
7. Bibliographie.....	191

Chapitre 6 : Conclusion générale et perspectives..... 193

1. Conclusion générale	194
2. Perspectives.....	196
2.1. Caractérisation de la structure	196
2.2. Caractérisation de l'hydrodynamique du sécheur	197
2.3. Modélisation de l'hydrodynamique du sécheur et du processus de séchage	198

Nomenclature

a	Coefficient directeur des droites de régression	$\text{g}_{\text{Traceur}} \cdot \text{g}_{\text{MS}}^{-1} \cdot \text{cps}^{-1}$
a_w	Activité de l'eau dans le produit	$\text{g}_{\text{NaCl}} \cdot \text{L}_{\text{eau}}^{-1} \cdot \text{mS}^{-1} \cdot \text{cm}$
$a_{j,i}$	Coefficient de débit de la cellule i vers la cellule j	-
C_0	Concentration en traceur	$\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$
C_{evap}	Capacité évaporatoire	$\text{kg}_{\text{eau}} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$
$C_{\text{NaCl, calculé}}$	Quantité de NaCl ajoutée par unité de volume de lixiviat	$\text{g}_{\text{NaCl}} \cdot \text{L}^{-1}$
$C_{\text{Floculant}}$	Concentration en floculant	$\text{kg} \cdot \text{t}_{\text{MS}}^{-1}$
CV	Coefficient de variation	%
d	Fraction caractéristique de la présence d'un volume mort	-
$D_{[4,3]}$	Diamètre de De Brouckère	μm
$E(t)$	Fonction de distribution des temps de séjour	h^{-1}
$E(\theta)$	Fonction distribution en temps adimensionné	-
f	Fréquence	Hz
$F(t)$	Fonction de distribution des temps de séjour cumulés	-
$F(\theta)$	Fonction cumulée en temps adimensionné	-
G	Module de Coulomb	Pa
G'	Module de conservation ou module élastique complexe	Pa
G''	Module visqueux	Pa
G^*	Module complexe	Pa
H_s	Hauteur de surverse	cm
I_{ini}	Intensité initiale	cps
K	Coefficient de consistance	$\text{Pa} \cdot \text{s}^n$
\dot{m}_{alim}	Débit d'alimentation en boue humide	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$
\dot{m}_{eau}	Débit évaporatoire	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$
$\dot{m}_{\text{eau}}/\dot{m}_{\text{MS}}$	Rapport de lixiviation	$\text{kg}_{\text{eau}} \cdot \text{kg}_{\text{MS}}^{-1}$
\dot{m}_{MS}	Débit de matière sèche en sortie de sécheur	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$
M_{ret}	Quantité de matière sèche retenue dans le sécheur	kg
\dot{m}_{sortie}	Débit de granulés en sortie de sécheur	$\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$
M	Masse de boue introduite	kg

Nomenclature

MM	Concentration en matières minérales	%
MO	Concentration en matières organiques	%
$M_{ret,cal}$	Masse de solides retenus identifiée par le modèle	kg
$M_{ret,exp}$	Masse de solides retenus mesurée	kg
MES	Matière en suspension	$g_{MES} \cdot L^{-1}$
MS	Masse de solide anhydre retenu dans la cellule	kg
n	Indice d'écoulement	-
n	Cellule de l'état absorbant	-
nRCPA	Modèle de réacteurs continus parfaitement agités en série	-
N	Vitesse de rotation	$tr.min^{-1}$
p	Fraction du volume du réacteur piston	-
P	Matrice de probabilités	-
p_0	Pression de vapeur saturante à la température d'ébullition	Pa
Pe	Nombre de Peclet	-
$P_{i,i}$	Probabilité de rester dans la cellule i	-
$P_{j,i}$	Probabilité de transiter de la cellule i vers la cellule j	-
PZ	Potentiel Zêta	mV
Q_{MS}	Débit massique de matière anhydre	$kg.h^{-1}$
Q_v	Débit volumique de produit entrant	$L.h^{-1}$
R	Coefficient de recirculation	-
r_{cal}	Quantité de NaCl ajoutée par gramme de matière sèche	$g_{traceur} \cdot g_{MS}^{-1}$
S	Siccité ou fraction massique en matière sèche	%
S_L	Seuils de liquidité	%
S_p	Seuils de plasticité	%
$S_{(t)}$	Etat actuel de la chaîne	-
$S_{t=0}$	Etat initial du système	-
$S_{(t+\Delta t)}$	Etat futur de la chaîne	-
T_p	Température de la plaque	°C

Nomenclature

t_s	Temps de séjour moyen	h
T	Température d'ébullition du produit	°C
T_v	Température de la vapeur	°C
T_{CA}	Température d'ambiance	°C
TPD	Température paroi droite	°C
TPG	Température paroi gauche	°C
TCP	Température de paroi	°C
$TCPR$	Température de produit	°C
$VarC$	Variance centrée	-
V_{util}	Volume utile du procédé	L
X	Teneur en eau	$kg_{eau}.kg_{MS}^{-1}$
$X_{entrée}$	Teneur en eau en entrée de sécheur	$kg_{eau}.kg_{MS}^{-1}$
X_L	Seuil de liquidité	$kg_{eau}.kg_{MS}^{-1}$
X_p	Seuil de plasticité	$kg_{eau}.kg_{MS}^{-1}$
X_{sortie}	Teneur en eau en sortie de sécheur	$kg_{eau}.kg_{MS}^{-1}$

Alphabet grec

α	Coefficient permettant de considérer la zone active	-
β	Coefficient permettant de considérer les échanges entre la zone stagnante et la zone active.	-
γ	Déformation de cisaillement	-
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement	s^{-1}
δ	Angle de déphasage ou angle de perte	°
ΔE	Ecart quadratique	h^{-2}
Δh_{vap}	Chaleur latente de vaporisation	$kJ.kg^{-1}$
Δt	Temps de transition	h
η	Viscosité	Pa.s
η^*	Viscosité dynamique complexe	Pa.s
η_0	Viscosité à cisaillement nul	Pa.s

Nomenclature

η_{∞}	Viscosité à cisaillement infini	Pa.s
θ	Angle d'inclinaison du sécheur	°
λ_{in}	Conductivité initiale	mS.cm ⁻¹
$\lambda_{quartage}$	Conductivité après quartage	mS.cm ⁻¹
λ_{total}	Conductivité sans quartage	mS.cm ⁻¹
ξ	Ratio entre le débit de solide anhydre et la masse de solide anhydre retenue dans chaque cellule	h ⁻¹
σ^2	Variance	h ⁻²
τ	Temps de passage	h
τ	Contrainte de cisaillement	Pa
τ_c	Contrainte seuil d'écoulement	Pa
$\Phi_{convection}$	Flux convectif	W
$\Phi_{conduction}$	Flux conductif	W
ω	Pulsation	rad.s ⁻¹

Abréviations

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie
CET	Centre d'enfouissement technique
DTS	Distribution des temps de séjour
HDR	Habilitation à Diriger des Recherche
MM	Matières minérales
MO	Matières organiques
MS	Matière sèche
RAPSODEE	Centre de Recherche d'Albi en génie des Procédés des Solides Divisés, de l'Energie et de l'Environnement
RCPA	Réacteur continu parfaitement agité
RP	Réacteur piston
RPDA	Réacteur piston à dispersion axiale
STEP	Station d'épuration

o Chapitre 1 : Introduction

1. Position du problème

Les boues résiduelles sont le principal coproduit du traitement des eaux usées. Produites en grandes quantités (5 litres de boues brutes par jour et par habitant), elles subissent des traitements qui visent à réduire leur volume et à améliorer leur qualité. Le séchage est l'une des opérations susceptibles d'être mise en œuvre pour réduire le volume de ces boues.

Au niveau français comme au niveau européen, les boues sont majoritairement valorisées en épandage agricole. Mais l'avenir de cette filière est incertain, avec des interrogations récurrentes sur le devenir des composés traces métalliques et traces organiques. Plusieurs pays s'orientent résolument vers les filières thermiques de valorisation des boues, par incinération ou co-incinération, pyrolyse ou gazéification. Ce choix a été motivé par des analyses environnementales. Le séchage, partiel ou poussé, devient alors une opération incontournable. Les analyses de cycle de vie mettent, la plupart du temps, en évidence la contribution négative du séchage aux indicateurs « Potentiel de réchauffement climatique », associé à l'utilisation de ressources non renouvelables, et « Potentiel de toxicité humaine », associé à l'augmentation de la dispersion de substances toxiques dans l'air. Force est de constater que la siccité finale de la boue séchée atteint 90 à 95 % dans plus de 57 % des installations françaises de séchage des boues. Or, les minima techniques pour valoriser les boues urbaines par voie thermique sont autour de 30-45 % pour une incinération spécifique, de 60 % pour une co-incinération avec les ordures ménagères et de 85 % pour la valorisation par pyrolyse ou gazéification ou pour une stabilisation du produit. Outre l'énergie consommée inutilement, l'augmentation de la siccité au-delà de 85 % conduit à la formation de poussières, avec des risques non négligeables d'incendie ou d'explosion, et à la formation d'odeurs, suite à l'élévation de température au cours du séchage. La durabilité de l'opération est donc fortement, mais pas exclusivement, liée à la siccité finale du matériau.

Selon les technologies de séchage utilisées, ajuster la siccité finale de la boue est plus ou moins facile. Lorsque le produit est transporté (sur un tapis de séchage comme dans les sécheurs à bandes ou pneumatiquement comme dans les sécheurs flash), l'écoulement est proche de l'écoulement piston et le temps de séjour moyen, et donc la siccité finale, peuvent être fixés en ajustant la vitesse du tapis ou celle de l'air. Dans le cas des sécheurs par contact avec agitation, comme les sécheurs à disques ou les sécheurs à palettes, les paramètres permettant de contrôler le temps de séjour moyen et la siccité finale sont beaucoup plus difficiles à identifier.

2. Présentation de l'étude

L'hydrodynamique des sécheurs par contact avec agitation a été très peu étudiée par la communauté scientifique et est assez mal connue, y compris par les équipementiers et les professionnels du traitement de l'eau. Ces derniers s'accordent sur l'existence d'une phase plastique, entre 40 et 60 % de siccité, pendant laquelle la boue devient collante et difficile à transporter. Cette phase peut causer des problèmes techniques, avec une prise en masse de la boue dans le sécheur ou une mauvaise tenue mécanique des mobiles d'agitation, et des problèmes de sécurité, avec une élévation locale de la température de la boue. Jusqu'à présent, les recherches académiques se sont focalisées sur l'identification de la plage de siccité dans laquelle cette phase plastique apparaît, à travers des mesures de couple mécanique dans des dispositifs de séchage discontinu ou des mesures d'adhésion et de cohésion.

Très peu d'études se sont intéressées aux procédés continus. Par ailleurs, le comportement rhéologique des boues est complexe et la caractérisation des propriétés d'écoulement des boues concentrées est délicate. La mécanique des fluides numérique reste donc, aujourd'hui encore, hors de portée. Ainsi, prédire le temps de séjour moyen de la boue dans un sécheur par contact avec agitation, et par voie de conséquence la siccité finale du produit, reste un vœu pieux en l'état actuel des connaissances. C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse. Ce constat établi, le centre RAPSODEE a conçu et construit un pilote continu de séchage par contact avec agitation, qui s'apparente à un sécheur à palettes. Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes proposés d'adopter une double approche, expérimentale et numérique, pour étudier l'écoulement des boues résiduelles dans cette installation.

Le concept de distribution des temps de séjour (DTS) a été retenu pour caractériser expérimentalement l'hydrodynamique au sein du sécheur. Cette approche systémique qui repose sur l'utilisation d'un traceur pour marquer certaines molécules du constituant à tracer, est parfaitement adaptée à cette problématique. Nous souhaitons proposer un protocole opératoire rigoureux permettant de réaliser des mesures de DTS répétables et représentatives. Aux dires des équipementiers, l'écoulement dans le sécheur devrait être majoritairement gravitaire. Nous réaliserons diverses expériences de séchage pour étudier l'influence de l'angle d'inclinaison sur la DTS et apporter des éléments de réponse pour infirmer ou confirmer cette idée.

L'approche numérique consistera à poser les bases d'un modèle simple permettant de simuler l'écoulement du solide anhydre dans un sécheur par contact. Ce modèle devra garder une certaine réalité physique, pour pouvoir ultérieurement être utilisé pour décrire l'écoulement de la boue humide (y compris la phase plastique). L'approche sera donc basée sur les chaînes de Markov. Nous nous proposons de vérifier que cette approche est effectivement susceptible d'être utilisée pour décrire les courbes de DTS.

3. Plan du mémoire

Après ce chapitre d'introduction, nous présentons une synthèse bibliographique des principaux travaux portant sur la caractérisation de la phase plastique et sur les propriétés rhéologiques des boues. Nous montrerons ainsi les limitations liées au matériau et aux appareillages. Au préalable, une introduction aura permis de situer le séchage des boues dans un contexte technique, économique et réglementaire. Dans une dernière partie, nous aborderons la caractérisation de l'écoulement par mesure de DTS et nous présenterons une liste, non exhaustive, de modèles susceptibles d'être utilisés pour décrire les écoulements non idéaux. Une attention particulière sera apportée aux modèles Markovien appliqués aux procédés mettant en œuvre des phases solides.

Au chapitre 3, nous nous intéresserons à la caractérisation rhéologique de deux boues de station d'épuration, une aérée et une digérée, sur la base de mesures en régime dynamique. Pour cela, nous étudierons l'influence que peut avoir un pré-cisaillement intense du matériau sur les propriétés rhéologiques, granulométriques mais également sur le comportement vis-à-vis du séchage. Ensuite, nous étudierons l'influence des étapes de floculation et de déshydratation mécanique sur les propriétés rhéologiques des boues.

Dans le chapitre 4, nous décrivons le protocole opératoire développé pour caractériser la DTS du solide anhydre puis du produit humide dans un sécheur par contact avec agitation. Deux méthodes de détection seront comparées et, en particulier, nous démontrerons la répétabilité et la représentativité des mesures. Ce protocole sera ensuite utilisé pour caractériser l'influence du vieillissement sur le séchage et sur l'écoulement de la boue, puis pour étudier l'influence de l'angle d'inclinaison.

Chapitre 1 : Introduction

Les bases d'une modélisation, reposant sur l'approche Markovienne, seront posées au chapitre 5. Une étude de sensibilité permettra d'analyser l'influence des paramètres d'entrée du modèle sur la réponse de ce modèle. Nous essaierons ensuite de démontrer que cette approche est effectivement susceptible d'être utilisée pour décrire les courbes de DTS.

Enfin, la conclusion de ce mémoire synthétisera le travail réalisé. Les lacunes seront également évoquées. Ceci laissera entrevoir des perspectives pour la poursuite de l'étude.

o Chapitre 2 : Etude bibliographique

Contenu

1. La boue de station d'épuration.....	12
1.1. Un produit issu de l'activité humaine	12
1.2. Etat physique d'une boue.....	13
1.3. Les voies de valorisation de la boue.	15
2. Le séchage.....	17
2.1. Les principaux modes de séchage	17
2.2. Les différents types de sècheurs	18
2.3. Problématique de la phase plastique	20
3. Rhéologies des boues.....	23
3.1. Généralités.....	23
3.2. Rhéogrammes et principaux comportements.....	25
3.3. Modèles de comportements rhéologiques	27
3.4. La viscoélasticité linéaire	28
3.5. Rhéologie des boues de station d'épuration.....	31
4. La distribution des temps de séjour	35
4.1. Définition et principe	35
4.2. Paramètres caractérisant la distribution des temps de séjour.....	36
4.3. Caractérisation expérimentale d'une distribution des temps de séjour.....	38
4.4. Application du concept de DTS au séchage des boues résiduaires.....	40
4.5. Application à des technologies similaires à un sécheur à palettes	40
4.6. Modélisation des écoulements non idéaux.....	47
5. Conclusion.....	59
6. Références bibliographiques	61

1. La boue de station d'épuration

1.1. Un produit issu de l'activité humaine

L'homme, par son activité quotidienne, génère une grande quantité d'eau usée. Ces effluents, qui peuvent être d'origine urbaine ou industrielle, doivent être traités pour minimiser le risque sanitaire et l'impact sur les milieux récepteurs. Ces traitements sont effectués dans des stations d'épuration. Ils génèrent plusieurs coproduits, dont les boues résiduelles. On distingue habituellement les boues industrielles, qui proviennent de l'activité productive des usines, des boues urbaines, qui proviennent du traitement des eaux résiduelles domestiques et éventuellement des eaux pluviales.

Les boues urbaines sont composées de très nombreux éléments à tel point qu'il est impossible d'en faire une liste exhaustive. C'est un mélange hétérogène de microorganismes, de fibres, de particules colloïdales et non colloïdales, d'éléments métalliques, de polymères organiques et de divers autres constituants dont la composition peut varier considérablement selon l'origine de la boue, la saison et bien d'autres paramètres encore [1].

Il n'existe pas de classification unique et standard pour caractériser une boue de station d'épuration. Néanmoins, les boues d'origine urbaine sont souvent classées selon la nature du traitement qu'elles ont subi en station d'épuration [2]. Les cinq catégories de boues sont :

- les boues primaires qui proviennent d'opérations de traitement des effluents se limitant à une séparation liquide-solide telle que la décantation ou encore la flottation,
- les boues primaires physico-chimiques qui sont des boues primaires qui ont subi un traitement supplémentaire de coagulation et/ou de floculation,
- les boues secondaires ou boues biologiques qui ont subi un traitement biologique visant la dégradation de la matière organique, du phosphore et de l'azote contenus dans celles-ci,
- les boues tertiaires qui sont des boues ayant subi un traitement tel que la désinfection ou la déphosphatation qui visent à affiner l'épuration de façon à répondre à un critère de qualité,
- les boues mixtes qui correspondent à un mélange de boues primaires et secondaires.

1.2. Etat physique d'une boue

Une boue peut se présenter sous une forme liquide, solide ou sous une forme intermédiaire que l'on désignera par « pâteuse ». D'après le dictionnaire français Larousse, le mot pâte sert à désigner des substances diverses, intermédiaires entre le solide et le liquide, et des substances solides de consistance molle. Selon cette définition très vaste, il existe donc beaucoup de matériaux qui peuvent être définis comme des pâtes (boues, bétons, sédiments...). En réalité, il n'existe pas de définition claire et précise de ce qu'est une pâte. Ces milieux appartiennent à un domaine intermédiaire, non clairement défini entre les milieux liquides et les milieux solides [3]. Van Damme et al. définissent ces milieux comme des suspensions très concentrées ou des assemblages de grains, saturés de liquide, en présence ou pas d'interactions physico-chimiques [4]. Une des principales caractéristiques physiques d'une suspension est la concentration volumique en particules solides ϕ_s définie par [5]:

$$\phi_s = \frac{V_s}{V_t} \quad \text{Equation 1}$$

où V_s correspond au volume des particules solides et V_t au volume total de la suspension.

Coussot et Ancey définissent deux catégories de suspensions en fonction de cette fraction volumique solide ϕ_s [6,7]:

- les suspensions molles pour lesquelles la fraction volumique solide ϕ_s est inférieure à une fraction volumique solide critique ϕ_c ,
- les suspensions dures pour lesquelles la fraction volumique en solide ϕ_s est supérieure à la fraction volumique solide critique ϕ_c et inférieure à la concentration d'entassement maximal, ϕ_{cm} , et dans lesquelles il existe un réseau de particules en contact donnant une structure à la suspension. On parle aussi de suspensions granulaires pour décrire ces milieux.

D'après Coussot, dans les pâtes, le fluide serait bloqué dans la structure. Elles feraient donc partie des suspensions dures. Les pâtes peuvent néanmoins devenir liquides, lorsqu'une énergie suffisante leur est fournie, et restent (ou redeviennent) solides si l'énergie fournie est trop faible. Les pâtes sont donc caractérisées par leur capacité à transiter d'un état solide à l'état liquide et de l'état liquide à l'état solide [8].

Chapitre 2 : Etude bibliographique

La compréhension du comportement des milieux pâteux fait appel à la description d'un certain nombre de phénomènes et d'interactions physiques complexes (diffusion brownienne, interactions colloïdales, effets hydrodynamiques, ...) entre les particules solides et le fluide. Ceci rend l'étude du comportement de ces matériaux très difficile.

Il paraît difficile d'accéder aux trois fractions volumiques mentionnées ci-dessus pour des matériaux comme les boues de station d'épuration, qui sont composées de particules de natures, de formes et de tailles différentes mais également de plusieurs phases (liquide, solide et gazeuse), et d'adopter ce type de démarche pour en comprendre le comportement. D'ailleurs, une boue de station d'épuration est plutôt caractérisée par sa fraction massique en matière sèche, également appelée siccité S . Ce terme, défini par l'**Equation 2**, correspond au ratio entre la masse de matière sèche m_{MS} et la masse de matière humide m_t . La matière sèche est réputée non volatile et est déterminée par séchage en étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante, conformément à la norme NF EN 12880. La notion de teneur en eau X est aussi utilisée. Elle fait référence au ratio de la masse d'eau contenue dans le matériau m_{eau} et de la masse de matière sèche m_{MS} . X est définie par l'**Equation 3**.

$$S = \frac{m_{MS}}{m_t} \quad \text{Equation 2}$$

$$X = \frac{m_{eau}}{m_{MS}} \quad \text{Equation 3}$$

$$\text{avec } X = (1 - S)/S.$$

Il est difficile de définir les limites entre les différents états liquide, pâteux et solide. Ruiz et al. ont appliqué une approche utilisée en mécanique des sols, connue sous le nom de limites d'Atterberg, pour caractériser la consistance d'une boue de station d'épuration [9]. Les auteurs déterminent ainsi la limite de liquidité, en dessous de laquelle le matériau offre une résistance au cisaillement nulle, et la limite de plasticité. En dessous de la limite de plasticité, le matériau subit des déformations importantes dès qu'un effort est appliqué. Au-dessus de cette limite, l'application d'un effort n'entraîne que de faibles déformations et le matériau se comporte comme un solide (cf. **Figure 1**). Les valeurs des seuils de liquidité et de plasticité dépendent de la boue, comme on peut le voir dans le **Tableau 1**.

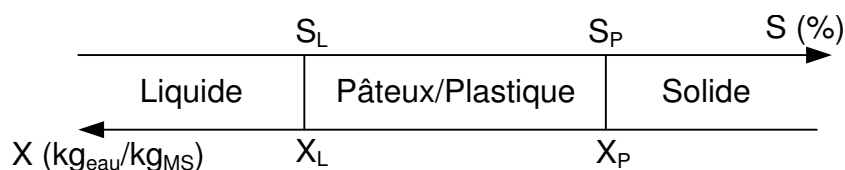


Figure 1 : Consistance d'une boue de station d'épuration d'après Ruiz et al. [9], [10].

Tableau 1 : Seuils de liquidité et de plasticité identifiés par Ruiz et al. [9], [10].

Boue	MO/MS (%)	S _L (%)	S _P (%)	X _L (kg/kg)	X _P (kg/kg)	Référence
A	38	21	38	3,83	1,64	[9]
B	59	29	50	2,40	1,00	[10]
C	75	16	42	5,38	1,37	[10]

1.3. Les voies de valorisation de la boue

Avec une production de 0,966 millions de tonnes de matière sèche par an, la France est le troisième plus gros producteur européen de boues [11], derrière l'Allemagne et l'Angleterre. Selon la réglementation nationale et notamment le décret n°2002-540 du 18 avril 2002, les boues ont un statut de déchet. Les communes doivent gérer le devenir des boues qu'elles produisent selon l'article L2224-8 du code général des collectivités territoriales. Au niveau européen, les principales voies de valorisation ou d'élimination sont : l'épandage (à hauteur de 47 %), le traitement thermique par incinération spécifique et co-incinération (à hauteur de 24 %) et la mise en centre d'enfouissement (à hauteur de 10 %). À titre indicatif, le **Tableau 2** répertorie le coût du traitement pour certaines de ces filières [11].

Tableau 2 : Coût du traitement de la boue de station d'épuration par filières de valorisation et d'élimination [11].

	Prix* (€/t)	
Epandage	Boues semi-solides (S=20 %)	128
	Boues semi-solides digérées	136
	Boues solides	188
	Boues compostées	284
Mise en décharge	314	
Co-incinération	336	
Mono-incinération	417	

*Le prix tient compte des coûts internes (investissement, fonctionnement, économie d'utilisation de fertilisants) et externes (émissions dans l'air, transport, traitement des odeurs, impact sur l'environnement et la santé)

Chapitre 2 : Etude bibliographique

En France, la voie de valorisation privilégiée est l'épandage, à raison de 65 % de la production de boues. Les raisons principales sont les coûts de mise en œuvre relativement faibles et l'intérêt que leur qualité agronomique peut susciter pour un sol récepteur (éléments nutritifs tels que le phosphore ou l'azote). Néanmoins, cette filière ne peut pas être automatiquement utilisée car, pour être valorisées en épandage, les boues de station d'épuration doivent répondre à un certain nombre de critères et respecter les contraintes réglementaires suivantes :

- l'arrêté du 8 décembre 1997 qui fixe les prescriptions techniques applicables à l'épandage de boues de station d'épuration sur les sols agricoles selon 3 axes : la conception et la gestion de l'épandage, la qualité et la précaution d'usage des boues et les modalités de surveillance. Le producteur de boues doit fournir un dossier complet à la police de l'eau, qui comprend une étude préalable des sols d'épandage, un planning prévisionnel d'épandage, un bilan agronomique et une synthèse du registre d'épandage,
- l'article R211-31 du décret n° 2007-397 du 22 mars 2007 qui indique que l'épandage des boues ne peut être pratiqué que si celles-ci présentent un intérêt pour les sols. Selon l'article R211-41 de ce même décret, l'épandage n'est pas permis « pendant les périodes où le sol est pris en masse par le gel ou abondamment enneigé, exception faite des boues solides » ,
- l'arrêté du 8 janvier 1998 et modifié le 3 juin 1998 qui rend obligatoire l'hygiénisation des boues avant épandage dans des contextes particuliers d'utilisation agronomique et fixe les seuils de référence pour les teneurs en microorganismes pathogènes des boues hygiénisées.

Bien que coûteuses, les filières d'incinération spécifique et de co-incinération traitent 15 % de la production française de boues. Enfin, environ 5% de la production est envoyée en centre d'enfouissement technique. A ce sujet, l'arrêté du 9 septembre 1997 modifié le 19 janvier 2006, relatif aux installations de stockage des déchets non-dangereux, stipule que l'enfouissement de boues de station d'épuration en centre d'enfouissement ne peut se faire que si les boues contiennent au minimum 30 % de matière sèche. La gazéification et la pyrolyse sont encore au stade de la démonstration et ne sont pas appliquées à l'échelle industrielle, à notre connaissance.

2. Le séchage

C'est dans ce contexte réglementaire et législatif que l'opération de séchage vient se positionner. Afin de pouvoir intégrer les différentes voies de valorisation et d'élimination, il est nécessaire d'accroître la siccité de la boue dans la plupart des cas. En général, les boues urbaines subissent, en sortie de station d'épuration, une étape de déshydratation mécanique, par pressage ou centrifugation, suivie éventuellement d'un chaulage. Au mieux, ces traitements permettent d'atteindre des siccités de l'ordre de 25 à 35 %. Une étape de séchage devient ensuite indispensable pour continuer à retirer l'eau du produit. Le séchage est donc un maillon de la filière de traitement des boues, intermédiaire entre la déshydratation mécanique et certaines voies de valorisation. Il existe ainsi trois types de séchage selon les filières de traitement visées [1,12]:

- le séchage partiel qui permet d'atteindre une gamme de siccité allant de 30 à 45 % et ainsi l'auto-combustibilité de la boue pour une incinération spécifique,
- le séchage poussé jusqu'à des siccités de l'ordre de 60 %, pour la co-incinération des boues avec des ordures ménagères, par exemple. Outre l'effet du séchage sur le pouvoir calorifique, l'intérêt est ici de réduire le volume des boues à son minimum pour diminuer les coûts de transport et de stockage,
- et, enfin, le séchage total à des siccités supérieures à 85 % pour la valorisation par pyrolyse ou gazéification ou pour une stabilisation du produit.

2.1. Les principaux modes de séchage

Le séchage est une opération qui consiste à enlever par vaporisation tout ou partie d'un liquide imprégnant un corps humide. Dans la plupart des applications, le liquide à vaporiser est de l'eau. Lors du séchage, deux processus prennent simultanément place : un processus de transfert de chaleur de l'environnement vers le produit et un processus de transfert de l'eau du produit vers l'extérieur. Les technologies utilisées pour le séchage thermique des boues résiduairees mettent en jeu deux modes de séchage différents.

2.1.1. Le séchage par entraînement

L'eau quitte le produit par un mécanisme de diffusion moléculaire dans la couche limite présente à la surface du produit. Ce mode de séchage est typique du séchage convectif sous air chaud. Lorsqu'un produit humide est placé dans un courant d'air suffisamment chaud et sec, il s'établit spontanément, entre ce corps et l'air, un écart de température et de pression partielle tel que :

Chapitre 2 : Etude bibliographique

- un transfert de chaleur s'effectue de l'air vers le produit sous l'effet de l'écart de température,
- un transfert de matière s'effectue en sens inverse du fait de l'écart de pression partielle, défini comme la différence entre la pression partielle de vapeur d'eau en équilibre avec la surface du produit, $p_{v,surf}$, et la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air, pp_a .

On a ainsi $pp_a < p_{v,surf} < p_t$, où p_t est la pression totale régnant dans l'enceinte de séchage, et la température du produit reste inférieure à la température d'ébullition.

2.1.2. Le séchage par ébullition

Le séchage par ébullition se produit lorsque la température du produit est telle que la pression de vapeur de l'eau, notée p_v , est égale à la pression totale ambiante p_t . La vapeur est émise à la pression totale régnant dans l'enceinte et s'écoule vers l'extérieur sans résistance de diffusion externe. Le séchage est ainsi exclusivement contrôlé par les transferts de chaleur. La plupart des sècheurs conductifs fonctionnent selon le mode du séchage par ébullition.

La température d'ébullition du produit dépend à la fois de la pression totale et de l'activité de l'eau dans le produit, notée a_w et définie comme suit :

$$a_w = \left[\frac{p_v}{p_0} \right]_T \quad \text{Equation 4}$$

Où p_0 correspond à la pression de vapeur saturante à la température d'ébullition T du produit. Ainsi, tant que a_w est égal à 1, l'eau contenue dans le produit se comporte comme de l'eau pure et est dite « libre ». La vapeur émise est alors saturante ($T=100$ °C à 1,013 atm). L'énergie à fournir est égale à la chaleur latente de vaporisation ($\Delta h_{vap} = 2257$ kJ/kg à 1,013 atm). À partir du moment où a_w est inférieure à 1, l'eau est alors dite « liée » et l'énergie nécessaire pour la désorber, Δh_{vap} , augmente. La température d'ébullition augmente et la vapeur émise est surchauffée.

2.2. Les différents types de sècheurs

Un certain nombre de documents décrivant en détail les différentes technologies et méthodes de séchage sont disponibles dans la littérature [1,13-17]. Suivant les technologies, l'apport de chaleur peut se faire:

- par convection. On parlera alors de sècheurs directs ou convectifs,
- ou par conduction via une paroi chauffée par un fluide caloporteur. Pour faire référence à ces procédés, on parlera de sècheurs indirects, de sècheurs conductifs ou encore de sècheurs par contact.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Le **Tableau 3** présente les différentes technologies de séchage (directes et indirectes) qui peuvent être utilisées pour les boues de station d'épuration ainsi qu'un ordre de grandeur de leur consommation énergétique. Le temps de passage du produit dans l'installation est défini par le rapport entre la quantité de boue retenue dans le sécheur et le débit d'alimentation en entrée.

Tableau 3 : Comparaison des différentes technologies de séchage.

Type de sécheur	Apport d'énergie	Temps de passage	Consommation énergétique (kWh.t ⁻¹)
Atomisation	Direct	s	1200 à 1400
Pneumatique	Direct	s	nd
Lits Fluidisés	Direct	min	700 à 1140
Bandes	Direct	h	950 à 1140
Plateaux	Direct ou indirect	h	nd
Tambours	Direct ou indirect	min	900 à 1100
Vis, disques	Indirect	h	855 à 955
Palettes	Indirect	h	800 à 885
Couche mince	Indirect	min	800 à 900
Sources		[1]	[1,15]

Les technologies de séchage direct présentent un certain nombre d'avantages :

- une conception généralement simple,
- peu de pièces en mouvement,
- un temps de passage du produit dans l'installation court,
- peu de sensibilité à une fluctuation de la siccité en entrée du sécheur.

Leurs principaux défauts sont : une consommation d'énergie élevée, un encombrement important et une grande quantité de gaz à traiter en sortie de sécheur.

Les avantages associés aux technologies de séchage indirect sont :

- la faible quantité de gaz à épurer,
- les risques d'auto-inflammation et d'incendie réduits du fait de l'absence d'oxygène,
- le faible encombrement,

- une consommation énergétique plus faible (inférieure à 1000 kWh par tonne d'eau évaporée). En revanche, puisque le produit est séché par l'intermédiaire d'une paroi, ces technologies nécessitent en général l'utilisation de pièces en mouvement pour éviter la formation de couches de boues sèches, et isolantes, à la surface des parois chauffées. Ce sont donc des installations plus difficiles à concevoir, à maîtriser et à maintenir en bon état de fonctionnement.

2.3. Problématique de la phase plastique

Lorsque la boue passe de l'état liquide à l'état solide, elle traverse une phase dite « plastique ». La boue devient collante, difficile à agiter et à transporter. Inévitablement, cette phase pose des problèmes dans les procédés où la boue est en mouvement. Certains sécheurs, comme les sécheurs à disques et les sécheurs à tambours rotatifs, ne sont pas dimensionnés pour traiter cette phase plastique. Une partie du produit séché doit alors être recyclée en tête d'installation, de sorte que la siccité, après mélange avec la boue humide, excède 65%. Parmi les sécheurs par contact avec agitation, seuls les sécheurs à palettes peuvent franchir cette phase sans recyclage de produits séchés.

Selon la norme française AFNOR sur les bonnes pratiques pour le séchage des boues de station d'épuration, cette phase plastique se situe entre 40 et 60 % de siccité [15]. En réalité, du fait de la nature très complexe de ce phénomène et de la diversité des boues résiduelles, les valeurs rapportées dans la littérature scientifique fluctuent considérablement, comme le montre le **Tableau 4**. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'il n'y a pas de méthode standard et normée connue pour identifier la phase plastique au cours du séchage. Bien souvent, les auteurs se basent plus sur des considérations générales et un savoir-faire pour définir les gammes de siccités de cette phase [12,13,18-20].

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Tableau 4 : Caractérisation de la phase plastique, adapté de Peeters (2010) [21].

Auteurs/Source	Type de boues	Siccité de l'état plastique	Méthode
Norme Afnor (2007) [15]	Urbaines	40 à 60 %	Savoir-faire
Satin et al (2010) [12]	Urbaines	45 à 55 %	Savoir-faire
GMF Gouda [18]	Non défini	45 à 60 %	Savoir-faire
Gaz de France (1998) [19]	Non défini	55 à 60 %	Savoir-faire
Chun et al (2002) [22]	Urbaines	55 à 70 %	Savoir-faire
Flaga (2005) [20]	Urbaines	45 à 55 %	Savoir-faire
Ferrasse (2002)[23]	Urbaines	32 à 59 %	Mesure de couple lors du séchage
Kudra(2003) [24]	Non défini	39 à 51 %	Mesure de couple lors du séchage
Chavez (2004) [2]	Urbaines	22 à 76 %	Mesure de couple lors du séchage
Deng et al (2009) [25]	Urbaines	39 à 67 %	Mesure de couple lors du séchage
Deng et al (2009) [26]	Papeterie	40 à 48 %	Mesure de couple lors du séchage
Peeters et al (2010) [21]	Urbaines	25 à 40 %	Forces d'adhésion
Li et al (2012) [27]	Urbaines	40 à 45%	Forces d'adhésion et de cohésion

Depuis plusieurs années, un certain nombre d'auteurs tentent de comprendre et de caractériser cette phase plastique par différentes techniques. Certains auteurs suivent l'évolution du couple mécanique nécessaire pour maintenir une agitation constante lors du séchage de la boue. C'est le cas de Ferrasse [23,28], qui associe l'évolution du couple mécanique à une signature rhéologique. A partir de 32 % de siccité, le couple croît fortement, atteint son maximum à 59%, avant de chuter brutalement lorsque la masse de boue se morcelle. La surface de contact boue/paroi chauffée n'est alors que partiellement recouverte de produit. Kudra [24] propose un pseudo diagramme de phase à deux dimensions (cf. **Figure 2**) représentant le domaine plastique en fonction de la teneur en eau du matériau et de la température. Il suggère que la phase plastique se déplace vers les faibles siccités à basse température et vers les fortes siccités à haute température et propose des chemins à suivre pour minimiser l'effet de la phase plastique. Dans la continuité des travaux de Ferrasse, Chavez a caractérisé le comportement au séchage de cinq boues résiduaire issues de filières de traitement des eaux différentes [2]. Elle a montré que la signature rhéologique était sensiblement identique quelle que soit la filière mais que la gamme de siccité, dans laquelle la phase plastique apparaît, dépend de la boue. Ce résultat est confirmé par Deng et al. [25,26].

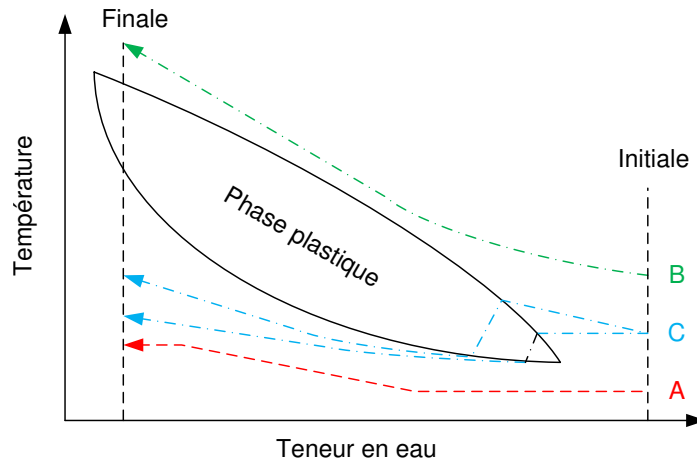


Figure 2 : Représentation de la phase plastique en fonction de la température du produit et de sa teneur en eau. Les chemins A, B et C sont proposés pour minimiser l'effet de la phase plastique [24].

D'autres auteurs ont essayé de caractériser la phase plastique en étudiant les propriétés d'adhésion et de cohésion de la boue. Ainsi Peeters et al. [21] ont mesuré la contrainte qu'il faut appliquer pour déclencher le décrochement et le glissement d'un cylindre de boue sur une surface plane. Le dispositif utilisé et les résultats obtenus, pour deux échantillons prélevés à une semaine d'intervalle, sont illustrés sur la **Figure 3**.

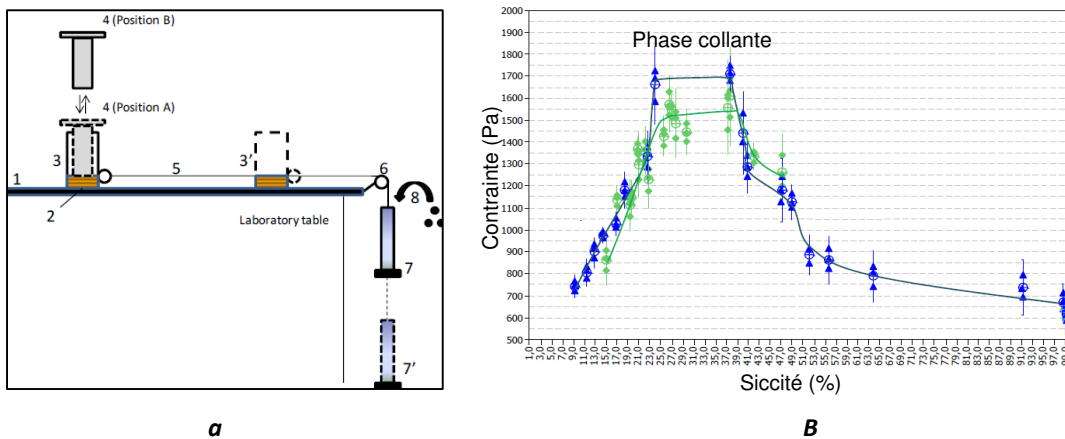


Figure 3 : (a) dispositif utilisé par Peeters pour cartographier la phase plastique et (b) résultats obtenus pour deux boues prélevées à une semaine d'écart [21].

Li et al. [27] étudient l'influence du chaulage sur les propriétés d'adhésion et de cohésion. Pour cela, ils mesurent les propriétés d'adhésion des boues sur une surface plane. La boue est étalée sur une plaque et séchée en étuve jusqu'à obtention de la siccité voulue. Cette plaque est ensuite retournée et raclée à l'aide d'un mobile, sensé simuler un racloir (cf. **Figure 4**). La masse restée collée sur la surface plane est pesée.

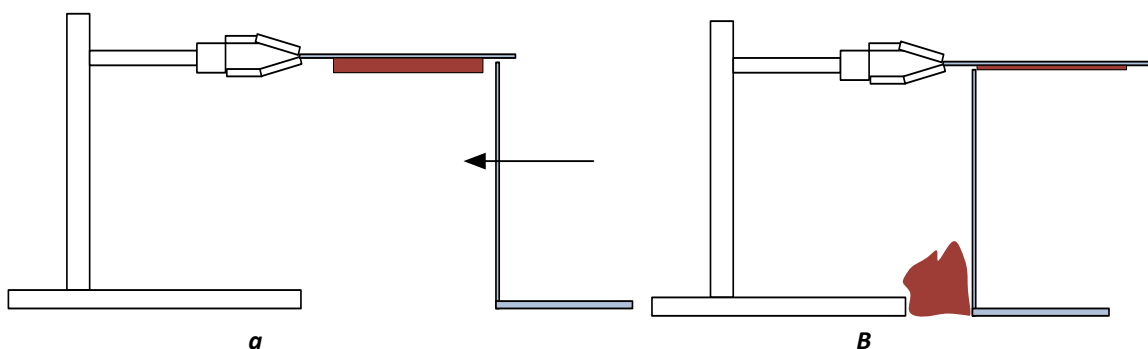


Figure 4 :Dispositif utilisé par Li et al [27] : (a) état initial, (b) état final.

Les auteurs réalisent l'expérience pour différentes siccités et observent dans un premier temps que, dans une gamme comprise entre 20 et 45%, la quantité de boue restant collée augmente au fur et à mesure que de l'eau est retirée du matériau. Un maximum est observé dans une gamme de 40-45% de siccité, où se situe la phase plastique selon les auteurs. Cette quantité diminue ensuite pour des siccités supérieures à 45 %, lorsque la boue devient solide.

L'ensemble de ces études montrent que la phase plastique des boues ne peut pas uniquement être définie par une plage de siccité. En effet, elle dépend également de nombreux autres facteurs propres à chaque type de boue (composition, origine, ...) et aux paramètres opératoires appliqués (température en particulier). De plus, cette phase étant mal définie, les auteurs utilisent différentes techniques et ne mesurent pas les mêmes propriétés (adhésion, cohésion, couple mécanique). Il apparaît donc nécessaire de développer des outils de caractérisation pour parvenir à une meilleure compréhension de cette phase critique.

3. Rhéologies des boues

3.1. Généralités

Si un matériau est soumis à un ensemble de forces, celui-ci est susceptible de se déformer. La rhéologie est la discipline qui étudie l'écoulement et la déformation des corps sous l'effet de contraintes, qui leurs sont imposées [29]. Elle s'adresse à des matériaux aussi divers que les solides élastiques hookéens ou les liquides newtoniens visqueux. En pratique, nombreux sont les produits de notre vie de tous les jours qui se situent entre ces deux extrémités (sauce tomate, dentifrice, mayonnaise, ...). Le comportement de l'ensemble des substances, qu'elles soient liquides, pâteuses ou solides, peut être décrit par la rhéologie. Différentes méthodes et instruments existent pour caractériser la rhéologie d'un matériau. Citons les tests de

compression, de flexion, de pénétration, d'étirement, de cisaillement ou encore de fluage-relaxation. Cette étude se focalise plus particulièrement sur les tests de cisaillement qui peuvent être réalisés en particulier à l'aide de rhéomètres rotatifs.

3.1.1. Définition des grandeurs utilisées en rhéologie

La viscosité caractérise l'aptitude d'un fluide à s'écouler. Elle correspond à la résistance à l'écoulement uniforme d'une matière. La **Figure 5** représente l'écoulement de cisaillement simple d'un fluide cisailé entre deux plaques parallèles et de longueurs infinies. La plaque du dessus se déplace à une vitesse uniforme V_y sous l'action d'une force tangentielle F_y . Le déplacement est communiqué aux couches inférieures du fluide, ce qui entraîne l'apparition d'un gradient de vitesse linéaire selon z .

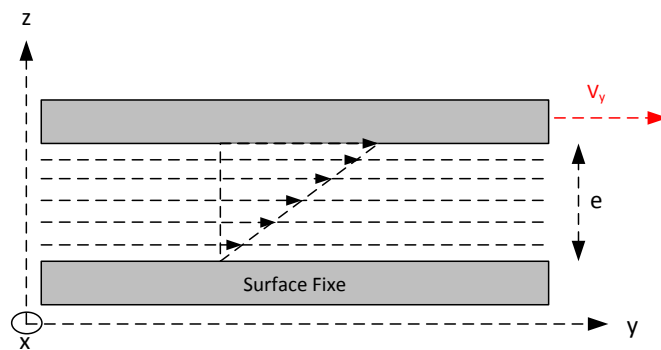


Figure 5 : Profil de vitesse pour un écoulement plan sur plan.

Prenant en compte la force motrice agissant sur un élément de surface ($dA=dx dy$), qui est égale à la force de frottement visqueux, la loi de Newton s'exprime alors comme suit :

$$\frac{dF_y}{dA} = \eta \frac{dV_y}{dz} \quad \text{Equation 5}$$

Le rapport des forces de cisaillement dF_y rapportées à l'unité de surface dA , sur laquelle elles s'exercent, définit la contrainte de cisaillement τ (Pa) :

$$\tau = \frac{dF_y}{dA} \quad \text{Equation 6}$$

Sous l'effet de la force tangentielle F_y , une portion élémentaire de fluide situé à la côte z a parcouru une distance y au bout d'un temps t . A la côte $z + dz$, elle aurait parcouru une distance $y+dy$. La déformation de cisaillement γ est définie comme la variation de la distance parcourue dy en fonction de son éloignement au plan fixe dz .

$$\gamma = \frac{dy}{dz} \quad \text{Equation 7}$$

Par définition, la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ est la variation de la déformation de cisaillement $d\gamma$ en fonction du temps dt , c'est une vitesse de déformation.

$$\dot{\gamma} = \frac{dV_y}{dz} = \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{Equation 8}$$

En reprenant l'Equation 6 et l'Equation 8, l'Equation 5 devient alors :

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad \text{Equation 9}$$

La contrainte est une grandeur dynamique, qui est donc responsable du mouvement, tandis que la déformation et la vitesse de cisaillement sont des grandeurs cinématiques, qui caractérisent géométriquement le mouvement [30]. Le ratio entre la contrainte et la vitesse de cisaillement définit la viscosité dynamique η du matériau :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Equation 10}$$

Cette équation n'est valable que pour les fluides Newtoniens dont la viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ et de la contrainte τ . Si ce n'est pas le cas, les fluides sont alors non-newtoniens et l'Equation 10 définit une viscosité apparente du matériau.

3.2. Rhéogrammes et principaux comportements

Un rhéogramme est un graphique représentant l'évolution de la contrainte ou de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement imposée. Il traduit l'ensemble des propriétés d'écoulement d'un échantillon. La Figure 6 présente les comportements rhéologiques les plus fréquemment rencontrés.

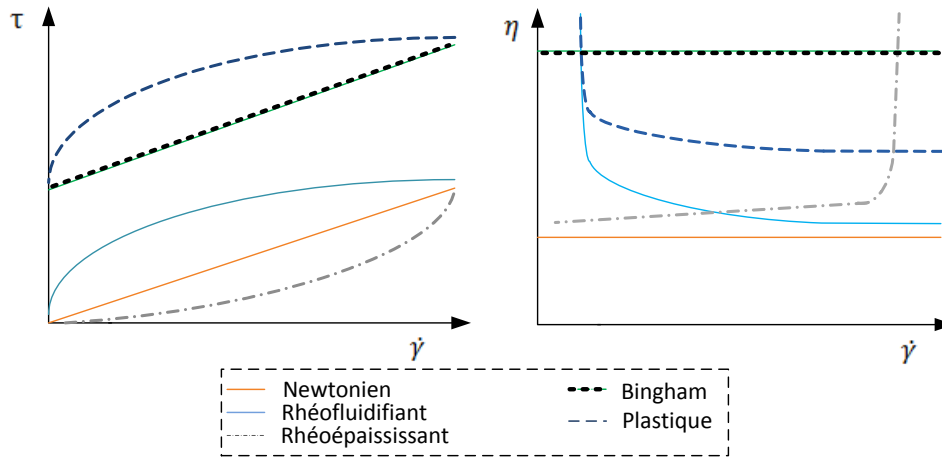


Figure 6 : Principaux comportements rhéologiques.

Dans le cas d'un fluide Newtonien, la contrainte de cisaillement τ évolue linéairement avec la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$. La viscosité η reste constante quel que soit le gradient de cisaillement appliqué et la structure du fluide n'est pas modifiée par l'écoulement. C'est, par exemple, le cas de l'eau ou de la glycérine. Un comportement rhéofluidifiant se traduit par une décroissance de la viscosité η lorsque la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ augmente. Le rhéogramme présente alors une concavité vers le bas. La structure du matériau est modifiée par l'écoulement et sa viscosité apparente η diminue. Ce comportement est le plus fréquemment rencontré. Il concerne, par exemple, les polymères, les ciments ou encore les colles. A l'inverse pour un fluide rhéoépaississant (aussi appelé dilatant), le fluide devient plus « épais » lorsque la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ augmente et sa viscosité apparente η augmente. Le rhéogramme présente une concavité vers le haut. Ce comportement peut s'appliquer à des solutions d'amidon ou encore à du chocolat fondu.

Certains fluides ne s'écoulent qu'au-delà d'une certaine contrainte τ_c : ce sont les fluides à seuil d'écoulement appelés fluides viscoplastiques. En-dessous de cette valeur, le fluide se comporte comme un pseudo-solide. Au-dessus de cette contrainte seuil, ces fluides se comportent comme des fluides rhéofluidifiants ou plastiques (rhéoépaississants). Les fluides plastiques parfaits sont des fluides de Bingham et se comportent comme des fluides Newtoniens lorsque la contrainte minimale d'écoulement est dépassée. Les caractéristiques de certains matériaux peuvent aussi varier en fonction du temps et de l'histoire du cisaillement subi. Ce phénomène s'appelle la thixotropie. Ainsi, un matériau est dit thixotrope si, sous une contrainte τ constante, il est capable de se déstructurer et si, à l'arrêt de cette contrainte, il se restructure lors d'un repos prolongé. À l'inverse, si le matériau n'est pas capable de se restructurer, il est dit anti-thixotrope.

3.3. Modèles de comportements rhéologiques

La loi d'Ostwald de Waele, qui est le modèle le plus simple, permet de décrire le comportement d'un fluide non newtonien sans seuil. Elle correspond à une loi de puissance :

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad \text{Equation 11}$$

où **K** est le coefficient de consistance et **n** l'indice d'écoulement. Le coefficient **K** donne une indication sur la position de la courbe sur le rhéogramme et **n** une indication sur sa forme.

La loi de Herschel-Bulkley permet de représenter le comportement de fluides visqueux mais également de fluides viscoplastiques. Ce modèle prend en compte, en plus du modèle d'Ostwald de Waele, une contrainte seuil d'écoulement τ_c .

$$\tau = \tau_c + K \dot{\gamma}^n \quad \text{Equation 12}$$

Si la contrainte seuil τ_c est égale à zéro, l'Equation 12 devient alors la loi d'Ostwald de Waele. Les principaux comportements sont décrits par ces relations (cf. **Tableau 5**).

Tableau 5 : Contrainte seuil et indice d'écoulement pour les principaux comportements rhéologiques.

Comportement	τ_c	n
Newtonien	0	1
Rhéofluidifiant	0	<1
Rhéopaisissant	0	>1
Bingham	≠0	1
Plastique	≠0	<1

En outre, le modèle de Bingham peut être utilisé pour décrire le comportement d'un fluide plastique parfait et celui de Casson pour décrire le comportement d'un fluide viscoplastique (cf. **Tableau 6**).

Tableau 6 : Modèles de Bingham et de Casson.

	Modèle
Bingham	$\tau = \tau_c + \eta_B \dot{\gamma}$
Casson	$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_c} + \sqrt{\eta_B \dot{\gamma}}$

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Il n'est pas rare non plus qu'un matériau possède une ou deux régions newtoniennes, où la viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement [30]. Dans le cas de fluides rhéofluidifiants, ces régions apparaissent soit à faible, soit à forte vitesse de cisaillement (Figure 7). Dans la première région newtonienne, la viscosité tend vers la viscosité à cisaillement nul, η_0 . Dans la deuxième région, la viscosité tend vers la viscosité à cisaillement infini, η_∞ .

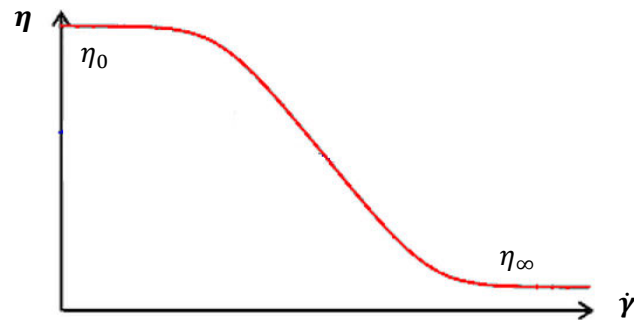


Figure 7 : Rhéogramme dans le cas d'un fluide rhéofluidifiant avec 2 paliers newtoniens.

Il est possible de décrire ce comportement avec les modèles de Sisko, Cross ou de Carreau répertoriés dans le Tableau 7.

Tableau 7 : Modèles permettant de décrire une combinaison de comportement.

	Modèle
Sisko	$\tau = K\dot{\gamma}^n + \eta_\infty\dot{\gamma}$
Cross	$\frac{\eta(\dot{\gamma}) - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^{1-n}}$
Carreau	$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^2\right)^{\frac{1-n}{2}}}$

3.4. La viscoélasticité linéaire

3.4.1. Définition

Le comportement viscoélastique linéaire est intermédiaire entre celui d'un solide élastique idéal et celui d'un liquide visqueux newtonien. La loi de Hooke décrit le modèle du solide élastique par l'établissement d'une relation proportionnelle et réversible entre la contrainte τ appliquée et la déformation γ obtenue :

$$\tau = G\gamma \quad \text{Equation 13}$$

Le module de cisaillement G caractéristique du matériau est aussi appelé module de Coulomb.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Dans le cas d'un liquide, la déformation γ est irréversible. La contrainte τ est proportionnelle à la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ et c'est la loi de Newton décrite précédemment (cf. **Equation 9**) qui caractérise le comportement visqueux.

3.4.2. Mise en évidence et caractérisation de la viscoélasticité linéaire

a) Fluage et relaxation

Afin de mettre en évidence les propriétés viscoélastiques d'un matériau, plusieurs expériences sont possibles. Les expériences de fluage et de relaxation sont certainement les plus simples et les plus courantes. Les expériences de fluage consistent à appliquer une contrainte τ constante et à suivre l'évolution de la déformation γ en fonction du temps. À l'inverse, lors d'expériences de relaxation, une déformation γ constante est appliquée et la contrainte τ est mesurée en fonction du temps.

Pour un matériau viscoélastique, la déformation obtenue lors d'expérience de fluage peut se décomposer en trois déformations comme l'illustre la **Figure 8** :

- une première déformation instantanée à l'instant t_0 ,
- une seconde déformation réversible, qui est fonction du temps et qui est dite retardée,
- une dernière déformation irréversible, qui correspond à l'écoulement du matériau (une droite proportionnel à $1/\eta$).

Lorsque la contrainte est supprimée, une partie de la déformation est récupérée.

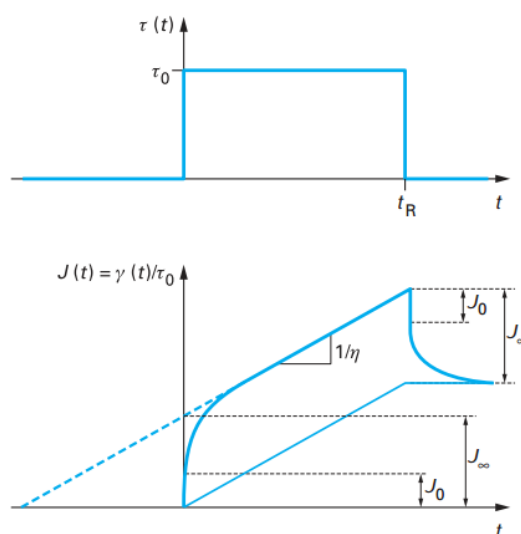


Figure 8 : Réponse typique d'un matériau viscoélastique à un essai de fluage-recouvrance [31].

b) Mesure en dynamique

Les temps de relaxation étant parfois courts, les mesures dynamiques permettent d'étudier les phénomènes viscoélastiques dans le domaine fréquentiel plutôt que dans le domaine temporel [32]. L'intérêt de ce type de mesure, comparé à celui des mesures en fluage et en relaxation, est de pouvoir apporter une analyse plus poussée de la structure du matériau étudié. Le matériau est soumis à une déformation sinusoïdale de pulsation ω et de faible amplitude γ_0 . La contrainte sinusoïdale τ résultante est mesurée. On définit la déformation γ et sa contrainte résultante τ comme suit :

$$\gamma = \gamma_0 \sin \omega t \quad \text{Equation 14}$$

$$\tau = \tau_0 \sin(\omega t + \delta) = \gamma_0(G' \sin \omega t + G'' \cos \omega t) \quad \text{Equation 15}$$

δ correspond à l'angle de déphasage entre la contrainte et la déformation. Certains auteurs préfèrent parler de fréquence f imposée plutôt que de pulsation ω . Elles sont reliées par la relation suivante :

$$\omega = 2\pi f \quad \text{Equation 16}$$

Comme le montre l'Equation 15, la contrainte peut s'écrire en fonction de deux grandeurs fondamentales : le module de conservation G' , qui correspond à la propriété élastique du matériau, et le module visqueux G'' , qui correspond, lui, à la propriété visqueuse du matériau. L'angle de déphasage δ , également appelé angle de perte, s'écrit :

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad \text{Equation 17}$$

Le module dynamique complexe G^* prend en compte à la fois le module de conservation G' et le module visqueux G'' et s'exprime ainsi :

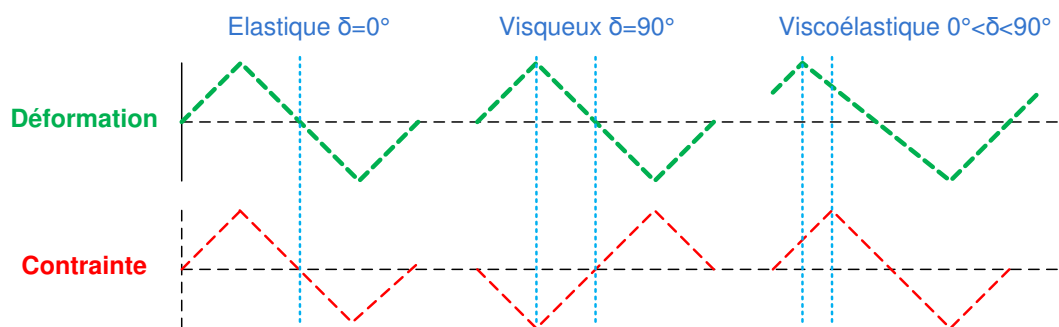
$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad \text{Equation 18}$$

Il est également possible de déterminer une viscosité dynamique complexe η^* qui n'est autre que le ratio entre la valeur absolue du module complexe G^* et la pulsation ω .

$$\eta^* = \frac{|G^*|}{\omega} \quad \text{Equation 19}$$

La Figure 9 représente les différentes réponses possibles de la contrainte et la déformation pour une sollicitation de type dynamique. Un angle de déphasage entre la contrainte et la déformation proche de 0 degré indique que le matériau a un comportement s'apparentant à un solide élastique de Hooke, tandis qu'un angle proche de 90 degrés signifie que le comportement du

matériau s'apparente à celui d'un liquide visqueux. Pour un matériau viscoélastique, l'angle est donc compris entre 0 et 90 degrés.



3.5. Rhéologie des boues de station d'épuration

3.5.1. Caractéristiques générales

Plusieurs revues bibliographiques sur la rhéologie des boues résiduaire sont disponibles dans la littérature [33-35], en complément de nombreux travaux expérimentaux. La majorité de ces travaux caractérisent les propriétés rhéologiques de boues aérées, digérées ou encore provenant de bioréacteurs à membranes. Ces études ont démontré que le comportement rhéologique d'une boue de station d'épuration est plastique [33,36-41], avec une contrainte seuil d'écoulement [42-47] et un caractère thixotrope [30,33,48,49]. C'est également un matériau qui peut présenter des propriétés viscoélastiques aux faibles contraintes de cisaillement [50-52]. La plupart des publications cherchent à identifier le lien entre les propriétés rhéologiques de la boue et le procédé de traitement.

Dans la suite de ce paragraphe, sont abordées successivement les mesures réalisées en régime permanent puis les mesures en dynamique. L'accent est ensuite mis sur l'influence de la siccité.

3.5.2. Rhéologie en régime permanent (écoulement)

Les mesures en régime permanent sont les plus utilisées pour caractériser rhéologiquement une boue de station d'épuration. En effet, ces mesures, qui semblent relativement simples à réaliser, permettent d'obtenir directement les rhéogrammes et d'en déduire les propriétés d'écoulement du matériau. Après ajustement à une loi de comportement, il est ensuite possible de déterminer des paramètres caractéristiques du matériau tels que la contrainte seuil d'écoulement, l'indice de consistance, l'indice d'écoulement ou la viscosité de Bingham.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Le **Tableau 8** présente les modèles les plus utilisés dans la littérature pour décrire le comportement rhéologique de boues résiduaire urbaines. Lorsque les boues sont liquides, la plupart des auteurs utilisent la teneur en matières en suspension (MES), exprimée en gramme par litre de boues, plutôt que la siccité. La teneur en MES caractérise la fraction non dissoute séparée de l'eau interstitielle par filtration ou par centrifugation avant d'être étuvée à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse. La notion de siccité inclut non seulement les MES mais également la fraction dissoute de la matière organique et les sels minéraux contenus dans l'eau interstitielle. Néanmoins, les valeurs de MES et de siccité sont généralement peu différentes et la fraction dissoute peut finalement être considérée comme négligeable [53]. Les modèles utilisés pour les boues résiduaire peuvent être classés en deux catégories : les modèles sans seuil d'écoulement, avec principalement le modèle d'Ostwald de Waele, et les modèles prenant en compte une contrainte seuil d'écoulement, comme, par exemple, les modèles d'Herschel-Bulkley, de Bingham et de Casson.

Pour des boues très diluées ($<50 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$), le comportement rhéologique des boues est décrit par certains auteurs par le simple modèle d'Ostwald de Waele [38,54,55]. En effet, la boue étant très diluée, elle peut avoir un aspect très fluide. La contrainte seuil d'écoulement est alors très faible voire négligeable, comme le montrent quelques auteurs [37,56,57], qui utilisent à la fois des modèles avec et sans seuil d'écoulement. Pour des boues plus concentrées ($>50 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$), la contrainte seuil d'écoulement ne peut, en général, plus être négligée. Très peu d'auteurs continuent à utiliser le modèle de Ostwald de Waele [49,58]. Pour le reste, ce sont donc les modèles à contrainte seuil qui sont les plus utilisés.

Au vu de ces résultats, une divergence ressort clairement sur l'utilisation des lois de comportement rhéologique. Certains auteurs expliquent qu'il est très difficile de comparer les différents résultats observés dans la littérature puisque les mesures réalisées dépendent généralement des protocoles et des géométries utilisées pour les mesures. Ainsi, Seyssiecq et al. [33] mettent en avant la nécessité de développer des protocoles standardisés pour la mesure. D'autres proposent de standardiser les protocoles de préparation des échantillons, avant la mesure. Par exemple, Baudez [59] propose de pré-cisailler à une vitesse de référence les échantillons pour ainsi « effacer » le passé de la boue et obtenir des résultats reproductibles et indépendants de la mise en place des échantillons dans le rhéomètre.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Tableau 8 : Equations pouvant caractériser les comportements rhéologiques en écoulement.

Modèles	2,5 % _{MS} ≤25 g _{MES} /L	5 % _{MS} ≤50 g _{MES} /L	10 % _{MS} ≤100 g _{MES} /L	10 % _{MS} ≥100 g _{MES} /L
Ostwald de Waele	Moeller et al (1997) [38]	Lotito et al (1997) [37]		Behn(1962) [58]
	Tixier et al (2003) [54]	Ho et al (2009) [55]		Battistoni et al (1991) [49]
	Pevere et al (2006) [56]			
	Pollice et al (2007) [57]			
Herschel-Bulkley	Bhattacharya (1981) [43]	Monteiro et al (1997) [61]	Slatter et al (1997) [39]	Baudez et al (2004) [64]
	Khongnakorn et al (2010) [60]	Mori et al (2008) [62]	Mori et al (2006) [44]	
		Baudez et al (2011) [45]	Dong et al (2011)* [63]	
Bingham	Tixier et al (2003) [54]	Lotito et al (1997) [37]	Forster (2002) [69]	Mu et al (2006) [70]
	Pevere et al (2006) [56]	Monteiro et al (1997) [61]	Dong et al (2011)* [63]	Battistoni et al (1991) [49]
	Dick et al (1967) [42]	Ho et al (2009) [55]		Battistoni et al (1997) [71]
	Dollet (2000) [65]	Abu-Jdayil et al (2010) [67]		
	Pollice et al (2007) [57]	Pham et al (2010) [68]		
	Mikkelsen (2001) [66]	Baudez et al (2011) [45]		
	Gibaud et al (2004) [46]			
Casson	Pever et al (2007) [72]	Ho et al (2009) [55]	Wang et al (2012) [73]	
		Pham et al (2010) [68]		
Sisko	Sutapa (1996) [74]			

3.5.3. Rhéologie en régime dynamique (oscillatoire)

Peu d'études en régime oscillatoire ont été dénombrées. D'après Eshtiaghi et al. [35], il n'existe actuellement pas de corrélation pertinente qui permette de relier les mesures réalisées en régime dynamique aux mesures en écoulement pour une boue de station d'épuration. Néanmoins, plusieurs auteurs utilisent ce type de mesure pour tenter de déterminer la contrainte seuil d'écoulement d'échantillons de boue [41,75,76]. En étudiant la floculation, Wang et al. [76] ont ainsi observé une évolution similaire de la contrainte seuil d'écoulement mesurée en régime permanent et de la contrainte marquant la fin du domaine de viscoélasticité linéaire avec l'augmentation de la dose de floculant. L'influence de la coagulation ou de la floculation sur les caractéristiques viscoélastiques de boues de station d'épuration est assez fréquemment caractérisée [41,50,75,77,78]. Ces mesures sont en général complétées par d'autres caractérisations, comme par exemple le temps de succion capillaire. L'ensemble des observations réalisées par les différents auteurs convergent vers le fait que l'addition de polymères ou de coagulants entraîne la formation d'une structure plus rigide. La formation de floccs et leur agglomération entraîne une augmentation des modules complexes G' et G'' [50].

Chapitre 2 : Etude bibliographique

L'influence de la température sur les caractéristiques viscoélastiques d'une boue aérée et digérée a été étudiée par Baudez et al. [79]. Dans la gamme de concentration étudiée (42 à 45g.L⁻¹), les modules viscoélastiques diminuent quand la température augmente. L'évolution suit une loi de type Arrhenius pour les deux types de boues étudiées. Les auteurs observent des similitudes avec le comportement viscoélastique des émulsions et des gels.

L'influence de la déshydratation mécanique par filtration ou centrifugation sur les caractéristiques viscoélastiques est plus rarement étudiée [77,80]. Léonard réalise un balayage en fréquence pour étudier les propriétés viscoélastiques de gâteaux de filtration de deux boues floculées dont la siccité varie de 14 à 21% [80]. Pour les deux boues, les modules viscoélastiques G' et G'' sont reliés à la siccité des gâteaux par une loi puissance. Des résultats similaires sont obtenus par Agoda-Tandjawa et al. pour des boues, avec ou sans floculant, déshydratées par centrifugation [77]. Dans une autre référence, Léonard et al. [81] s'intéressent à l'influence de la concentration en matières organiques de différents types de boues (urbaines et industrielles) sur les propriétés viscoplastiques et sur la vitesse de séchage dans un sécheur convectif. Alors que la vitesse de séchage est corrélée à la concentration en matières organiques, aucun lien n'a pu être établi avec les propriétés viscoplastiques, qui sont sensiblement identiques pour les cinq boues étudiées.

3.5.4. Influence de la concentration en solides

L'influence de la concentration en matières solides sur les propriétés rhéologiques des boues a été étudiée dans de nombreux travaux. Tous les auteurs s'accordent sur l'augmentation des propriétés rhéologiques avec la concentration en MES ou la siccité. L'accroissement du réseau tridimensionnel se traduit par une augmentation de la contrainte seuil d'écoulement et de la rhéofluidifiante de la boue [30,44]. Le **Tableau 9** récapitule les tendances observées dans la littérature pour des mesures réalisées en écoulement et en oscillation.

Aux faibles concentrations (≤ 50 g_{MES}/L), une évolution exponentielle des propriétés rhéologiques avec la siccité est plébiscitée. Par contre, pour des concentrations en matières solides supérieures à 50 g_{MES}/L, la communauté scientifique est plus partagée et hésite entre une loi exponentielle et une loi puissance. On note également que le nombre d'études portant sur des boues concentrées à plus de 100 g_{MES}/L est particulièrement faible, traduisant la difficulté à mettre en œuvre des mesures rhéologiques avec des outils conventionnels.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Tableau 9 : Evolution des paramètres rhéologiques en fonction de la concentration en matières solides.

Concentration MES ou en % de MS	$\leq 25 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$ $\approx 2,5 \% \text{MS}$	$\leq 50 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$ $\approx 5 \% \text{MS}$	$\leq 100 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$ $\approx 10 \% \text{MS}$	$\geq 100 \text{ g}_{\text{MES}}/\text{L}$ $\approx 10 \% \text{MS}$
Evolution exponentielle	Dick et al (1967) [42]	Ho et al (2009)[55]	Mori et al (2006) [44]	Baudez et al (2004) [64]
	Bhattacharya (1981) [43]	Abu-Jdayil et al (2010) [67]	Wang et al (2012) [73]	Mu et al (2006) [70]
	Mikkelsen et al (2002) [82]	Devesvre (2010) [84]		Pevere et al (2009) [47]
	Sanin (2002) [83]	Pham et al (2010) [68]		
	Tixier et al (2003) [54]	Baudez et al (2011) [45]		
	Guibaud et al (2004) [46]	Li et al (2012)[85]		
	Khongnakorn et al (2010) [60]			
Evolution puissance	Grant Allent et al (1990) [86]	Baudez et al (2011) [45]	Forster (2002) [69]	Behn (1962) [58]
			Dong et al (2011)* [63]	Léonard (2002)* [87]
				Mu et al (2006) [70]
				Agoda-Tandjawaet al (2013)* [77]
Evolution puissance/ exponentielle	Pollice et al (2007) [57]	Forster (2002) [69]	Li et al (2012) [85]	Battistoni (1991) [49]

*Mesures réalisées en oscillation

4. La distribution des temps de séjour

4.1. Définition et principe

Très largement utilisé aujourd'hui dans le génie chimique, le concept de la distribution des temps de séjour (DTS) a été défini et introduit par Danckwerts en 1953 [88], pour décrire de manière quantitative le comportement d'un système en écoulement, mettre en évidence la présence de défauts géométriques dans les mélangeurs et/ou réacteurs et modéliser la non-idéalité des écoulements [88]. Le principe de la DTS est de caractériser l'hydrodynamique d'un système en traçant la totalité ou une partie du flux entrant dans le système. La distribution des temps de séjour dépend à la fois des propriétés d'écoulement du matériau en écoulement (concentration, viscosité, ...) et du procédé utilisé (caractéristiques géométriques, conditions opératoires...) [89].

4.2. Paramètres caractérisant la distribution des temps de séjour

4.2.1. Fonction de la distribution des temps de séjour

Le temps de séjour d'un élément composant une fraction de fluide dans un système est défini comme le temps entre son entrée dans ce système et sa sortie. La distribution des temps de séjour de tous les éléments composant la fraction de fluide en fonction du temps est appelée fonction de distribution des temps de séjour, **E(t)**. Elle est définie par l'**Equation 20** :

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad \text{Equation 20}$$

Les conditions de normalisation permettent de déduire l'**equation 21** :

$$\int_0^{\infty} E(t)dt = 1 \quad \text{Equation 21}$$

Il est aussi possible de représenter la fonction **E(t)** en utilisant la fonction cumulée des temps de séjour, **F(t)** :

$$F(t) = \int_0^t E(t)dt \quad \text{Equation 22}$$

4.2.2. Moments de la distribution des temps de séjour

À partir de la fonction **E(t)**, il est possible de déterminer plusieurs paramètres caractéristiques de la distribution des temps de séjour tel que le moment d'ordre **n** défini par l'**Equation 23** :

$$\mu_n = \int_0^{\infty} t^n E(t)dt \quad \text{Equation 23}$$

Le temps de séjour moyen **t_s**, correspond au moment d'ordre n=1. Il représente la moyenne statistique de la fonction **E(t)** et donc une moyenne du temps passé par les particules au sein du procédé étudié. Il s'écrit donc :

$$t_s = \mu_1 = \int_0^{\infty} tE(t)dt \quad \text{Equation 24}$$

La variance **σ²**, définie par l'**Equation 25**, correspond au moment centré d'ordre n=2 et décrit l'étalement de la courbe de la fonction **E(t)**. Elle traduit donc la dispersion des particules au sein du procédé étudié.

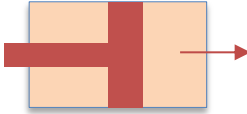
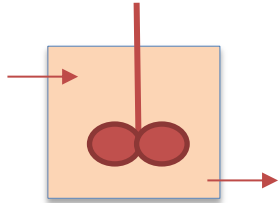
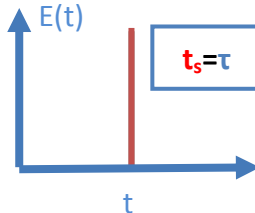
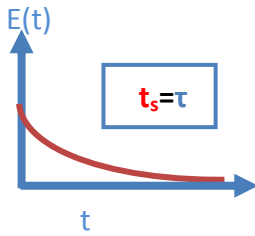
$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_s)^2 E(t)dt \quad \text{Equation 25}$$

Chapitre 2 : Etude bibliographique

4.2.3. Ecoulements idéaux

Les deux réacteurs de référence (cf. **Tableau 10**) sont le réacteur piston (RP) et le réacteur continu parfaitement agité (RCPA).

Tableau 10 : Représentation d'un réacteur piston (RP) et d'un réacteur continu parfaitement agité (RCPA).

	Réacteur piston	Réacteur continu parfaitement agité
Symbole		
Fonction distribution des temps de séjour E(t)	$E(t) = \delta(t - \tau)$	$E(t) = \frac{1}{\tau} e^{-\frac{t}{\tau}}$
Représentation graphique		

L'écoulement dans un réacteur piston correspond à un retard pur. Le signal de distribution des temps de séjour détecté en sortie est exactement le même que le signal d'entrée. Il est seulement retardé du temps correspondant au temps de passage dans l'installation. Si l'injection du traceur est de type impulsionnel, alors toutes les molécules composant le traceur auront le même temps de séjour. Dans ce type de réacteur, la concentration est uniforme sur une section de réacteur, mais varie longitudinalement, entre l'entrée et la sortie. Dans un réacteur parfaitement mélangé, la concentration est uniforme dans tout le réacteur et est égale à la concentration de sortie. Le traceur injecté à un instant t est immédiatement parfaitement mélangé avec le fluide présent dans le réacteur et ressort avec une concentration moyenne qui s'atténue progressivement avec le temps. Le temps de séjour moyen du traceur correspond alors au temps de passage théorique dans le réacteur.

Dans la réalité, il est presque impossible d'obtenir un écoulement idéal. La variance centrée, que l'on notera VarC dans la suite de ce document et qui est définie comme le ratio entre la variance σ^2 et le carré du temps de séjour moyen t_s , donne une indication sur l'écart à l'écoulement de type piston ($\text{VarC}=0$) ou à l'écoulement à travers un réacteur parfaitement agité ($\text{VarC}=1$).

$$VarC = \frac{\sigma^2}{t_s^2}$$

Equation 26

4.3. Caractérisation expérimentale d'une distribution des temps de séjour

La mise en place d'une mesure de distribution des temps de séjour dans un procédé passe par les trois étapes suivantes : le choix du traceur à utiliser, la mise en place de la méthode de détection et de mesure de ce traceur et enfin la détermination de la méthode d'injection du traceur. Les qualités d'un bon traceur doivent être les suivantes [90]: il doit être inerte, pouvoir se mélanger aisément avec le produit, avoir des propriétés physiques similaires, être détectable avec précision et, enfin, il ne doit pas pouvoir s'adsorber sur les parois du procédé.

4.3.1. Méthodes d'injection du traceur

L'influence de la méthode d'injection du traceur et de sa concentration sur la distribution des temps de séjour du procédé est à étudier en priorité afin de s'assurer que l'injection ne perturbe pas le système et donc n'influence pas le résultat [91]. Il existe deux types d'injection :

- **l'injection impulsion**, qui consiste à introduire le traceur en un temps très court de façon à s'approcher de la fonction de Dirac. On recommande que le temps d'injection soit inférieur à un pourcent du temps de passage théorique dans le procédé étudié. C'est le mode d'injection le plus courant puisqu'il permet de n'utiliser que très peu de traceur,
- **l'injection échelon**, qui consiste à passer brusquement d'une concentration en traceur nulle à une concentration C_0 (on parle alors d'un échelon positif) ou d'une concentration en traceur C_0 à une concentration nulle (on parle alors d'un échelon négatif). Cette méthode est nécessaire lorsque l'injection impulsionnelle ne peut se faire car le temps de séjour dans le procédé est trop faible pour que le temps d'injection du traceur soit négligeable [92]. Cette méthode est néanmoins peu utilisée car elle nécessite a priori une grande quantité de traceur.

4.3.2. Méthode de traçage et de détection

Il existe plusieurs méthodes de traçage et de détection. Le type de traçage choisi doit être fait en fonction de contraintes liées à la nature du produit à tracer et au procédé utilisé. **Le traçage par coloration** consiste à absorber un colorant (permanganate de potassium, bleu de méthylène, érythrosine, iode, ...) sur le produit étudié. La détection peut s'effectuer de deux manières :

- à l'aide d'une caméra ou d'un appareil photo équipé d'un dispositif d'analyse d'image [93-97] ou à l'aide d'une photodiode dans le cas de colorants phosphorescents [98-100],

Chapitre 2 : Etude bibliographique

- après traitement des échantillons solides et analyse par colorimétrie [92,101-104], par spectrophotométrie [91,105-115] ou encore par comptage manuel [116-120].

Le traçage chimique consiste à utiliser des éléments qui ne sont généralement pas ou peu présents dans le produit à traiter (Li, Cu, Ni, Mn, ...). S'il existe quelques techniques permettant de réaliser des mesures en ligne comme la spectroscopie Raman ou infrarouge, bien souvent le traçage se fait hors ligne. Les échantillons sont en général traités puis analysés par absorption atomique, spectrophotométrie, dosage, ... [121-128]. La détection de très faibles concentrations de traceur est généralement assez facile. En revanche, la préparation des échantillons peut être longue et coûteuse. **Le traçage par suivi d'un électrolyte** consiste à utiliser un électrolyte minéral (KCl, NaCl, ...) dissous ou absorbé dans une partie du produit à marquer. La mesure peut être faite en ligne mais doit être réalisée à température contrôlée pour que la conductivité soit proportionnelle à la concentration dans l'échantillon [129-133]. L'intérêt de ce type de mesure est que le coût du traceur est généralement faible et que la méthode est relativement simple à appliquer. **Le traçage radioactif** consiste à irradier le produit à tracer par un élément radioactif (ex : $K^{198}\text{Au}(\text{Cn})_2$) et à mesurer l'intensité en ligne de son rayonnement en fonction du temps à l'aide de compteurs à scintillation [134,135]. L'avantage de cette technique est qu'il est possible d'utiliser comme traceur un des éléments naturellement présents dans le produit à étudier. Néanmoins, il est obligatoire d'avoir une homologation pour mettre cette méthode en œuvre et il faut suivre des règles de sécurité très strictes. Cette méthode est donc difficilement applicable. Enfin, **le traçage par perturbation** est une méthode, qui consiste à imposer un changement de débit au procédé initialement en régime permanent puis à observer au bout de combien de temps le procédé revient en régime permanent [136].

4.3.3. Dysfonctionnements possibles

Lorsque la caractérisation de l'écoulement est faite, le temps de séjour est comparé au temps de passage théorique dans le procédé. Ce temps correspond au volume utile du procédé, V_{util} , divisé par le débit volumique Q_v de produit entrant.

$$\tau = \frac{V_{util}}{Q_v} \quad \text{Equation 27}$$

Si le temps de séjour moyen n'est pas égal au temps de passage théorique du fluide dans le procédé étudié, des non-idéalités existent dans le réacteur :

- si $t_s > \tau$, on observe un phénomène de court-circuit. Le volume du réacteur étant la borne supérieure du volume accessible, t_s ne peut être supérieur à τ que si une fraction du débit est ressortie si vite qu'elle a échappé à l'enregistrement,
- si $t_s < \tau$, l'installation présente des volumes stagnants ou morts. En effet, l'inégalité traduit que le volume accessible au traceur est plus faible que le volume du réacteur.

4.4. Application du concept de DTS au séchage des boues résiduaire

Seuls les travaux de Tazaki et al. ont été identifiés dans la littérature [128]. L'hydrodynamique d'un sécheur industriel indirect à palettes, composé de quatre arbres rotatifs, a été caractérisée par injection Dirac de deux traceurs chimiques, le chlorure de manganèse ($MnCl_2$) et le chlorure de nickel ($NiCl_2$). Un spectromètre de masse à torche plasma (ICP) est utilisé pour la détection. L'écoulement dans le sécheur ne s'apparente pas à un simple écoulement de type piston, comme l'illustre la distribution des temps de séjour présentée sur la **Figure 10**. Des phénomènes de rétro-mélange sont mentionnés, en particulier au milieu du sécheur où la boue est dans sa phase plastique. Bien qu'intéressant, ce travail est critiquable. Les courbes de distribution des temps de séjour obtenues sont incomplètes. La queue de la courbe de concentration-temps n'étant pas décrite, les temps de séjour moyens calculés sont donc largement sous-estimés. Le protocole analytique proposé, qui nécessite une calcination suivi d'une minéralisation et le dosage d'un petit échantillon par ICP, est long et la reproductibilité et l'exactitude de la méthode ne sont pas discutées.

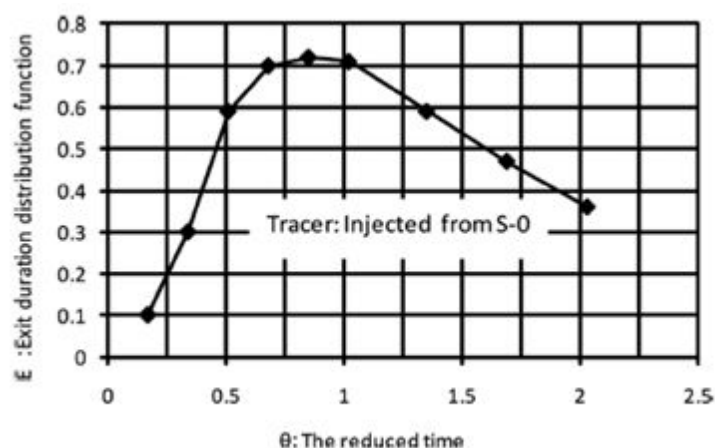


Figure 10 : Fonction distribution des temps de séjour $E(t)$ obtenue par Tazaki et al. dans un sécheur continu par contact avec agitation [128].

4.5. Application à des technologies similaires à un sécheur à palettes

Dans cette section, nous nous intéressons à la caractérisation de l'écoulement de solides divisés ou de produits visqueux dans des procédés rotatifs. L'état de l'art de Gao et al. est une base

Chapitre 2 : Etude bibliographique

intéressante pour aborder cette question [137]. Nous nous focalisons plus particulièrement sur deux grandes familles de technologies « rotatives » :

- les technologies comportant une vis ou un mobile d'agitation, telles que les extrudeuses, les mélangeurs continus ou les convoyeurs. Ce type de technologie traite des produits très visqueux ou solides. Le déplacement et le mélange s'effectuent par la rotation d'un ou plusieurs arbres,
- les technologies à tambours rotatifs où l'écoulement se fait principalement par gravité.

Pour comparer les DTS, quels que soient les paramètres opératoires étudiés ou le type de procédé utilisé, les fonctions $E(t)$ et $F(t)$ ont été exprimées de façon adimensionnelle à partir du temps de séjour moyen selon :

$$\theta = \frac{t}{t_s} \quad \text{Equation 28}$$

$$E(\theta) = t_s * E(t) \quad \text{Equation 29}$$

$$F(\theta) = F(t) \quad \text{Equation 30}$$

Ainsi, $E(\theta)$ et $F(\theta)$ représentent respectivement la fonction distribution et la fonction cumulée en temps adimensionnalisés.

4.5.1. Application aux technologies à vis

a) Les extrudeuses

Les technologies d'extrusion mono-vis et bi-vis permettent de mettre en forme les produits, en poussant et en convoyant une matière à travers un orifice à l'aide d'une ou plusieurs vis. On trouve successivement une zone d'alimentation ou de convoyage solide, une zone de fusion ou de plastification et une zone de pompage et de mise en forme. La

Figure 11 présente les résultats de DTS obtenus dans une extrudeuse mono-vis par Seker sur de l'amidon de maïs [103]. L'augmentation de la vitesse de rotation de la vis induit une augmentation de la variance centrée et donc une modification de l'écoulement, qui tend vers celui d'un RCPA.

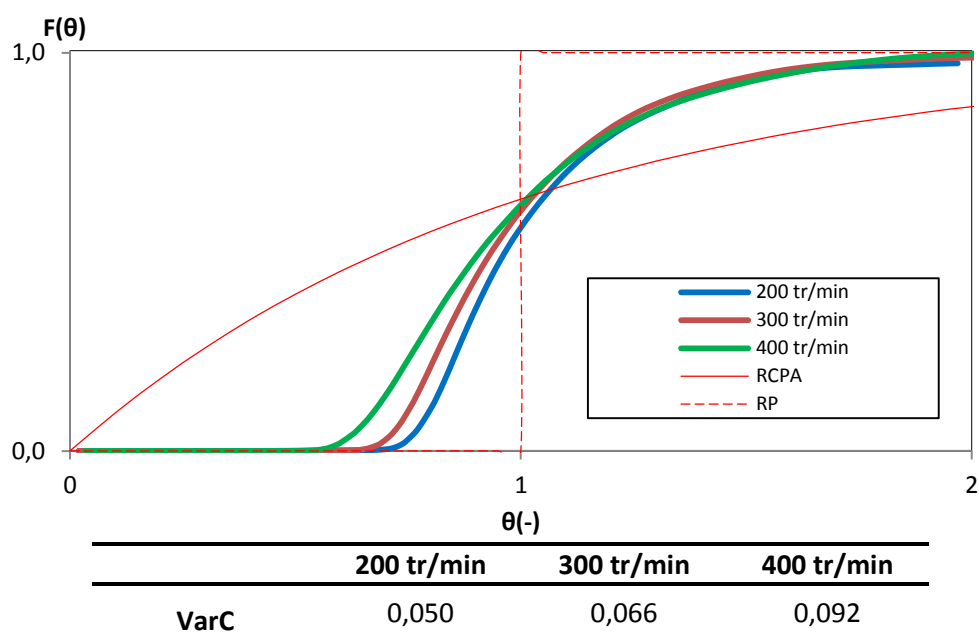
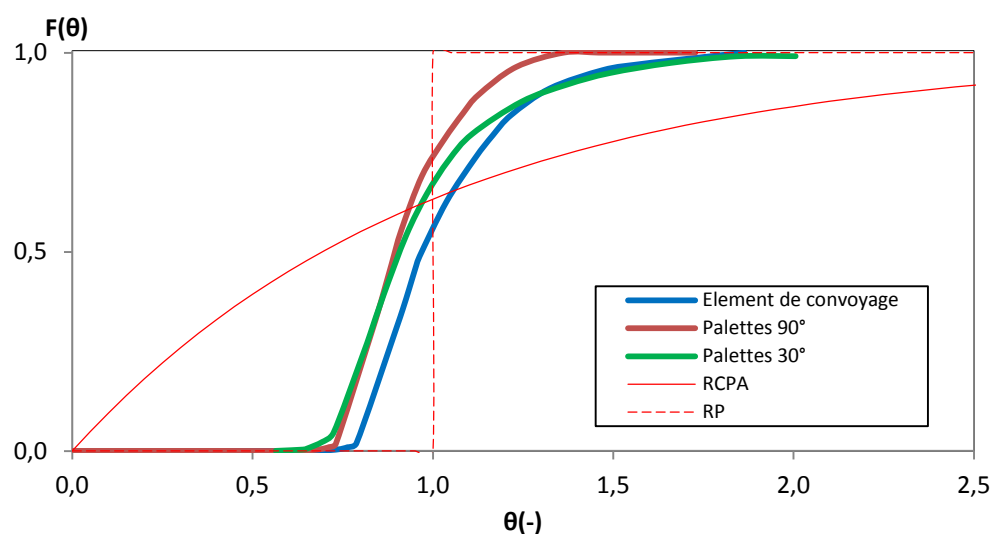


Figure 11 : Fonction adimensionnelle de DTS cumulée, $F(\theta)$, dans une extrudeuse mono-vis pour différentes vitesses de rotation de la vis [103].

De nombreuses études se focalisent sur l'influence du profil de vis sur la distribution des temps de séjour dans les extrudeuses bi-vis [98,138,139]. L'ajout d'éléments de convoyage sur les vis, comme on peut le voir sur la

Figure 12 tirée des travaux de Zuilichem et al. [139] sur des sirops de glucose, permet de réduire le temps de séjour et de se rapprocher d'un écoulement de type piston. Au contraire la présence de palettes introduit de la dispersion et, plus l'angle d'inclinaison par rapport à l'horizontale est faible, plus la variance centrée et le mélange axial sont élevés. L'écoulement tend alors vers celui observé dans un RCPA.



	Eléments de convoyage	Palettes 90°	Palettes 30°
VarC	0,016	0,030	0,058

Figure 12 : Fonction adimensionnelle de DTS cumulée, $F(\theta)$, dans une extrudeuse bi-vis pour différents profils de vis [139].

b) Les mélangeurs continus

Ce type de procédé est généralement utilisé pour le mélange de poudres dans différents secteurs d'activité comme la pharmaceutique, l'agro-alimentaire ou le génie civil. L'enjeu est l'homogénéité du mélange à la sortie du mélangeur, à une échelle qui dépend de l'application visée (la taille d'un comprimé pharmaceutique, par exemple). Le design du mobile de mélange conditionne la qualité du mélange. Dans les travaux de Marikh et al. [97] sur le mélange de grains de couscous et de grains de semoule, le mobile d'agitation est composé de palettes inclinées pour le brassage du produit et une vis de transport, intégrée au mobile, transporte le produit de l'entrée vers la sortie du mélangeur (cf. **Figure 13**).

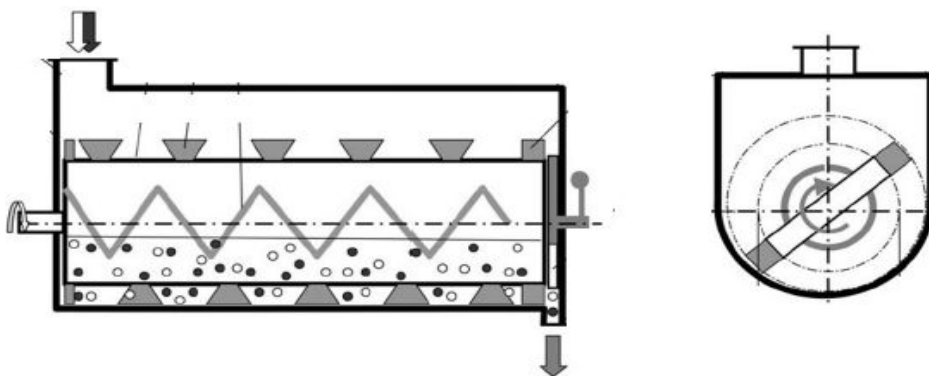
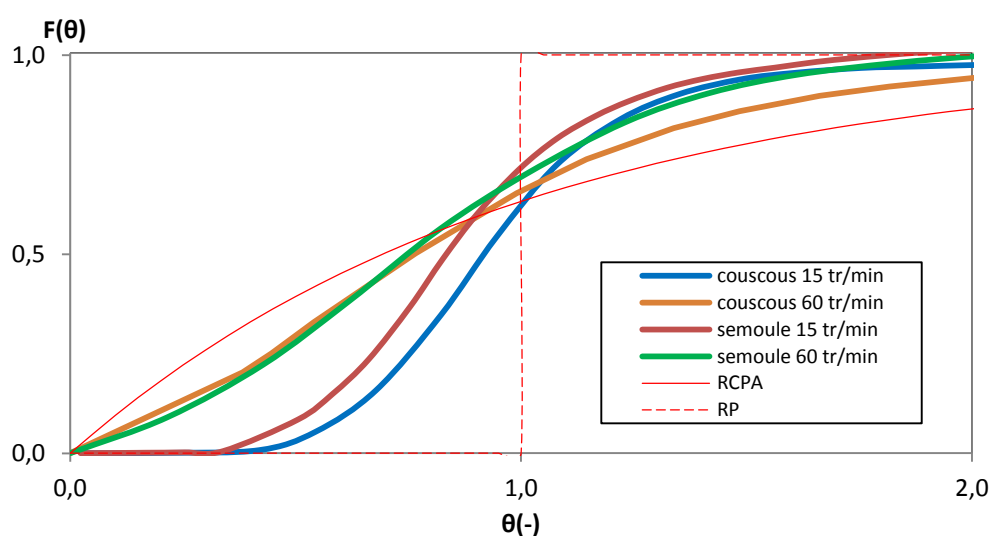


Figure 13: Schéma d'un mélangeur continu utilisé pour le mélange de grains de couscous et de grains de semoule par Marikh et al. [97].

La **Figure 14** présente les distributions des temps de séjour obtenus pour l'écoulement de grains de couscous et de semoule étudiés séparément. Une augmentation de la vitesse de rotation induit une augmentation significative de la variance centrée et donc le déplacement de l'écoulement vers un écoulement de type parfaitement agité. Les caractéristiques du produit à mélanger ne sont pas à négliger : les auteurs démontrent que les grains de semoule, qui ont une taille 4 fois inférieure à celle des grains de couscous, ont un écoulement toujours plus proche d'un réacteur piston avec des variances centrées plus faibles.



	15 tr/min	60 tr/min
VarC		
Couscous	0,09	0,29
Semoule	0,14	0,41

Figure 14 : Fonction adimensionnelle de DTS cumulée, $F(\theta)$, dans un mélangeur continu pour des grains de couscous et de semoule et pour deux vitesses d'agitation [97].

c) Les convoyeurs à vis

Ce type de procédé trouve de nombreuses applications dans le domaine de l'agro-alimentaire, de la pharmacie, du traitement des eaux et du génie civil. Une vis sans fin (dit en queue de cochon) transporte les matériaux introduits à l'entrée du procédé vers la sortie (cf. **Figure 15**). Très maniable et polyvalent, ce type d'appareillage peut être adapté pour le séchage de différents types de produits granulaires humides, fibreux, collants et secs.

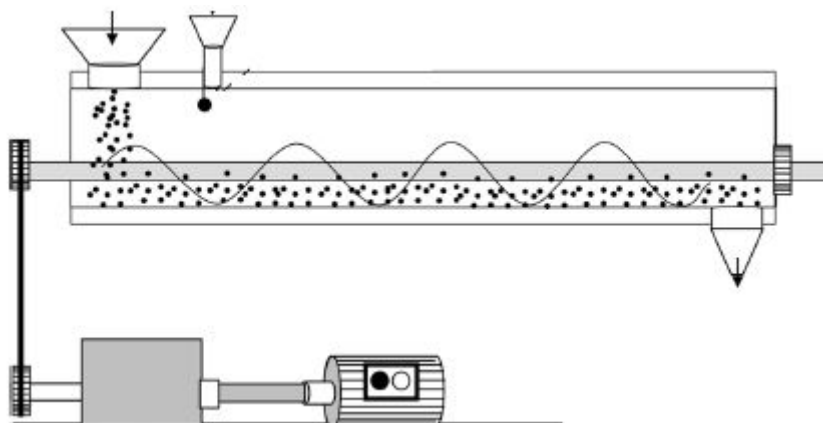
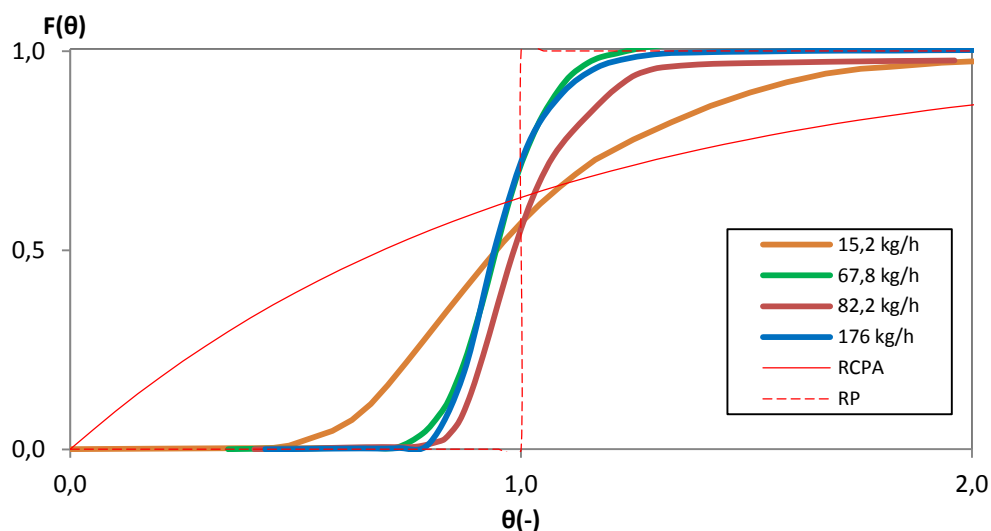


Figure 15 : Schéma d'un convoyeur de sable utilisé par Waje et al. [140] .

L'écoulement attendu dans ce type de procédé est un écoulement de type piston. Néanmoins, une diminution du débit d'alimentation augmente le mélange axial et donc la dispersion du signal de DTS. L'écoulement s'éloigne alors de celui d'un réacteur piston [140], comme on peut le voir sur la Figure 16. L'augmentation de la vitesse de rotation de la vis a la même influence. Ainsi, travailler avec un débit élevé et une vitesse d'agitation faible permettrait de diminuer la dispersion axiale, de rapprocher l'écoulement de celui d'un réacteur piston et d'obtenir une meilleure homogénéité du produit en sortie.



Débit	15,2 kg/h	67,8 kg/h	82,2 kg/h	176 kg/h
VarC	0,101	0,019	0,016	0,014

Figure 16 : Fonction adimensionnelle de DTS cumulée, $F(\theta)$, de sable dans un convoyeur à vis pour quatre débits d'alimentation . [140].

4.5.2. Les technologies à tambours rotatifs

Les technologies à tambour rotatif sont utilisées pour différents traitements de solides divisés, comme le séchage, la pyrolyse, l'incinération ou encore le broyage. Les bases de cette technologie reposent sur l'utilisation d'un cylindre allongé, faiblement incliné par rapport à l'horizontale, qui roule sur deux stations de trains porteurs par l'intermédiaire de deux anneaux dits de bandage. Un système couronne dentée/pignon entraîne le cylindre en rotation, les vitesses périphériques atteignant entre 30 et 45 m.min⁻¹. Le solide se déplace sous l'action combinée de la rotation et l'inclinaison du cylindre. Pour une utilisation en broyage, des boulets sont ajoutés dans le tambour. Les conditions opératoires affectent fortement la DTS, comme on peut le voir sur la **Figure 17** qui présente des DTS de lisier dans un broyeur à boulets et de particules de sucre dans un sécheur rotatif [141,142]. En effet, dans les technologies rotatives type four, sécheur ou incinérateur, il y a très peu de dispersion axiale et l'écoulement est proche d'un écoulement de type piston avec une variance centrée très faible (<10⁻⁴). À l'inverse, dans les technologies à tambours rotatifs type broyeur, il y a une forte dispersion du signal de DTS induit par la présence des boulets et par la vitesse de rotation élevée du cylindre.

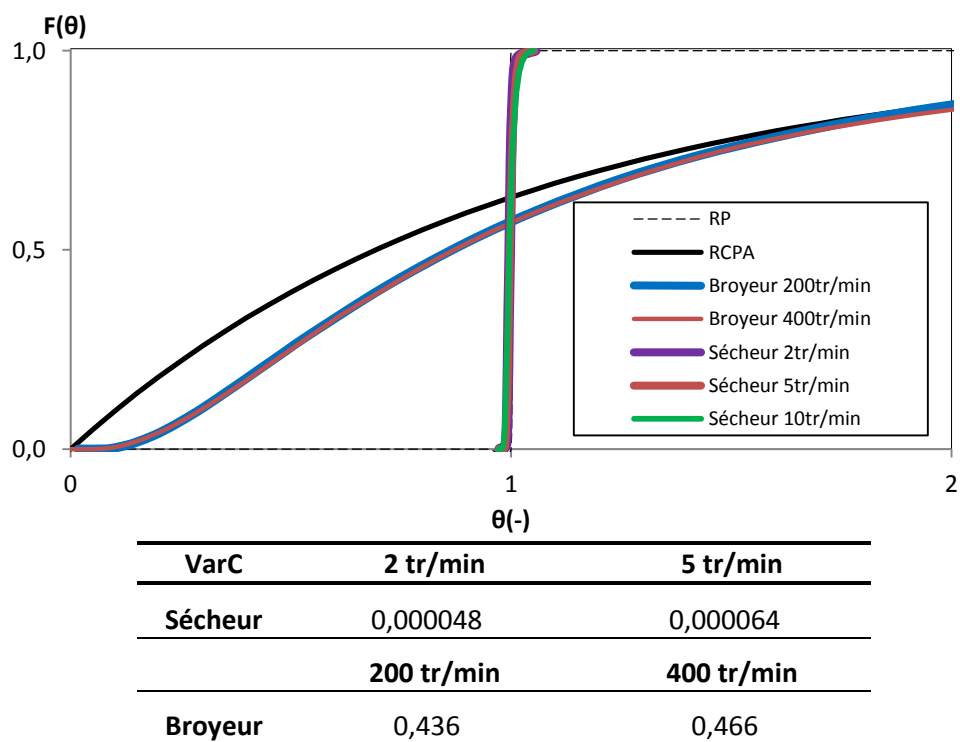


Figure 17 : Fonction adimensionnelle de DTS cumulée, $F(\theta)$, dans un broyeur [143] et dans un sécheur [142].

4.5.3. Bilan

Le **Tableau 11** classe les différentes technologies en fonction des valeurs de variance centrée déterminées à partir de la littérature.

Tableau 11 : Variances centrées observées dans la littérature pour différents procédés.

Type de procédés	Auteurs	VarC
Réacteur piston		0
Sécheur à tambour rotatif	Britton et al (2006) [142]	4.10^{-5} - 7.10^{-5}
Sécheur-convoyeur à vis	Waje et al (2007) [140]	0,01-0,04
Extrudeuse bivis	Zuilichem et al (2011) [139]	0,015-0,058
Extrudeuse monovis	Seker (2005) [103]	0,05-0,09
Mélangeur continu	Marikh et al (2011) [97]	0,09-0,41
Broyeur à boulets	Makokha et al (2011) [141]	0,436-0,466
Réacteur continu parfaitement agité		1

Pour les sécheurs à tambour rotatif et à vis, la variance centrée est faible et l'écoulement tend à s'approcher de celui d'un réacteur piston. L'homogénéité du traitement est l'objectif recherché. La DTS doit être la plus resserrée possible pour que chaque particule ait la même histoire thermique. En revanche, pour les technologies de mélange ou de broyage, la variance centrée est plus élevée. Ici, le temps de séjour de chaque particule importe peu tant que la qualité de mélange ou de broyage est assurée. Un écoulement de type parfaitement agité est donc plus particulièrement recherché pour ces deux traitements.

4.6. Modélisation des écoulements non idéaux

L'objectif de la modélisation vise à :

- représenter un phénomène régissant un procédé,
- prévoir le comportement d'un système au-delà d'un domaine exploré,
- établir des règles d'extrapolation.

Pour parvenir à représenter l'écoulement réel dans les différents procédés décrits précédemment, le modèle de RCPA en série et le modèle du réacteur piston à dispersion axiale ont très largement été utilisés. Il existe également d'autres modèles plus complexes associant des réacteurs idéaux ou utilisant les chaînes de Markov.

4.6.1. Réacteurs pistons à dispersion axiale

Le modèle à dispersion axiale est l'un des modèles les plus utilisés pour décrire les réacteurs pistons non idéaux. Ce modèle considère que, dans le réacteur, il y a une dispersion axiale du

Chapitre 2 : Etude bibliographique

traceur gouvernée par une loi analogue à une loi de diffusion. Si l'on considère la vitesse superficielle axiale du fluide \bar{u} , la concentration massique de traceur injecté C et la direction axiale z , l'équation aux dérivés partielles régissant l'écoulement s'écrit comme suit :

$$\frac{dC}{dt} = D_a \frac{d^2C}{dz^2} - \bar{u} \frac{dC}{dz} \quad \text{Equation 31}$$

Où D_a est le coefficient de dispersion axial effectif.

La résolution de cette équation, avec les différentes conditions aux limites possibles, illustrées sur la **Figure 18** (réacteur ouvert, fermé, ou semi-ouvert), fait apparaître le nombre de Peclet (cf. **Equation 32**), défini comme le rapport entre la vitesse de transport par convection et la vitesse de transport par dispersion.

$$Pe = \frac{\bar{u}L}{D_a} \quad \text{Equation 32}$$

Où L est la longueur caractéristique entre l'entrée et la sortie du traceur.

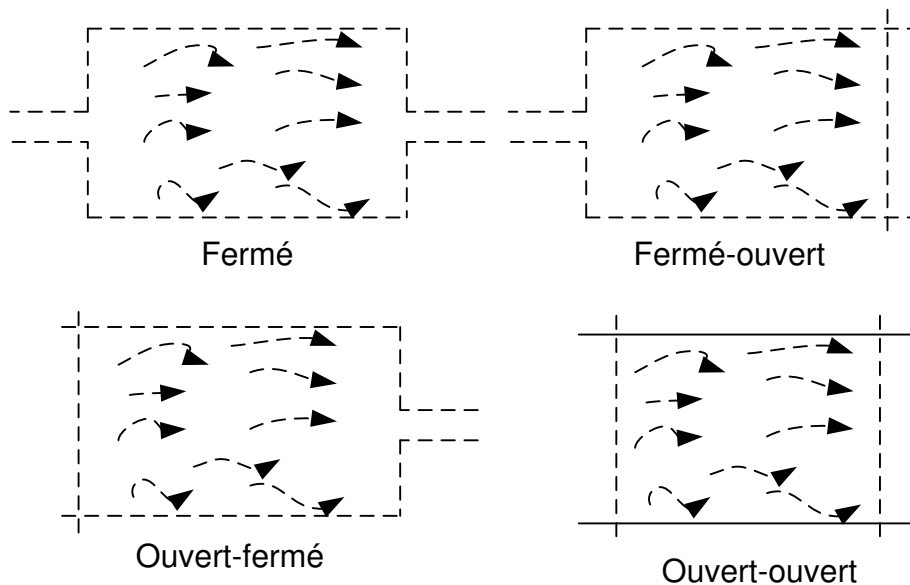


Figure 18 : Conditions aux limites pour les réacteurs à dispersion axiale.

Pour un système ouvert-ouvert, l'équation aux dérivés partielles a une solution analytique [144].

La fonction de distribution des temps de séjour $E(t)$ s'écrit alors :

$$E(t) = \frac{1}{2} \left(\frac{Pe}{\pi * \tau * t} \right)^{1/2} e^{\left(\frac{-Pe(\tau-t)^2}{4\tau*t} \right)} \quad \text{Equation 33}$$

Chapitre 2 : Etude bibliographique

L'influence du nombre de Peclet sur la DTS est représentée sur la **Figure 19**. Comme attendu, si le nombre de Peclet est grand, le transport convectif est prédominant et l'écoulement se rapproche de celui d'un réacteur piston. À l'inverse, si le nombre de Peclet est petit, le transport diffusif prédomine et l'écoulement tend celui au travers d'un réacteur parfaitement agité.

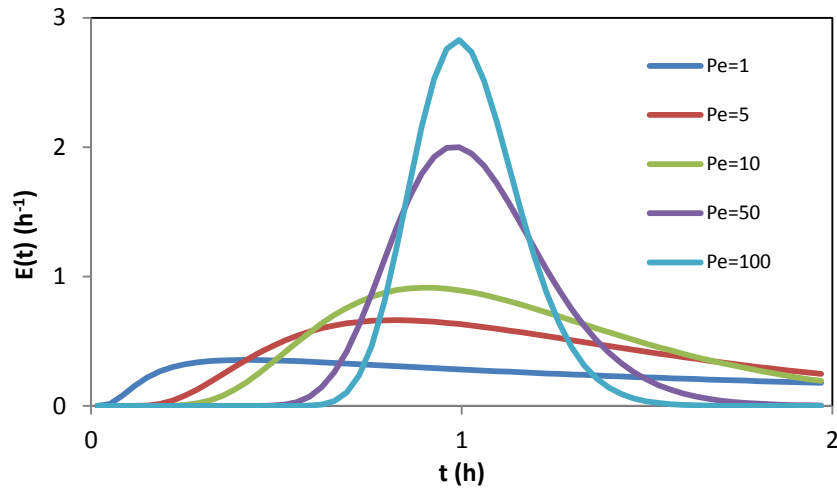


Figure 19 : Fonction de distribution des temps de séjour $E(t)$ en fonction du temps pour différentes valeurs de Peclet.

4.6.2. Association de réacteurs idéaux

a) Réacteurs continus parfaitement agités en série

Ce modèle classique est obtenu par association en série de N réacteurs continus parfaitement agités. En considérant que tous les réacteurs ont le même volume, la fonction $E(t)$ s'écrit :

$$E(t) = \left(\frac{N}{\tau}\right)^N \frac{t^{N-1} e^{-\frac{Nt}{\tau}}}{(N-1)!} \quad \text{Equation 34}$$

Lorsque $N=1$, la fonction distribution des temps de séjour $E(t)$ correspond à celle d'un unique réacteur continu parfaitement agité et, lorsque $N \rightarrow \infty$, la fonction $E(t)$ correspond à celle d'un réacteur piston. L'influence de N sur la fonction $E(t)$ est illustrée sur la **Figure 20**.

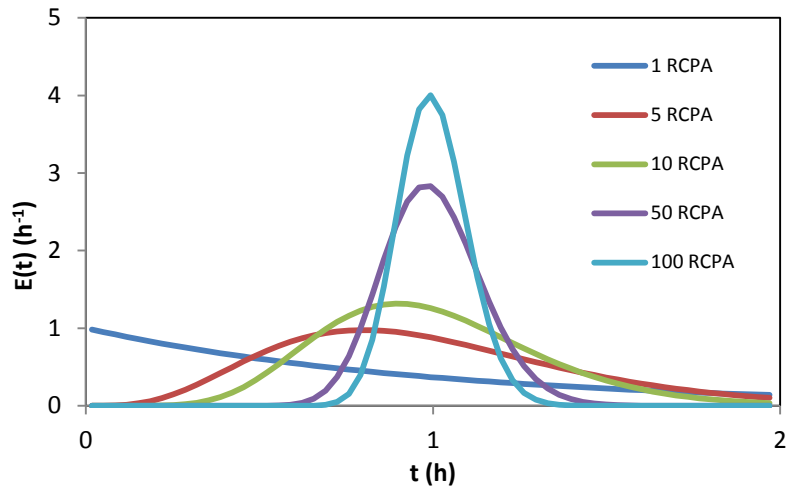


Figure 20 : Fonction de distribution des temps de séjour $E(t)$ en fonction du temps pour différentes valeurs de N .

À partir d'un certain nombre de RCPA (>50) et d'une certaine valeur du nombre de Peclet (>100), les fonctions distributions des temps de séjour $E(t)$ peuvent être confondues. La relation décrite par l'**Equation 35** permet alors de lier les deux modèles.

$$N_{RCPA} = \frac{Pe^2}{2 * (Pe - 1 + 10^{-Pe})} \quad \text{Equation 35}$$

b) Association de réacteur piston avec des réacteurs continus parfaitement agités

Pour l'extrusion, il n'est pas rare que le début du signal de DTS s'apparente à celui d'un réacteur piston puis que de la dispersion apparaisse (cf. **Figure 23**). Les modèles utilisés pour décrire ce comportement associent en série un réacteur piston avec un réacteur parfaitement agité placé en parallèle d'un volume mort pour l'extrusion mono-vis [103,109,110], comme on peut le voir sur la **Figure 21**, ou avec une série de N réacteurs parfaitement agités placés en parallèle de N volumes morts (cf. **Figure 22**) pour l'extrusion bi-vis [99,145]. Dans ces modèles apparaissent deux paramètres supplémentaires : une fraction p du volume du réacteur piston, qui permet de prendre en compte le retard pur, et une fraction d caractéristique de la présence d'un volume mort. La fraction piston est affectée par la forme de la vis d'extrusion et par la vitesse de rotation. p augmente avec la vitesse de rotation de la vis. Enfin, d diminue lorsque la viscosité du produit décroît.

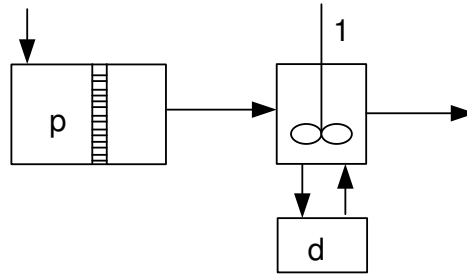


Figure 21 : Représentation du modèle RP en série avec un RCPA avec volume mort.

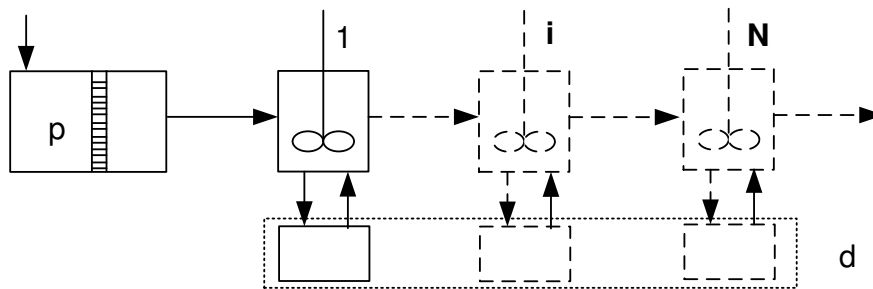


Figure 22 : Modèle d'un RP suivi d'une série de N RCPA avec des volumes morts.

Les résultats obtenus avec ces modèles sont en bonne adéquation avec les données expérimentales, comme on peut le voir sur la **Figure 23** pour une extrudeuse mono-vis et sur la **Figure 24** pour une extrudeuse bi-vis.

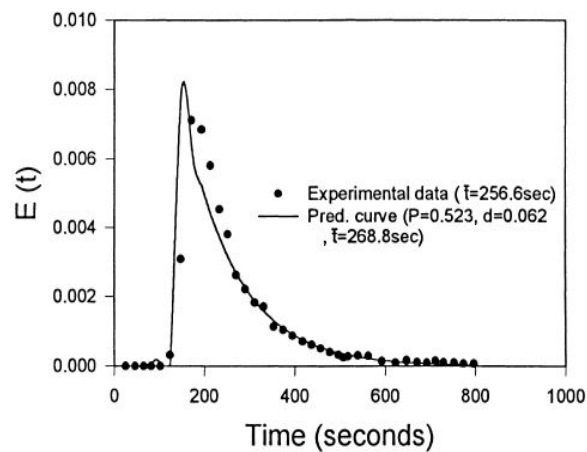


Figure 23 : Distribution des temps de séjour de la farine dans une extrudeuse mono-vis [107].

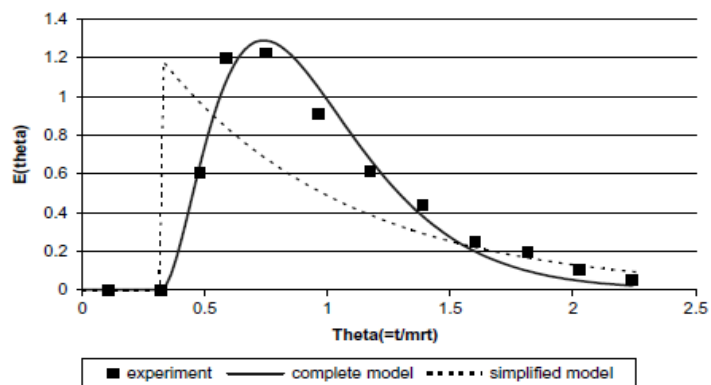


Figure 24 : Distribution des temps de séjour de farine dans une extrudeuse bi-vis [96].

c) Les modèles de réacteurs continus parfaitement agités modifiés

Pour modéliser l'hydrodynamique de technologies à tambour rotatif, certains auteurs utilisent le modèle de Cholette et Cloutier modifié [122,123,129,146,147]. Basé sur une série de N réacteurs continus parfaitement agités, le modèle est bâti pour prendre en compte une zone de produit actif et une zone de produit stagnant dans le procédé. Le modèle est caractérisé par le nombre de réacteurs N en série, un coefficient α permettant de considérer la zone active, un coefficient β permettant de considérer les échanges entre la zone stagnante et la zone active et un coefficient k qui module le débit d'échange entre les cellules. Le modèle représente mieux l'écoulement, comme on peut le voir sur la Figure 26. Ce modèle peut être étendu [124,142,148] pour prendre en compte l'influence du gaz de balayage (cf Figure 27).

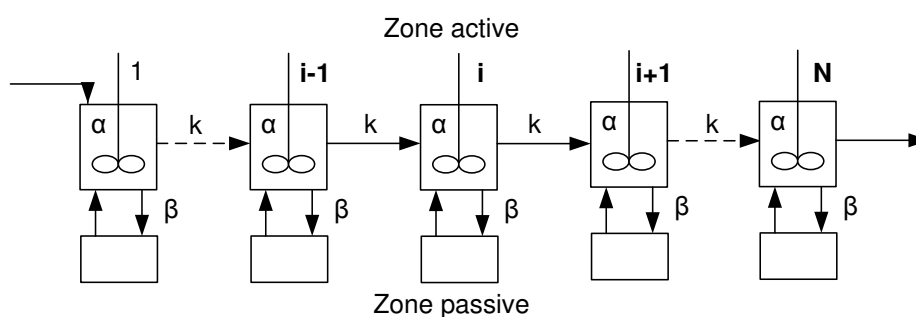


Figure 25 : Modèle de Cholette et Cloutier modifié [123].

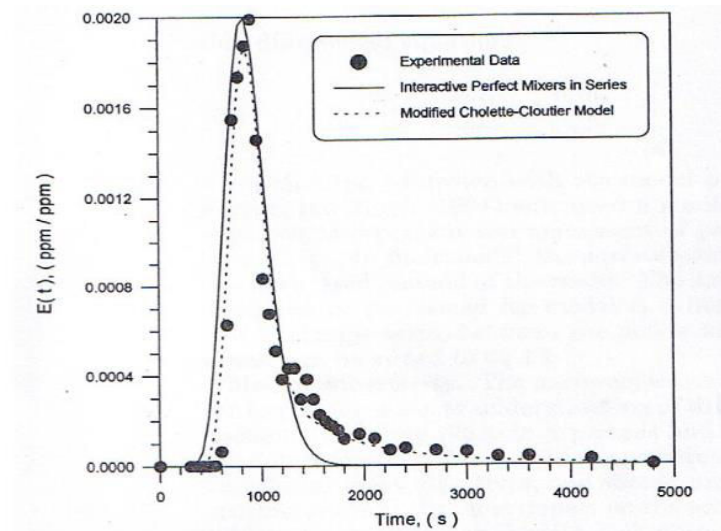


Figure 26 : Comparaison du modèle de Cholette et Cloutier modifié et du modèle de RCPA en série pour modéliser l'écoulement de particules de zinc dans un sécheur à tambour rotatif [122].

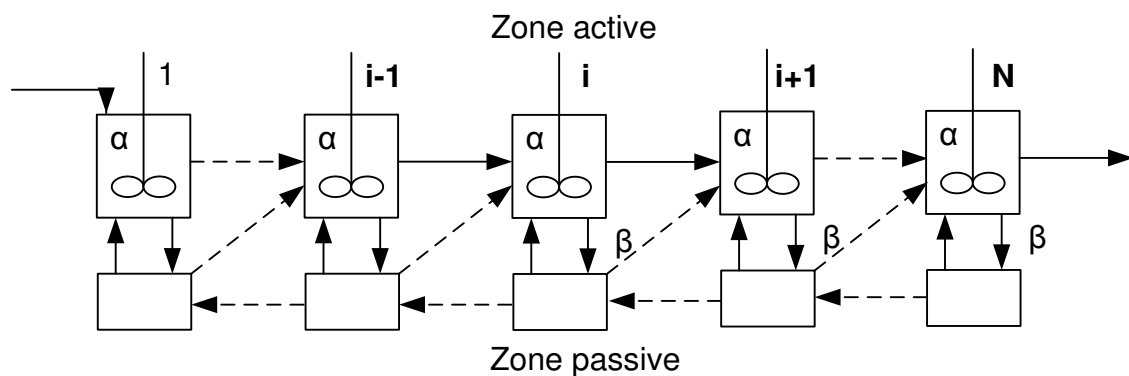


Figure 27 : Modèle de Cholette et Cloutier modifié et étendu [148].

Enfin, la présence de rétro-mélange, qui implique une circulation de matière à contre-courant de l'écoulement principal, peut être modélisée en introduisant un débit de rétro-mélange, comme proposé sur la **Figure 28**.

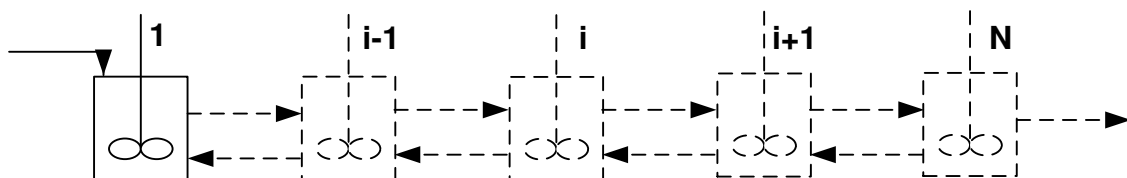


Figure 28 : Modèle avec rétro-mélange développé par Tazaki et al. [128].

4.6.3. Modèle stochastique Markovien

Les chaînes de Markov s'appliquent aux systèmes qui possèdent la propriété de Markov. Cette propriété décrit l'absence de mémoire du système, c'est-à-dire que les états passés n'affectent pas la transition de l'état présent à l'état suivant (le futur état). Les modèles stochastiques tels que les modèles Markovien présentent de nombreux avantages pour la modélisation des distributions des temps de séjour de procédés complexes. Ils sont simples à développer, facilement adaptables à de nouveaux systèmes, simples à résoudre en comparaison à une description mathématique complète du problème et les temps de calcul pour leurs résolutions sont généralement courts. En outre, ils peuvent être développés pour être physiquement représentatif du système à étudier [100], contrairement aux modèles proposés ci-dessus.

a) Principe

Le principe d'un modèle Markovien est basé sur la décomposition d'un système en un certain nombre de cellules reliées entre elles par des flèches, qui représentent les probabilités de transitions entre les cellules. Les cellules sont appelées les états du système. Pour faciliter la compréhension, la **Figure 29** représente un exemple de procédé continu décrit par une chaîne 1D de cinq cellules, comprenant quatre cellules actives, reliées entre elles par des probabilités de transition, et un état absorbant, qui symbolise la sortie du système.

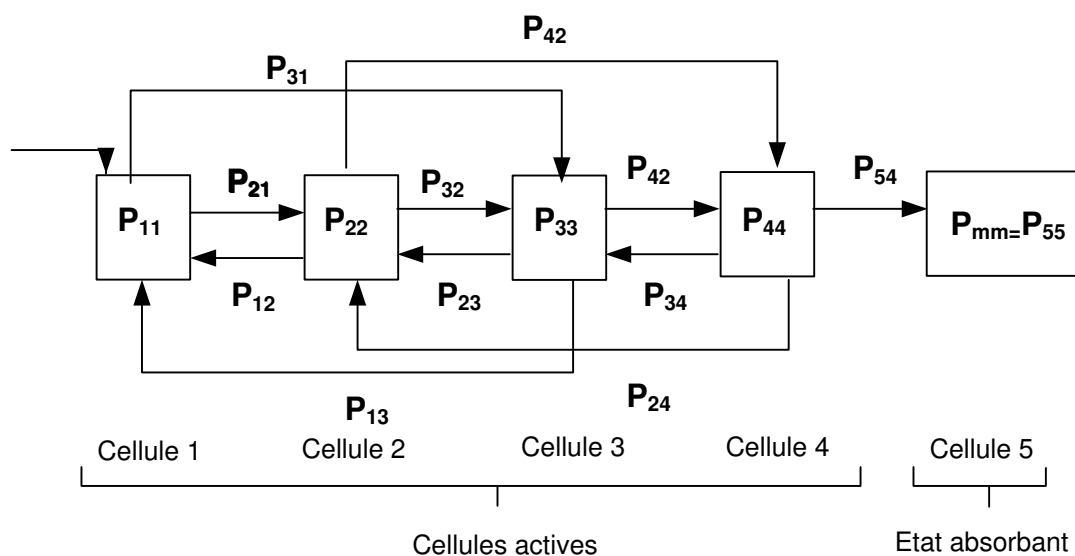


Figure 29 : Exemple de chaîne de Markov à une dimension et cinq cellules.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Le vecteur $S^{(n)}$ définit l'état de la chaîne à la transition n :

$$S^{(n)} = \begin{bmatrix} S_1^{(n)} \\ S_2^{(n)} \\ S_3^{(n)} \\ S_4^{(n)} \\ S_5^{(n)} \end{bmatrix} \quad \text{Equation 36}$$

La matrice carrée $P^{(n)}$, de dimensions (5,5), regroupe les probabilités $P_{ji}^{(n)}$ de transition de la cellule i vers la cellule j à la transition n .

$$P^n = \begin{bmatrix} P_{11}^{(n)} & P_{12}^{(n)} & P_{13}^{(n)} & P_{14}^{(n)} & P_{15}^{(n)} \\ P_{21}^{(n)} & P_{22}^{(n)} & P_{23}^{(n)} & P_{24}^{(n)} & P_{25}^{(n)} \\ P_{31}^{(n)} & P_{32}^{(n)} & P_{33}^{(n)} & P_{34}^{(n)} & P_{35}^{(n)} \\ P_{41}^{(n)} & P_{42}^{(n)} & P_{43}^{(n)} & P_{44}^{(n)} & P_{45}^{(n)} \\ P_{51}^{(n)} & P_{52}^{(n)} & P_{53}^{(n)} & P_{54}^{(n)} & P_{55}^{(n)} \end{bmatrix} \quad \text{Equation 37}$$

Les conditions de normalisation imposent que la somme des probabilités de chaque colonne de la matrice $P^{(n)}$ soit toujours égale à 1 :

$$\sum_{j=1}^{j=n} P_{j,i} = 1 \quad \text{Equation 38}$$

En connaissant la matrice P^n à la transition n , il est alors possible de déterminer l'état de la chaîne à la transition $n+1$ en résolvant l'Equation 39.

$$\begin{bmatrix} S_1^{(n+1)} \\ S_2^{(n+1)} \\ S_3^{(n+1)} \\ S_4^{(n+1)} \\ S_5^{(n+1)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P_{11}^{(n)} & P_{12}^{(n)} & P_{13}^{(n)} & P_{14}^{(n)} & P_{15}^{(n)} \\ P_{21}^{(n)} & P_{22}^{(n)} & P_{23}^{(n)} & P_{24}^{(n)} & P_{25}^{(n)} \\ P_{31}^{(n)} & P_{32}^{(n)} & P_{33}^{(n)} & P_{34}^{(n)} & P_{35}^{(n)} \\ P_{41}^{(n)} & P_{42}^{(n)} & P_{43}^{(n)} & P_{44}^{(n)} & P_{45}^{(n)} \\ P_{51}^{(n)} & P_{52}^{(n)} & P_{53}^{(n)} & P_{54}^{(n)} & P_{55}^{(n)} \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} S_1^{(n)} \\ S_2^{(n)} \\ S_3^{(n)} \\ S_4^{(n)} \\ S_5^{(n)} \end{bmatrix} \quad \text{Equation 39}$$

Si seules les transitions entre cellules adjacentes sont possibles, la matrice des probabilités se simplifie :

$$\begin{bmatrix} S_1^{(n+1)} \\ S_2^{(n+1)} \\ S_3^{(n+1)} \\ S_4^{(n+1)} \\ S_5^{(n+1)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P_{11}^{(n)} & P_{12}^{(n)} & 0 & 0 & 0 \\ P_{21}^{(n)} & P_{22}^{(n)} & P_{23}^{(n)} & 0 & 0 \\ 0 & P_{32}^{(n)} & P_{33}^{(n)} & P_{34}^{(n)} & 0 \\ 0 & 0 & P_{43}^{(n)} & P_{44}^{(n)} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & P_{54}^{(n)} & 1 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} S_1^{(n)} \\ S_2^{(n)} \\ S_3^{(n)} \\ S_4^{(n)} \\ S_5^{(n)} \end{bmatrix} \quad \text{Equation 40}$$

Chapitre 2 : Etude bibliographique

Ainsi, si l'état de la chaîne à la transition n est connu, il n'est pas nécessaire de connaître tous les états antérieurs occupés par le système pour pouvoir prédire l'évolution du système à la transition $n+1$. Si les probabilités de transition ne dépendent pas du temps ou de l'état du système, la matrice reste constante et la chaîne est dite « homogène » et l'équation à résoudre s'écrit :

$$S^{(n+1)} = P * S^{(n)} \quad \text{Equation 41}$$

b) Application à la distribution des temps de séjour

Pour une injection Dirac de traceur en entrée de système, la fonction de distribution des temps de séjour $E(t)$ se déduit de la variation, entre deux observations consécutives, de l'état de la cellule représentant la sortie du système (cellule 5 dans l'exemple ci-dessus) :

$$E(t) = S_5^{(t)} - S_5^{(t-\Delta t)} \quad \text{Equation 42}$$

Cette approche est régulièrement mise en œuvre dans les travaux de recherche menés au centre RAPSODEE. On peut ainsi citer les travaux de Marikh et al. [97] sur l'écoulement de grains de couscous et de semoule dans un mélangeur continu ou encore ceux de Ponomarev et al. [149] sur l'écoulement d'un polymère acrylique dans une extrudeuse mono-vis. Le nombre de cellules choisi correspond au nombre de pâles du procédé pour être physiquement représentatif du système à étudier. Les phénomènes de rétro-mélange sont pris en compte par l'intermédiaire d'un coefficient de recirculation (R), constant le long de la chaîne et qui est l'unique paramètre d'ajustement du modèle dans un modèle 1D. Des modèles à deux chaînes parallèles, qui échangent de la matière (cf. **Figure 30** et **Figure 31**), ont été développés pour rendre compte de l'hétérogénéité de l'écoulement dans la direction radiale. Un second coefficient de recirculation (r), constant le long de la chaîne, est ainsi introduit par Marikh et al. [97]. Pour l'extrusion, les probabilités de transition sont directement reliées aux phénomènes de convection et de diffusion. De plus, le profil de vitesse dans la direction perpendiculaire à l'écoulement peut être choisi en fonction de la physique du problème, comme par exemple un écoulement principal de type laminaire.

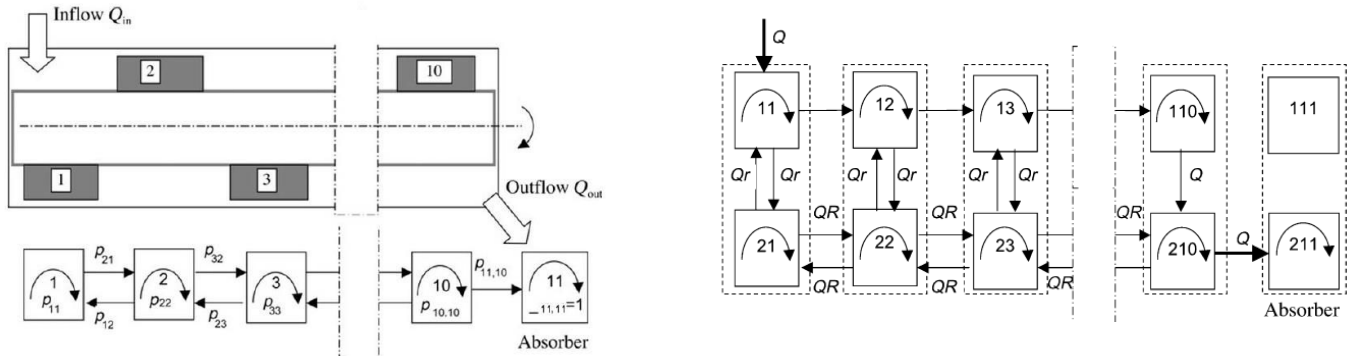


Figure 30 : Modèles 1D et 2D utilisés par Marikh et al pour décrire l'écoulement dans un mélangeur continu [97].

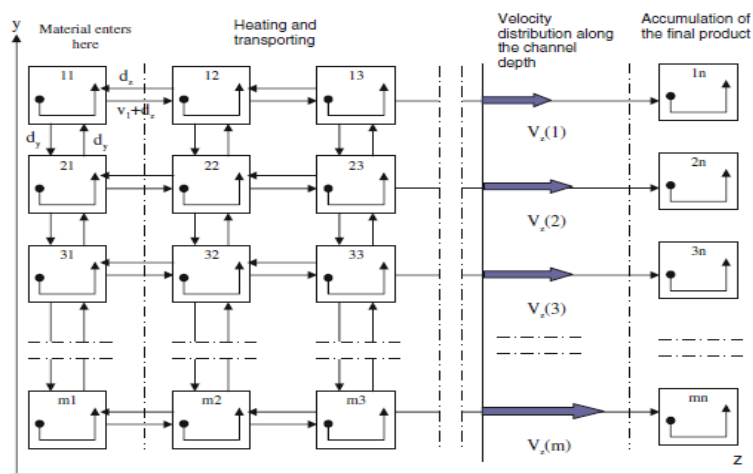


Figure 31 : Modèle 2D utilisé par Ponomarev et al. pour représenter l'écoulement de polymère dans une extrudeuse mono-vis [149].

Toujours à RAPSODEE, Djerroud [150] a initié un travail, purement théorique, sur la modélisation markovienne du séchage dans un sécheur continu à palettes. Le procédé a été décrit par deux chaînes parallèles, qui représentent les flux d'eau et de solide circulants dans le séchoir. Le solide sec est représenté par une chaîne 1D contenant m cellules actives et un état absorbant. Quant au flux d'eau, il est représenté par une chaîne 2D, composée de m couples de cellules actives et d'un couple d'états absorbants. Chaque couple de cellules est formé d'une cellule rattachée à l'eau liquide et d'une cellule associée à la vapeur d'eau. Là encore pour être physiquement représentatif du système à étudier, le nombre m de cellules actives correspond au nombre de palettes présentes sur le rotor. Les cellules sont reliées entre elles par les probabilités de transitions selon un plan horizontal et un plan vertical (cf. **Figure 32**). Faute de données expérimentales, ce modèle n'a pu être validé.

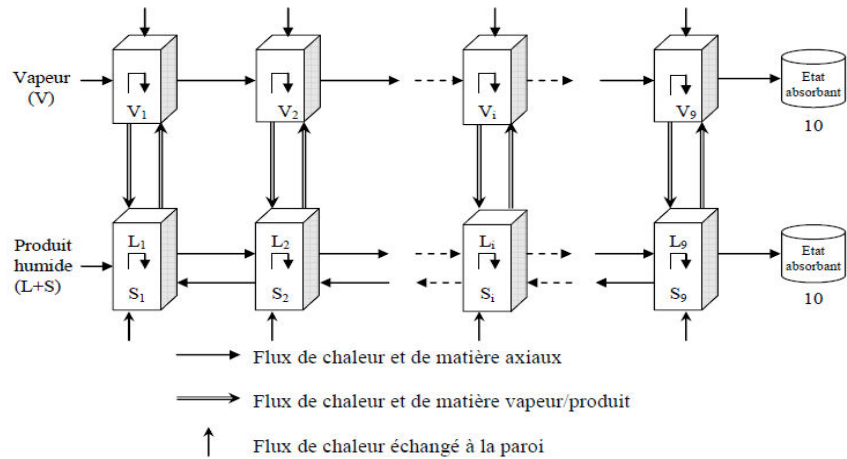


Figure 32 : Modèle 2D utilisé par Djerroud (2010) pour représenter le séchage dans un sécheur continu à palettes à 9 palettes [150].

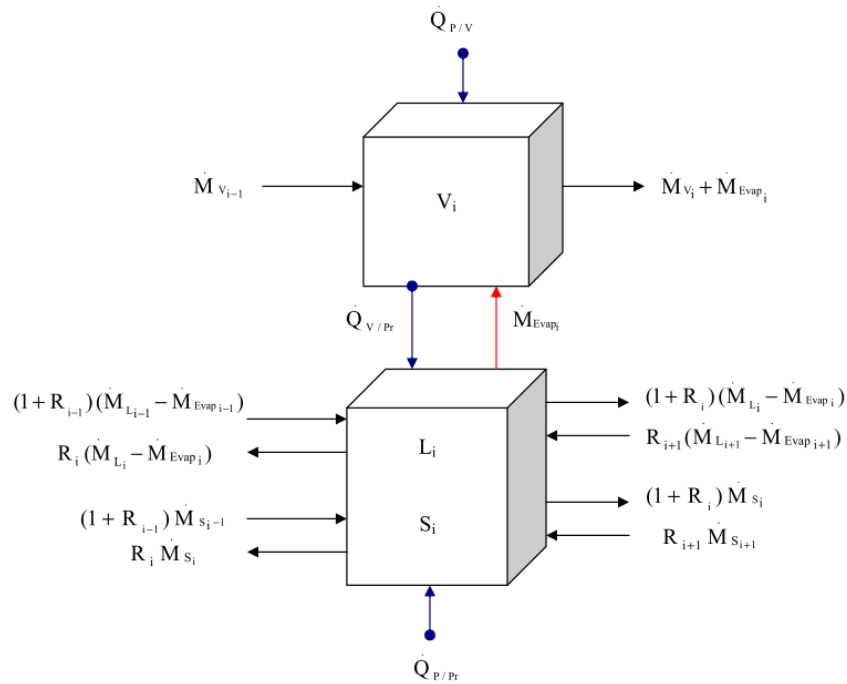


Figure 33 : Représentation des échanges thermiques et massiques entre les cellules [150].

5. Conclusion

Dans la première partie de cet état de l'art, la notion de boue résiduaire a été introduite et l'opération de séchage a été replacée dans le contexte règlementaire, technique et économique du traitement des boues. La difficulté à décrire la structure de la boue après l'étape de déshydratation puis son évolution au cours du séchage a été abordée. La notion de « phase plastique », qui traduit une difficulté à agiter et transporter le matériau dans un sécheur par contact avec agitation, et par voie de conséquence un mauvais transfert de chaleur, a été rappelée. Si un consensus se dégage dans la littérature scientifique sur l'existence de cette phase, la plage de siccité, dans laquelle elle est observée, dépend de la boue (composition, origine, ...), des protocoles utilisés et de la température à laquelle sont réalisées les mesures. Cet état de l'art montre que ce phénomène est encore mal compris et qu'il est nécessaire de développer des outils pour mieux l'observer et le décrire.

La caractérisation de l'écoulement se trouve au centre de cette problématique. Naturellement, la seconde partie de cet état de l'art s'est focalisée sur la rhéologie des boues résiduaire. La littérature scientifique s'accorde sur le fait que le comportement rhéologique d'une boue résiduaire est rhéofluidifiant, avec éventuellement une contrainte seuil d'écoulement et un caractère thixotrope. L'influence de la concentration en matière sèche a été très largement étudiée, en particulier pour les boues liquides. Une évolution exponentielle des propriétés rhéologiques avec la siccité est plébiscitée pour des concentrations en solides inférieures à 50 g_{MES}/L. Au-delà, la communauté scientifique est plus partagée et hésite entre une loi exponentielle et une loi puissance. On note également le faible nombre d'études portant sur des boues déshydratées mécaniquement ou centrifugées, traduisant la difficulté à mettre en œuvre des mesures rhéologiques en régime permanent (écoulement). Les mesures réalisées en régime dynamique (oscillation) semblent plus adaptées aux boues plus concentrées, puisqu'elles permettent de caractériser la structure d'un matériau et notamment ses propriétés viscoélastiques sans cisailer le produit et sans le mettre en écoulement. Néanmoins, l'exploitation de ces informations, pour prédire un comportement en séchage ou des propriétés d'écoulement, semble extrêmement limitée.

Face à la difficulté à caractériser le comportement rhéologique des boues, même à « faible » siccité si l'on se place dans la perspective du séchage, un outil systémique, connu sous le nom de distribution des temps de séjour, est finalement introduit. Ce concept, largement utilisé en Génie

Chapitre 2 : Etude bibliographique

des Procédés, permet de décrire l'hydrodynamique des réacteurs. Un intérêt particulier a été porté à la littérature relatant le traçage de produits solides ou fortement visqueux. Le principe de la méthode et les méthodes de traçage sont rapidement décrits. Dans le domaine des boues résiduelles, ce concept n'a été mis en œuvre qu'une seule fois pour la caractérisation de l'hydrodynamique d'un sécheur par contact avec agitation. Bien que prometteuse, l'étude publiée n'apporte pas d'information robuste. En effet, aucune information n'est donnée sur la reproductibilité des résultats et la courbe de DTS est incomplète, faute d'un échantillonnage suffisamment long. Le calcul des moments caractéristiques de la DTS est alors entaché d'erreur. Cette approche mérite d'être reprise, avec plus de rigueur scientifique et, si possible, avec un protocole analytique pour la détection du traceur plus simple. Pour mieux comprendre l'influence du design du mobile d'agitation sur la dispersion de l'écoulement, un état de l'art sur l'hydrodynamique de procédés se rapprochant des sécheurs à palettes, comme les extrudeuses mono et bi-vis, les mélangeurs continus, les sécheurs à vis et à tambours rotatifs, a ensuite été réalisé. Dans les sécheurs à vis et à tambours rotatifs, l'écoulement recherché est de type piston pour exposer le matériau à la même histoire thermo-hydrique et garantir un traitement homogène. Pour les deux technologies, une vitesse d'agitation élevée induit une dispersion plus importante du signal de DTS.

Ce chapitre se termine par un état de l'art, non exhaustif, sur les modèles couramment utilisés pour représenter les écoulements non-idéaux dans les procédés (modèle des mélangeurs parfaits, modèle des mélangeurs parfaits avec piston, modèle piston-dispersion, modèle de mélangeurs parfaits avec échange) et sur une approche stochastique alternative, basée sur les chaînes de Markov. Les deux approches de modélisation sont aptes à décrire l'hydrodynamique des réacteurs. Mais les modèles Markoviens peuvent être développés pour être physiquement représentatif du système à modéliser. Si l'on considère, en outre, leur simplicité et leur souplesse, cette approche semble être la plus intéressante pour la suite de l'étude.

6. Références bibliographiques

1. Arlabosse, P., J.-H. Ferrasse, D. Lecomte, M. Crine, Y. Dumont, and A. Léonard, **Efficient Sludge Thermal Processing: From Drying to Thermal Valorization**, Modern Drying Technology. 2012, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. p. 295-329.
2. Chavez, S., **Séchage par contact avec agitation de boues résiduaires urbaines : influence de leur origine et des conditions opératoires sur la cinétique de séchage et les caractéristiques des boues sèches et des rejets gazeux**. 2004, University of Perpignan.
3. Guillaume, D. and G. Romuald, **Mélange des produits pâteux Caractéristiques d'un système agité**. Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire, 2006. **base documentaire : TIB430DUO** (ref. article : f3350).
4. Van Damme, H., S. Mansoutre, P. Colombet, C. Lesaffre, and D. Picart, **Pastes : lubricated and cohesive granular media**. Comptes Rendus Physique, 2002. **3** (2): p. 229-238.
5. Megally, A., **Etude et modélisation de l'orientation de fibres dans des thermoplastiques renforcés**. 2005, Ecole des Mines de Paris.
6. Ancey, C., P. Vollmöllet, and S. Cochard **Rhéophysique des suspensions concentrées : cadre théorique et similitude**. 17ème Congrès Français de Mécanique. 2005. Troyes.
7. Coussot, P. and C. Ancey, **Rhéophysique des pâtes et des suspensions**. 1999.
8. Coussot, P., **La physique des pâtes**, Université de tous les savoirs. 2005.
9. Ruiz, T. and C. Wisniewski, **Correlation between dewatering and hydro-textural characteristics of sewage sludge during drying**. Separation and Purification Technology, 2008. **61** (2): p. 204-210.
10. Ruiz, T., T. Kaosol, and C. Wisniewski, **Dewatering of urban residual sludges: Filterability and hydro-textural characteristics of conditioned sludge**. Separation and Purification Technology, 2010. **72** (3): p. 275-281.
11. Milieu Ltd, W.a.R., **Environmental, economic and social impacts of the use of sewage sludge on land**. European Commission, 2010 (DG ENV.G.4/ETU/2008/0076r).
12. Satin, M., R. Bourrier, and B. Selmi, **Guide technique de l'assainissement**. 2010. Le Moniteur Editions. 775.
13. Chen, G., P. Lock Yue, and A.S. Mujumdar, **Sludge dewatering and drying**. Drying Technology, 2002. **20** (4-5): p. 883-916.
14. Kudra, T. and S. Mujumdar, **Advanced Drying Technologies**, Second Edition. 2009, CRC Press.
15. Norme afnor, **Caractérisation des boues : Bonnes pratique pour le séchage des boues.**, ICS 12.030.20. 2007.
16. Sahni, E.K. and B. Chaudhuri, **Contact drying : A review of experimental and mechanistic modeling approaches**. International Journal of Pharmaceutics, 2012. **434** (1et 2): p. 334-348.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

17. Munjumdar, S., **Handbook of industrial drying third edition**, Arun S.Mujundar., Editor. 2009. p. 1283.
18. GMF Gouda, **Partial sludge drying**, <http://www.gmfgouda.com>. 2013.
19. Gaz de France. **Séchage thermique de boues urbaines et industrielles**. 1998.
20. Flaga, A., **Sludge drying**, Proceedings of Polish-Seminars. 2005. Cracow. p. 73-82.
21. Peeters, B., R. Dewil, J.F. Van Impe, L. Vernimmen, and I.Y. Smets, **Using a Shear Test-Based Lab Protocol to Map the Sticky Phase of Activated Sludge**. Environmental Engineering Science, 2010. **28** (1): p. 81-85.
22. Chun, W. and K. Lee, **Sludge drying characteristics on combined system of contact dryer and fluidised bed dryer**, 14th International drying Symposium. 2004. Sao-Paulo.
23. Ferrasse, J.H., P. Arlabosse, and D. Lecomte, **Heat, momentum, and mass transfer measurements in indirect agitated sludge dryer**. Drying Technology, 2002. **20** (4-5): p. 749-769.
24. Kudra, T., **Sticky region in drying-definition and identification**. Drying Technology, 2003. **21** (8): p. 1457-1469.
25. Deng, W.-Y., J.-H. Yan, X.-D. Li, F. Wang, S.-Y. Lu, Y. Chi, and K.-F. Cen, **Measurement and simulation of the contact drying of sewage sludge in a Nara-type paddle dryer**. Chemical Engineering Science, 2009. **64** (24): p. 5117-5124.
26. Deng, W.-y., X.-d. Li, J.-h. Yan, F. Wang, S.-y. Lu, Y. Chi, and K.-f. Cen, **Emission and drying kinetics of paper mill sludge during contact drying process**. Journal of Zhejiang University SCIENCE A, 2009. **10** (11): p. 1670-1677.
27. Li, H., S. Zou, and C. Li, **Liming pretreatment reduces sludge build-up on the dryer wwall during thermal drying**. Drying Technology, 2012. **30** (14): p. 1563-1569.
28. Ferrasse, J.H., **Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement de procédés de séchage conductif avec agitation : application à des boues de station d'épuration urbaines**. 2000, Université de Paul Sabatier de Toulouse III. Toulouse.
29. Couarraze, G. and J. Grossiord, **Initiation à la rhéologie**. Tec & Doc 2000.
30. Devesvre, L., **Caractérisation rhéologique de boues de station d'épuration : influence de Caractéristiques physico-chimiques et de la procédure.**, Faculté des Sciences et Techniques. 2010, Université Paul Cezanne Aix Marseille III. Marseille.
31. Dominique, D., **Mesure de la viscosité : Principes généraux**. Techniques de l'ingénieur Métrologie relative aux fluides - Vitesses et débits, 2008. **base documentaire : TIB402DUO** (ref. article : r2350).
32. Christian, C. and G. Jacques, **Viscoélasticité linéaire des polymères fondus**. Techniques de l'ingénieur Propriétés générales des plastiques, 1999. **base documentaire : TIB152DUO** (ref. article : am3620).

Chapitre 2 : Etude bibliographique

33. Seyssiecq, I., J.-H. Ferrasse, and N. Roche, **State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge**. *Biochemical Engineering Journal*, 2003. **16** (1): p. 41-56.
34. Ratkovich, N., W. Horn, F.P. Helmus, S. Rosenberger, W. Naessens, I. Nopens, and T.R. Bentzen, **Activated sludge rheology : a critical review on data collection and modelling**. *Water Research*, 2013. **47** (2): p. 463-482.
35. Eshtiaghi, N., F. Markis, S.D. Yap, J.-C. Baudez, and P. Slatter, **Rheological characterisation of municipal sludge : a review**. *Water Research*, 2013. **47** (15): p. 5493-5510.
36. Dentel, S.K., **Evaluation and role of rheological properties in sludge management**. Vol. 36. 1997, London, ROYAUME-UNI. International Water Association. IX, 300 p.
37. Lotito, V., L. Spinosa, G. Mininni, and R. Antonacci, **The rheology of sewage sludge at different steps of treatment**. *Water Science and Technology*, 1997. **36** (11): p. 79-85.
38. Moeller, G. and L.G. Torres, **Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion**. *Bioresource Technology*, 1997. **61** (3): p. 207-211.
39. Slatter, P.T., **The rheological characterisation of sludges**. *Water Science and Technology*, 1997. **36** (11): p. 9-18.
40. Yen, P.-S., L.C. Chen, C.Y. Chien, R.-M. Wu, and D.J. Lee, **Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge**. *Water Research*, 2002. **36** (3): p. 539-550.
41. Ayol, A., S.K. Dentel, and A. Filibeli, **Toward efficient sludge processing using novel rheological parameters : dynamic rheological testing**. *Water science and technology : a journal of the International Association on Water Pollution Research*, 2006. **54** (5): p. 17-22.
42. Dick, R.I. and B.B. Ewing, **The Rheology of Activated Sludge**. *Journal (Water Pollution Control Federation)*, 1967. **39** (4): p. 543-560.
43. Bhattacharya, S.N., **Flow characteristics of primary and digested sewage sludge**. *Rheologica Acta*, 1981. **20** (3): p. 288-298.
44. Mori, M., I. Seyssiecq, and N. Roche, **Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry**. *Process Biochemistry*, 2006. **41** (7): p. 1656-1662.
45. Baudez, J.C., F. Markis, N. Eshtiaghi, and P. Slatter, **The rheological behaviour of anaerobic digested sludge**. *Water Research*, 2011. **45** (17): p. 5675-5680.
46. Guibaud, G., P. Dollet, N. Tixier, C. Dagot, and M. Baudu, **Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements**. *Process Biochemistry*, 2004. **39** (11): p. 1803-1810.
47. Pevere, A., G. Guibaud, E. Goin, E. van Hullebusch, and P. Lens, **Effects of physico-chemical factors on the viscosity evolution of anaerobic granular sludge**. *Biochemical Engineering Journal*, 2009. **43** (3): p. 231-238.
48. Ruiz-Hernando, M., J. Labanda, and J. Llorens, **Effect of ultrasonic waves on the rheological features of secondary sludge**. *Biochemical Engineering Journal*, 2010. **52** (2-3): p. 131-136.

49. Battistoni, P., G. Pava, F. Cecchi, and P. Pavan, **Rheology of sludge from semi-dry anaerobic digestion of municipal solid waste**. Environmental Technology, 1991. **12** (10): p. 897-905.
50. Chen, B.-H., S.-J. Lee, and D.J. Lee, **Rheological characteristics of the cationic polyelectrolyte flocculated wastewater sludge**. Water Research, 2005. **39** (18): p. 4429-4435.
51. Dieudé-Fauvel, E., H. Van Damme, and J.C. Baudez, **Improving rheological sludge characterization with electrical measurements**. Chemical Engineering Research and Design, 2009. **87** (7): p. 982-986.
52. Baudez, J.C. and P. Coussot, **Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges**. Journal of Rheology, 2001. **45** (5): p. 1123-1139.
53. Liénard, A., **Déshydratation des boues par lits de séchage plantés de roseaux**. Ingénieries-EAT, 1999. **17**: p. 33-45.
54. Tixier, N., G. Guibaud, and M. Baudu, **Determination of some rheological parameters for the characterization of activated sludge**. Bioresource Technology, 2003. **90** (2): p. 215-220.
55. Ho, J. and S. Sung, **Effects of solid concentrations and cross-flow hydrodynamics on microfiltration of anaerobic sludge**. Journal of Membrane Science, 2009. **345** (1-2): p. 142-147.
56. Pevere, A., G. Guibaud, E. van Hullebusch, P. Lens, and M. Baudu, **Viscosity evolution of anaerobic granular sludge**. Biochemical Engineering Journal, 2006. **27** (3): p. 315-322.
57. Pollice, A., C. Giordano, G. Laera, D. Saturno, and G. Mininni, **Physical characteristics of the sludge in a complete retention membrane bioreactor**. Water Research, 2007. **41** (8): p. 1832-1840.
58. Behn, V.C., **Experimental determination of sludge flow parameters**., Ingénieries - EAT. 1962, J. Sanit. Eng. Div. p. 39-54.
59. Baudez, J.C., **La gestion des boues résiduares : de l'étude de la matière molle à la valorisation de la matière organique**, Ecotechnologies. 2009, CEMAGREF Clermont Ferrand C p. 78.
60. Khongnakorn, W., M. Mori, L. Vachoud, M. Delalonde, and C. Wisniewski, **Rheological properties of sMBR sludge under unsteady state conditions**. Desalination, 2010. **250** (2): p. 824-828.
61. Monteiro, P.S., **The influence of the anaerobic digestion process on the sewage sludges rheological behaviour**. Water Science and Technology, 1997. **36** (11): p. 61-67.
62. Mori, M., J. Isaac, I. Seyssiecq, and N. Roche, **Effect of measuring geometries and of exocellular polymeric substances on the rheological behaviour of sewage sludge**. Chemical Engineering Research and Design, 2008. **86** (6): p. 554-559.
63. Dong, Y.J., Y.L. Wang, and J. Feng, **Rheological and fractal characteristics of unconditioned and conditioned water treatment residuals**. Water Research, 2011. **45** (13): p. 3871-3882.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

64. Baudez, J.-C., A. Ayol, and P. Coussot, **Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids**. *Journal of Environmental Management*, 2004. **72** (3): p. 181-188.
65. Dollet , P., **Application de mesures rheologiques à la caractérisation de l'état de flocculation des boues activées**. 2000, Université de Limoges.
66. Mikkelsen, L.H., **The shear sensitivity of activated sludge : Relations to filterability, rheology and surface chemistry**. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2001. **182** (1-3): p. 1-14.
67. Abu-Jdayil, B., F. Banat, and M. Al-Sameraiy, **Steady Rheological Properties of Rotating Biological Contactor (RBC) Sludge**. *Journal of Water Resource and Protection*, 2010. **2** (3): p. 1-7.
68. Pham, T.T.H., S.K. Brar, R.D. Tyagi, and R.Y. Surampalli, **Influence of ultrasonication and Fenton oxidation pre-treatment on rheological characteristics of wastewater sludge**. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2010. **17** (1): p. 38-45.
69. Forster, C.F., **The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges**. *Enzyme and Microbial Technology*, 2002. **30** (3): p. 340-345.
70. Mu, Y. and H.-Q. Yu, **Rheological and fractal characteristics of granular sludge in an upflow anaerobic reactor**. *Water Research*, 2006. **40** (19): p. 3596-3602.
71. Battistoni, P., **Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes**. *Water Science and Technology*, 1997. **36** (11): p. 33-41.
72. Pevere, A., G. Guibaud, E. van Hullebusch, and P. Lens, **Identification of rheological parameters describing the physico-chemical properties of anaerobic sulphidogenic sludge suspensions**. *Enzyme and Microbial Technology*, 2007. **40** (4): p. 547-554.
73. Wang, Y., Y. Dong, and J. Feng, **Scaling behaviors of unconditioned and conditioned water treatment residuals (WTRs) based on rheological and microscopic characterization**. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2012. **402** (0): p. 152-158.
74. Sutapa , I.D.A., **Propriétés physico-chimiques et décantabilité des boues actives en relation avec le transfert d'oxygène et la bioflocculation**, Institut National polytechnique de Lorraine. 1996.
75. Dentel, S.K., A. Ayol, and A. Filibeli, **Modern rheometric characterization of sludges**. *Journal Residuals Science and Technology*, 2005. **2**: p. 233-240.
76. Wang, Y., E. Dieude-Fauvel, and S.K. Dentel, **Physical characteristics of conditioned anaerobic digested sludge - A fractal, transient and dynamic rheological viewpoint**. *Journal of Environmental Sciences*, 2011. **23** (8): p. 1266-1273.
77. Agoda-Tandjawa, G., E. Dieudé-Fauvel, R. Girault, and J.C. Baudez, **Using water activity measurements to evaluate rheological consistency and structure strength of sludge**. *Chemical Engineering Journal*, 2013. **228** (0): p. 799-805.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

78. Seviour, T., M. Pijuan, T. Nicholson, J. Keller, and Z. Yuan, **Understanding the properties of aerobic sludge granules as hydrogels**. *Biotechnology and Bioengineering*, 2009. **102** (5): p. 1483-1493.
79. Baudez, J.-C., R.K. Gupta, N. Eshtiaghi, and P. Slatter, **The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge : strong similarities with soft-glassy materials**. *Water Research*, 2013. **47** (1): p. 173-180.
80. Leonard, A., **Etude du séchage convectif de boues de station d'épuration - Suivi de la texture par microtomographie à rayon X**, Département de Chimie Appliquée. 2002, Université de Liège. Liège.
81. Léonard, A., P. Vandevenne, T. Salmon, P. Marchot, and M. Crine, **Wastewater Sludge Convective Drying: Influence of Sludge Origin**. *Environmental Technology*, 2004. **25** (9): p. 1051-1057.
82. Mikkelsen, L.H. and K. Keiding, **The shear sensitivity of activated sludge: an evaluation of the possibility for a standardised floc strength test**. *Water Research*, 2002. **36** (12): p. 2931-2940.
83. Sanin, D.F., **Effect of solution physical chemistry on the rheological properties of activated sludge**. *Water Science* 2002. **28**: p. 207-212.
84. Devesvre , L., **Caractérisation rhéologique de boues de station d'épuration : influence de caractéristiques physico-chimiques et de la procédure.**, Faculté des Sciences et Techniques. Marseille. 2010, Université Paul Cezanne Aix Marseille III.
85. Li, T., Y. Wang, and Y. Dong, **Effect of solid contents on the controlled shear stress rheological properties of different types of sludge**. *Journal of Environmental Sciences*, 2012. **24** (11): p. 1917-1922.
86. Grant Allen, D. and C.W. Robinson, **Measurement of rheological properties of filamentous fermentation broths**. *Chemical Engineering Science*, 1990. **45** (1): p. 37-48.
87. Léonard , A., **Etude du séchage convectif de boues de station d'épuration- Suivi de la texture par microtomographie a rayon X**, Faculté des Sciences Appliquées. 2002, Université de Liège. Liège.
88. Danckwerts, P.V., **Continuous flow systems : distribution of residence times**. *Chemical Engineering Science*, 1953. **2** (1): p. 1-13.
89. Levenspiel, O., **Chemical reaction engineering**. 1999. Hardcover. 688.
90. Torres, A.P. and F.A.R. Oliveira, **Residence time distribution studies in continuous thermal processing of liquid foods: a review**. *Journal of Food Engineering*, 1998. **36** (1): p. 1-30.
91. Marreto, R.N., M.P.G. Peixoto, L.A. Tacon, and L.A.P. Freitas, **Paste residence time in a spouted bed dryer. I : the stimulus-response methodology**. *Drying Technology*, 2007. **25** (5): p. 821-830.
92. Ziegler, G.R. and C.A. Aguilar, **Residence time distribution in a co-rotating, twin-screw continuous mixer by the step change method**. *Journal of Food Engineering*, 2003. **59** (2-3): p. 161-167.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

93. Sudah, O.S., A.W. Chester, J.A. Kowalski, J.W. Beeckman, and F.J. Muzzio, **Quantitative characterization of mixing processes in rotary calciners**. Powder Technology, 2002. **126** (2): p. 166-173.
94. Mu, B. and M.R. Thompson, **Examining the mechanics of granulation with a hot melt binder in a twin-screw extruder**. Chemical Engineering Science, 2012. **81** (0): p. 46-56.
95. Bi, C. and B. Jiang, **Study of residence time distribution in a reciprocating single-screw pin-barrel extruder**. Journal of Materials Processing Technology, 2009. **209** (8): p. 4147-4153.
96. Kumar, A., G.M. Ganjyal, D.D. Jones, and M.A. Hanna, **Digital image processing for measurement of residence time distribution in a laboratory extruder**. Journal of Food Engineering, 2006. **75** (2): p. 237-244.
97. Marikh, K., H. Berthiaux, V. Mizonov, E. Barantseva, and D. Ponomarev, **Flow analysis and markov chain modelling to quantify the agitation effect in a continuous powder mixer**. Chemical Engineering Research and Design, 2006. **84** (11): p. 1059-1074.
98. Carneiro, O.S., J.A. Covas, J.A. Ferreira, and M.F. Cerqueira, **On-line monitoring of the residence time distribution along a kneading block of a twin-screw extruder**. Polymer Testing, 2004. **23** (8): p. 925-937.
99. Larochette, M., D. Graebing, D. Nasri, and F. Leonardi, **Optimization of the polymer foam process by the residence time distribution approach**. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2009. **48** (10): p. 4884-4891.
100. Harris, A.T., R.B. Thorpe, and J.F. Davidson, **Stochastic modelling of the particle residence time distribution in circulating fluidised bed risers**. Chemical Engineering Science, 2002. **57** (22-23): p. 4779-4796.
101. Prat, L., P. Guiraud, L. Rigal, and C. Gourdon, **Two phase residence time distribution in a modified twin screw extruder**. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 1999. **38** (1): p. 73-83.
102. Iwe, M.O., D.J. Van Zuilichem, P.O. Ngoddy, and C.C. Ariahu, **Residence time distribution in a single-screw extruder processing soy-sweet potato mixtures**. LWT - Food Science and Technology, 2001. **34** (7): p. 478-483.
103. Seker, M., **Residence time distributions of starch with high moisture content in a single-screw extruder**. Journal of Food Engineering, 2005. **67** (3): p. 317-324.
104. Nwabueze, T. and M. Iwe, **Residence time distribution (RTD) in a single screw extrusion of african breadfruit mixtures**. Food and Bioprocess Technology, 2010. **3** (1): p. 135-145.
105. Oberlehner, J., P. Cassagnau, and A. Michel, **Local residence time distribution in a twin screw extruder**. Chemical Engineering Science, 1994. **49** (23): p. 3897-3907.
106. Ainsworth, P., S. Ibanoglu, and G.D. Hayes, **Influence of process variables on residence time distribution and flow patterns of tarhana in a twin-screw extruder**. Journal of Food Engineering, 1997. **32** (1): p. 101-108.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

107. Yeh, A.I. and Y.M. Jaw, **Predicting residence time distributions in a single screw extruder from operating conditions.** Journal of food engineering., 1999. **39** (1): p. 81-89.
108. Apruzzese, F., J. Pato, S.T. Balke, and L.L. Diosady, **In-line measurement of residence time distribution in a co-rotating twin-screw extruder.** Food Research International, 2003. **36** (5): p. 461-467.
109. Chao-Chi Chuang, G. and A.-I. Yeh, **Effect of screw profile on residence time distribution and starch gelatinization of rice flour during single screw extrusion cooking.** Journal of Food Engineering, 2004. **63** (1): p. 21-31.
110. Nikitine, C., E. Rodier, M. Sauceau, and J. Fages, **Residence time distribution of a pharmaceutical grade polymer melt in a single screw extrusion process.** Chemical Engineering Research and Design, 2009. **87** (6): p. 809-816.
111. Baron, R., P. Vauchel, R. Kaas, A. Arhaliass, and J. Legrand, **Dynamical modelling of a reactive extrusion process: Focus on residence time distribution in a fully intermeshing co-rotating twin-screw extruder and application to an alginate extraction process.** Chemical Engineering Science, 2010. **65** (10): p. 3313-3321.
112. Harris, A.T., J.F. Davidson, and R.B. Thorpe, **The influence of the riser exit on the particle residence time distribution in a circulating fluidised bed riser.** Chemical Engineering Science, 2003. **58** (16): p. 3669-3680.
113. Berni, J.o.P.V. and L.A.P. Freitas, **Paste residence time in a spouted bed dryer. II : effect of spout operational conditions.** Drying Technology, 2007. **25** (5): p. 831-839.
114. Osorio-Revilla, G., T. Gallardo-Velázquez, A. Ramírez-Torres, and Y. Rivera-Espinoza, **Residence time distribution in spouted bed drying of maltodextrin solutions on a bed of inert particles.** The Canadian Journal of Chemical Engineering, 2011. **90** (1): p. 153-162.
115. Kieviet, F. and P.J.A.M. Kerkhof, **Measurements of particle residence time distributions in A co-current spray dryer.** Drying Technology, 1995. **13** (5-7): p. 1241-1248.
116. Abouzeid, A.Z.M., D.W. Fuerstenau, and K.V. Sastry, **Transport behavior of particulate solids in rotary drums : scale-up of residence time distribution using the axial dispersion model.** Powder Technology, 1980. **27** (2): p. 241-250.
117. Hatzilyberis, K.S. and G.P. Androutsopoulos, **An RTD study for the flow of lignite particles throught a pilot rotary dryer part I: Bare drum case.** Drying Technology, 1999. **17** (4-5): p. 759-774.
118. Li, S.Q., Y. Chi, R.D. Li, J.H. Yan, and K.F. Cen, **Axial transport and residence time of MSW in rotary kilns : Part II. Theoretical and optimal analyses.** Powder Technology, 2002. **126** (3): p. 228-240.
119. Peixoto, M.P.G., A.P.R. Monteiro, and L.A.P. Freitas. **Particle residence time distributions in circulating fluidised beds.** 14 th International Drying Symposium. 2004. Sao Paulo, Brazil.
120. Sivashanmugam, P. and S. Sundaram, **Residence time distribution studies in annular circulating fluidised bed drier.** Powder Technology, 2000. **107** (3): p. 256-258.

Chapitre 2 : Etude bibliographique

121. De Ruyck, H., **Modelling of the residence time distribution in a twin screw extruder**. Journal of Food Engineering, 1997. **32** (4): p. 375-390.
122. Duchesne, C., J. Thibault, and C. Bazin, **Modeling of the solids transportation within an Industrial rotary dryer : a simple model**. Industrial & Engineering Chemistry Research, 1996. **35** (7): p. 2334-2341.
123. Renaud, M., J. Thibault, and P.I. Alvarez, **Influence of solids moisture content on the average residence time in a rotary dryer**. Drying Technology, 2001. **19** (9): p. 2131-2150.
124. Schneider, P.A., M.E. Sheehan, S.T. Brown, K. Andrzej, and T. Ilkka, **Modelling the dynamics of solids transport in flighted rotary dryers**, Computer Aided Chemical Engineering. 2003, Elsevier. p. 911-916.
125. Reyes, A. and H. Castro. **Residence time distribution in a fluidized bed dryer**. 14th International Drying Symposium. 2004. Sao Paulo, Brazil.
126. Renstrom, R., **Mean residence time and residence time distribution when sawdust is dried in continuous dryers**. Drying Technology, 2008. **26** (12): p. 1457-1463.
127. Gupta, M., J. Yang, S. Matral, and C. Roy, **Flow characterization of moving and stirred bed vacuum pyrolysis reactor from RTD studies**. Chemical Engineering Research and Design, 2004. **82** (1): p. 34-42.
128. Tazaki, M., H. Tsuno, M. Takaoka, and K. Shimizu, **Modeling of sludge behavior in a steam dryer**. Drying Technology, 2011. **29** (14): p. 1748-1757.
129. Daud, W.R.B.W. and W.D. Armstrong, **Residence time distribution of the drum dryer**. Chemical Engineering Science, 1988. **43** (9): p. 2399-2405.
130. Harris, A.T., J.F. Davidson, and R.B. Thorpe, **Particle residence time distributions in circulating fluidised beds**. Chemical Engineering Science, 2003. **58** (11): p. 2181-2202.
131. Andreux, R.g., G. Petit, M. Hemati, and O. Simonin, **Hydrodynamic and solid residence time distribution in a circulating fluidized bed : experimental and 3D computational study**. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2008. **47** (3): p. 463-473.
132. Jeantet, R., F. Ducept, A. Dolivet, S. Méjean, and P. Schuck, **Residence time distribution: a tool to improve spray-drying control**. Dairy Science & Technology, 2008. **88** (1): p. 31-43.
133. Ducept, F., M. Sionneau, and J. Vasseur, **Superheated steam dryer : simulations and experiments on product drying**. Chemical Engineering Journal, 2002. **86** (1-2): p. 75-83.
134. Pant, H.J., **Radioisotope tracer study in an indirectly heated rotary dryer**. Nukleonika, 2002. **47** (4): p. 173-176.
135. Sherritt, R.G., J. Chaouki, A.K. Mehrotra, and L.A. Behie, **Axial dispersion in the three-dimensional mixing of particles in a rotating drum reactor**. Chemical Engineering Science, 2003. **58** (2): p. 401-415.
136. Song, Y., J. Thibault, and T. Kudra, **Dynamic characteristics of solids transportation in rotary dryers**. Drying Technology, 2003. **21** (5): p. 755-773.

137. Gao, Y., F.J. Muzzio, and M.G. Ierapetritou, **A review of the residence time distribution (RTD) applications in solid unit operations**. Powder Technology, 2012. **228** (0): p. 416-423.
138. Jager, T., P. Santbulte, and D.J. van Zuilichem, **Residence time distribution in kneading extruders**. Journal of Food Engineering, 1995. **24** (3): p. 285-294.
139. Zuilichem, D.J., E. Kuiper, W. Stolp, and T. Jager, **Mixing effects of constituting elements of mixing screws in single and twin screw extruders**. Powder Technology, 1999. **106** (3): p. 147-159.
140. Waje, S.S., B.N. Thorat, and A.S. Mujumdar, **Hydrodynamic characteristics of a pilot-scale screw conveyor dryer**. Drying Technology, 2007. **25** (4): p. 609-616.
141. Makokha, A.B., M.H. Moys, and M.M. Bwalya, **Modeling the RTD of an industrial overflow ball mill as a function of load volume and slurry concentration**. Minerals Engineering, 2011. **24** (3-4): p. 335-340.
142. Britton, P.F., M.E. Sheehan, and P.A. Schneider, **A physical description of solids transport in flighted rotary dryers**. Powder Technology, 2006. **165** (3): p. 153-160.
143. Makokha, A.B., M.H. Moys, and M.M. Bwalya, **Modeling the RTD of an industrial overflow ball mill as a function of load volume and slurry concentration**. Minerals Engineering, 2004. **24** (3-4): p. 335-340.
144. Villiermaux, J., **Génie de la réaction chimique : conception et fonctionnement des réacteurs** 1993, Nancy. Tec and Doc.
145. Kumar, A., G.M. Ganjyal, D.D. Jones, and M.A. Hanna, **Modeling residence time distribution in a twin-screw extruder as a series of ideal steady-state flow reactors**. Journal of Food Engineering, 2008. **84** (3): p. 441-448.
146. Cholette, A. and L. Cloutier, **Mixing efficiency determinations for continuous flow systems**. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 1959. **37** (3): p. 105-112.
147. Renaud, M., J. Thibault, and A. Trusiak, **Solids transportation model of an industrial rotary dryer** Drying Technology, 2000. **18** (4-5): p. 843-865.
148. Sheehan, M.E., P.F. Britton, and P.A. Schneider, **A model for solids transport in flighted rotary dryers based on physical considerations**. Chemical Engineering Science, 2005. **60** (15): p. 4171-4182.
149. Ponomarev, D., E. Rodier, M. Sauceau, C.m. Nikitine, V. Mizonov, and J. Fages, **Modelling non-homogeneous flow and residence time distribution in a single-screw extruder by means of Markov chains**. Journal of Mathematical Chemistry, 2012. **50** (8): p. 2141-2154.
150. Djerroud, D., **Modélisation Markovienne du séchage continu par contact avec agitation**, Génie des procédés et de l'Environnement. 2010, Univesity of Toulouse. Toulouse.

o Chapitre 3 : Caractérisation des boues de station d'épuration

Contenu

1. Introduction	74
2. Origine des boues utilisées	75
2.1. Description de la station d'épuration d'Albi	75
2.2. Prélèvement et conditionnement des échantillons	79
3. Préparation des boues	80
3.1. Pré-cisaillement	80
3.2. Flocculation	80
3.3. Centrifugation	81
3.4. Séchage	82
4. Méthodes de caractérisation	85
4.1. Caractérisation rhéologique	85
4.2. Distribution granulométrique	89
4.3. Potentiel zêta	91
5. Influence de la digestion	92
6. Effet du pré-cisaillement de la boue	93
6.1. Comparaison des boues digérée et non digérée	93
6.2. Effet de la vitesse et du temps de pré-cisaillement sur la boue non digérée	100
6.3. Synthèse des observations	101
7. Effet de la concentration en matière sèche	102
7.1. Flocculation	102
7.2. Centrifugation	111
8. Conclusion	116
9. Bibliographie	118

1. Introduction

Lors du séchage, la boue subit un changement de structure et passe de l'état liquide à l'état pâteux puis à l'état solide. Ce changement est lié principalement à la perte en eau du produit lors du séchage. Afin de mieux comprendre l'évolution du comportement textural d'une boue au cours de ce processus, il est donc important de développer des techniques de caractérisation rhéologique.

Comme nous l'avons vu précédemment, de nombreuses études rhéologiques ont été réalisées sur les boues de station d'épuration dont la siccité n'excède pas les 10 %, c'est-à-dire des boues considérées comme liquides [1]. En effet, la plupart de ces études se sont intéressées à des boues provenant des étapes situées en amont de l'étape de déshydratation mécanique par centrifugeuse ou filtre presse. De plus, elles ont été réalisées en mode permanent et ont donc permis d'obtenir des courbes d'écoulement du produit à l'état fluide. Cependant, l'équipe de Baudez a démontré à quel point la conduite des mesures en mode permanent devient difficile lorsque la concentration en matière sèche est supérieure à 10 % [2,3]. En effet, si la mesure n'est pas réalisée avec précaution, des phénomènes de creusement et de glissement peuvent rapidement apparaître et par conséquent biaiser les interprétations [3].

Dans cette étude, des mesures en mode dynamique sont utilisées. Elles permettent la caractérisation des propriétés viscoélastiques d'un matériau et donc l'obtention d'informations sur sa structure. L'intérêt de ce type de mesures, par rapport au mode permanent, est que le matériau n'est pas mis en écoulement. Des déformations beaucoup plus faibles sont appliquées au matériau et les phénomènes de creusement et de glissement sont donc réduits, voire absents.

Les boues utilisées dans ce travail proviennent de la station d'épuration d'Albi. Dans un premier temps, nous avons travaillé sur des boues d'aération prolongée. Mais, du fait de la mise en service du digesteur un an après le début de nos travaux, nous avons pu comparer ces mêmes boues après digestion.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

Au cours du séchage par contact avec agitation, la boue est soumise à un fort cisaillement afin, en particulier, d'assurer la qualité des échanges thermiques. C'est pourquoi, dans un premier temps, cette étude s'applique à étudier l'influence d'un cisaillement intense sur la rhéologie de boues.

Dans un second temps, l'objectif est d'étudier l'évolution des propriétés rhéologiques des boues en fonction de leur concentration en matières sèches. Afin de mieux comprendre les propriétés du matériau, il paraissait intéressant de travailler sur des boues prélevées en amont de la déshydratation mécanique pour pouvoir ensuite obtenir une large gamme de concentrations en matières sèches. Le choix a donc été fait d'étudier ces boues au cours des étapes de floculation et de centrifugation. Afin de tenir compte de la réalité du procédé utilisé à la STEP d'Albi, deux floculants différents sont testés selon le type de la boue étudiée.

Même si la caractérisation est centrée sur les aspects rhéologiques, d'autres techniques de caractérisation sont également utilisées afin d'apporter des compléments d'information sur la structure des boues. Ainsi, des mesures granulométriques permettent de caractériser les tailles des éléments constitutifs des boues. Enfin, des mesures de potentiel zêta nous renseignent sur l'état d'avancement de l'étape de floculation.

2. Origine des boues utilisées

Après une rapide description de la station d'épuration d'Albi et des filières de traitement mises en œuvre, les lieux de prélèvement et les caractéristiques des boues seront précisés.

2.1. Description de la station d'épuration d'Albi.

La station d'épuration d'Albi a traité en moyenne, sur l'année 2012, 12000 m³/j d'effluent provenant de la ville d'Albi et des communes d'Arthès, Cambon, Cunac, Lescure d'Albigeois, Le Sequestre, Puygouzon et Saint-Juéry. Elle a été dimensionnée pour traiter les eaux usées de 91000 équivalent-habitants (EH) et fonctionne actuellement pour 60000 EH. C'est une station de type urbain, ce qui signifie que les effluents traités sont de nature domestique. Elle possède trois filières parallèles de traitement des effluents :

- une filière de traitement de l'eau,
- une filière de traitement de la boue,

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

- une filière de traitement de l'air.

Pour la suite, la description des différentes étapes de traitement sera focalisée uniquement sur les filières de traitement de l'eau et de la boue. Elles sont illustrées sur la **Figure 1**. Les valeurs correspondent à celles de la station d'épuration d'Albi sur l'ensemble de l'année 2012.

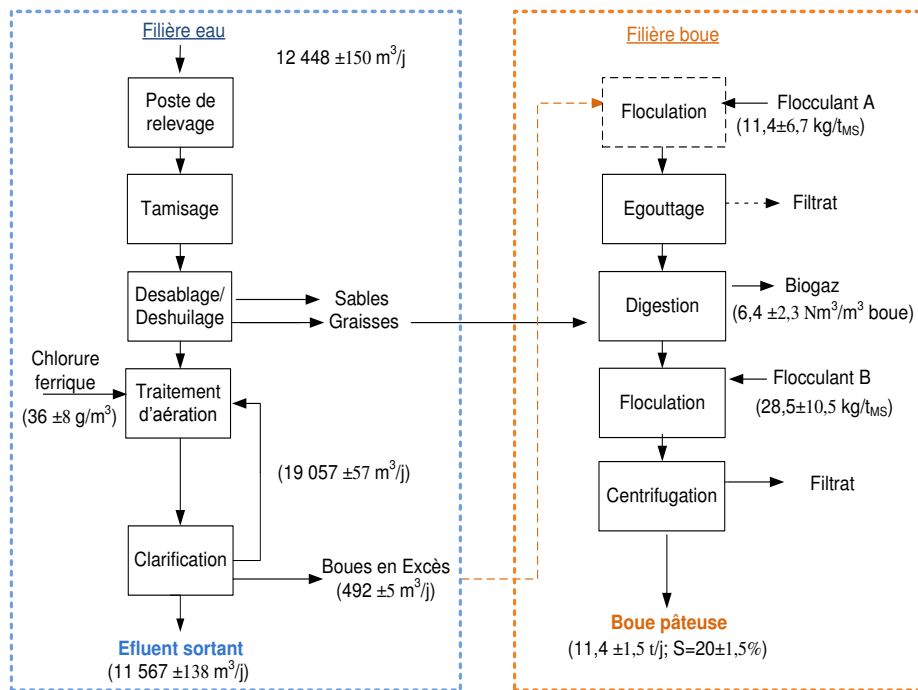


Figure 1: Schéma de fonctionnement de la station d'épuration d'Albi.

2.1.1. Filière de traitement de l'eau

a) Tamisage/désablage/déshuilage

En arrivant à la station d'épuration, l'eau polluée commence par subir plusieurs opérations de prétraitement physique. Une première opération de tamisage consiste à retenir divers objets dont la taille est supérieure au centimètre. Les deux opérations suivantes, réalisées dans un même bassin, permettent de retirer les sables et graviers ainsi qu'une partie des graisses présentes dans l'eau à traiter. En utilisant de l'air, le retrait des sables et des graviers se fait par entraînement au fond du bassin. Un pont roulant muni de racleurs en surface retire les huiles et graisses flottantes qui sont ensuite acheminées jusqu'au digesteur de la station.

b) Aération prolongée

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

L'eau polluée, issue des étapes de prétraitement physique, subit ensuite un traitement à la fois biologique et physico-chimique. Dans un bassin fortement brassé, la matière organique contenue dans l'eau brute est dégradée par des micro-organismes. Il y a alors production de biomasse (« boue »). Cette biomasse est placée alternativement en phase anoxie et aérobie ce qui permet une accumulation progressive du phosphore par les micro-organismes. Un appoint supplémentaire en chlorure ferrique permet le traitement physico-chimique du phosphore ($5,3 \pm 1,2 \text{ kg}_{\text{FeCl}_3\text{commercial}}/\text{kg}_{\text{Péliminé}}$) en se combinant aux ions phosphates à l'état colloïdal pour former un sel de FePO_4 , peu soluble dans l'eau, qui décante ensuite.

c) Clarification

Cette dernière étape de la filière de traitement de l'eau consiste à laisser décanter au fond d'un bassin la boue provenant de l'étape d'aération. Le surnageant épuré se déverse dans des rigoles qui l'amènent directement dans la rivière Tarn. La boue décantée est, en grande partie, recirculée vers le bassin d'aération de façon à maintenir sans cesse une population bactérienne. Le reste de la boue est extrait et dirigé vers la filière de traitement de la boue. On estime que l'âge de la boue qui est soutirée est de 21 jours. Le **Tableau 1** récapitule les normes qui doivent être respectées et les rendements réels calculés sur l'année 2012.

Tableau 1 : Rendements minimums à respecter et rendements réels de la station d'épuration d'Albi.

Normes de rejet	Rendements minimums (%)	*Rendements de la STEP d'Albi (%)
DBO ₅	80	98,3 ± 0,8
DCO	75	96,1 ± 1,1
MES	90	98,6 ± 0,7
NTK	70	91,0 ± 3
Pt	80	79,1 ± 11,5

*Calculé sur l'année 2012 du 1^{er} janvier au 31 décembre

DBO₅ : demande biologique en oxygène ; DCO : demande chimique en oxygène ;
MES : matières en suspension ; NTK : azote total réduit ; Pt : phosphore total.

2.1.2. Filière de traitement de la boue

a) Flocculation / égouttage

Les boues extraites de l'étape de clarification ont une siccité de 0,5 à 0,6 %. Elles subissent ensuite une étape de flocculation et d'égouttage afin de réduire leur volume. Les boues sont

mélangées avec un agent flocculant (polyelectrolyte) qui permet d'agréger les particules présentes dans la boue qui vont, en se liant aux polymères, créer des floccs de grande taille. Les boues sont ensuite déversées sur une toile filtrante qui permet l'égouttage de celles-ci. Les boues épaissies, sortant avec une siccité d'environ 6 %, sont ensuite dirigées vers l'étape de digestion.

b) Digestion

L'opération de digestion consiste à traiter les boues par une population bactérienne dans une cuve fermée et agitée en permanence. Les boues subissent ce traitement à une température de 37-38°C en l'absence d'oxygène. La digestion est donc dite « anaérobie ». Le temps de séjour moyen de la boue dans l'installation est de 20 jours. La dégradation de la matière organique induit la production de biogaz composé principalement de méthane et de dioxyde de carbone. En moyenne, $360 \pm 13 \text{ Nm}^3$ de biogaz sont produits par jour à partir de $55 \pm 0,5 \text{ m}^3$ de boue épurée ($6,4 \pm 2,3 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$ de boue). Cette étape permet la réduction du volume de boue à traiter ensuite. La siccité de la boue en sortie de digesteur est d'environ 4 %.

c) Flocculation et déshydratation par centrifugation

Les boues soutirées du digesteur finissent par subir une étape de déshydratation mécanique. Pour cela, un second agent flocculant est ajouté à la boue avant la centrifugation. Cela permet de séparer une dernière fraction de l'eau contenue dans le matériau. La boue passe ainsi d'une siccité d'environ 4 % à une siccité allant de 20 à 23 % selon les conditions de fonctionnement de la centrifugeuse et la qualité de l'étape de flocculation. En sortie de la station d'épuration d'Albi, 41 % de la boue pâteuse obtenue après l'étape de centrifugation est valorisée en épandage (après chaulage) et 59 % est utilisée en compostage.

2.2. Prélèvement et conditionnement des échantillons

Pour cette étude, des échantillons de boue ont été prélevés en différents points de la filière boue. Les siccités, les teneurs en eau et les concentrations en matières organiques et en matières minérales des différents échantillons sont listés dans le **Tableau 2**. Les concentrations en matières organiques et minérales sont déterminées à partir de la matière sèche. La concentration en matières minérales est obtenue en plaçant une masse m_{MS} de matières sèches dans un four à 550°C pendant 2 heures et s'exprime selon l'**Equation 1** :

$$MM = \frac{m_{550}}{m_{MS}} \quad \text{Equation 1}$$

m_{550} est la masse restante pesée après refroidissement. La concentration en matière organique s'exprime quant à elle selon l'**Equation 2** :

$$MO = \frac{m_{MS} - m_{550}}{m_{MS}} \quad \text{Equation 2}$$

Les boues faiblement concentrées ont été prélevées en entrée et en sortie de l'étape de digestion. Elles ont été caractérisées le jour même de leur prélèvement en station d'épuration. Les boues pâteuses ont été prélevées en sortie de déshydratation mécanique. Ces boues pâteuses ont été conservées en chambre froide (pendant au minimum 48 h, sauf pour quelques cas spécifiés). Elles ont ensuite été sorties de la chambre froide au minimum 1 h avant toute utilisation pour que leur température revienne à l'ambiante.

Tableau 2 : Caractéristiques des différentes boues prélevées en station d'épuration.

	Boue non-digérée Entrée digesteur	Boue digérée Sortie digesteur	Boue non-digérée Sortie centrifugeuse	Boue digérée Sortie centrifugeuse
S(%)	6,25±0,6	3,5±0,19	20,8±0,01	21,5±0,01
X(kg_{eau}/kg_{MS})	15±1,44	27,57±1,49	3,81±0,001	3,65±0,001
MO (%_{MS})	73,17±1,6	64,1±1,9	78,8±1,8	65,9±0,98
MM (%_{MS})	26,83±1,5	35,9±1,9	21,2±1,7	34,1±0,98

3. Préparation des boues

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes intéressés aux effets du cisaillement et de la concentration en matières sèches sur les propriétés des boues étudiées. Pour étudier ces paramètres, différentes opérations ont dû être appliquées aux boues. En particulier, pour disposer d'une plus large gamme de concentrations en matières sèches, il a été décidé de mettre en œuvre des étapes de floculation et de centrifugation. De plus, l'effet du cisaillement a également été quantifié lors d'essais de séchage en discontinu. Dans cette partie, nous allons donc décrire les différents dispositifs et protocoles utilisés afin de préparer les échantillons de boues qui seront ensuite caractérisés.

3.1. Pré-cisaillement

Le cisaillement a été obtenu à l'aide d'un mélangeur planétaire (Dito Sama, Sensils, France). Une masse d'environ 500 g de boues a été placée dans le mélangeur et a été soumise à un pré-cisaillement à une vitesse allant de 40 à 200 tr/min pour des durées de 2 à 20 minutes.

3.2. Floculation

Deux flocculants commerciaux, identiques à ceux utilisés à la station d'épuration, ont été utilisés pour l'étape de floculation. Le flocculant BASF Zetag® 8868 (60 % de réticulation et 80 % de cationicité) est utilisé pour la floculation de la boue non digérée (prélevée en entrée de digesteur) et le flocculant BASF Zetag® 9018 (10 % de réticulation et 80 % de cationicité) est utilisé pour la floculation de la boue digérée (prélevée en sortie du digesteur). Les deux flocculants se présentent sous la forme d'émulsions. Avant utilisation, ils sont dilués dans de l'eau déminéralisée pendant 1 h sous forte agitation (200 tr/min) de façon à assurer une bonne dispersion. Les solutions préparées ont une concentration allant de 3 à 6 g/L de flocculant. Ces solutions sont ensuite utilisées dans les 24 h qui suivent leur préparation.

Le protocole utilisé pour la floculation est illustré sur la **Figure 2**. Ce protocole a été adapté de celui développé par Dihang pour la floculation de suspensions d'argile [4]. Il se compose de quatre étapes successives : une première étape où 250 à 300 ml de boue sont agités à 200 tr/min pendant 5 minutes de façon à homogénéiser le milieu. La quantité de flocculant

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

souhaitée est ensuite injectée en un temps court (<10 s) tout en maintenant l'agitation. Le volume injecté correspond à 10 % du volume de boue à flocculer. L'agitation est ensuite maintenue constante pendant 5 minutes de façon à assurer une bonne mise en contact du flocculant avec la boue. Une phase sous agitation lente à 30 tr/min pendant 15 minutes est ensuite réalisée afin d'assurer l'agrégation avant que n'intervienne la phase de décantation sans agitation pendant 30 minutes.

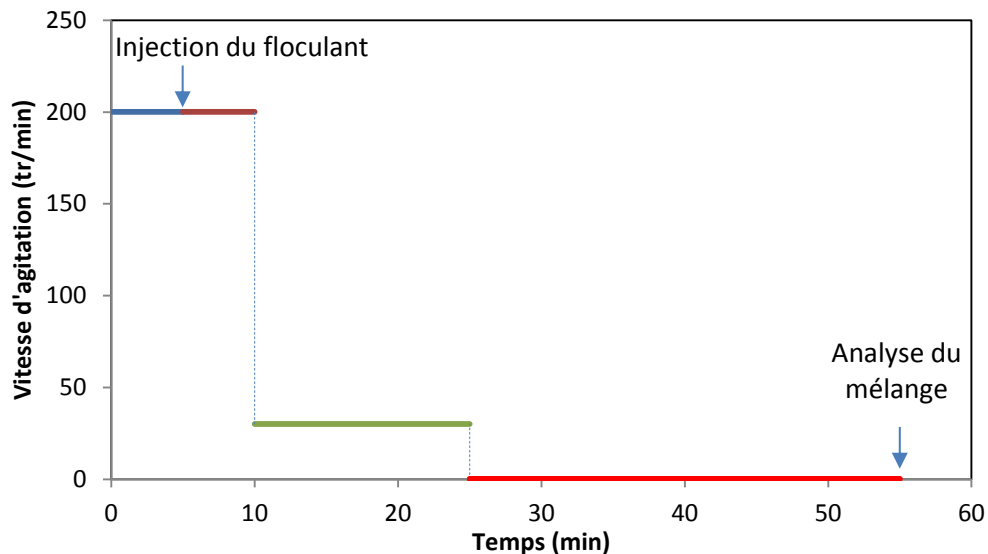


Figure 2 : Protocole de floculation sur jar test des deux boues de station d'épuration.

Jusqu'à une certaine concentration en flocculant, une seule phase subsiste. La distribution granulométrique et les caractéristiques rhéologiques sont déterminées directement sur cette phase. Le potentiel zêta est quant à lui mesuré après une filtration de ce mélange en utilisant des filtres en cellulose. Au-delà de la concentration limite en flocculant, le mélange se sépare en deux phases visibles (la boue flocculée et le surnageant). Le surnageant est alors séparé de la boue flocculée par drainage. Une mesure du potentiel zêta s'effectue sur le surnageant et la distribution granulométrique ainsi que les caractéristiques viscoélastiques sont déterminées sur la boue flocculée. Des essais ont démontré que la filtration du surnageant par les filtres ne modifie pas la valeur du potentiel zêta. Toutes ces mesures sont réalisées dans les 24 h qui suivent le prélèvement de la boue en station d'épuration.

3.3. Centrifugation

La centrifugation a été réalisée sur deux centrifugeuses de laboratoire (Centrifuges sigma 3-16 et sigma 2K15). Les échantillons de boues ont été conditionnés dans des tubes à centrifuge de 50 ml

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

et des vitesses de 3400 g et 10 000 g ont été utilisées pendant différentes durées (15 min à 3 h) afin d'obtenir des concentrations finales en matières sèches sur une large gamme.

3.4. Séchage

3.4.1. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est un séchoir discontinu (**Figure 3** et **Figure 4**). Ce dispositif a été mis au point et utilisé lors de précédents travaux de thèse au centre RAPSODEE sur le séchage de boues de station d'épuration [5-7].



Figure 3 : Photographie du séchoir discontinu [7].

Il est constitué d'une cuve en Téflon® haute de 200 mm, de diamètre intérieur 200 mm et de diamètre extérieur 230 mm. Cette cuve est vissée sur une plaque en inox de 10 mm d'épaisseur et 230 mm de diamètre, qui représente la paroi chaude du séchoir. La plaque en inox repose sur une plaque en cuivre de 10 mm d'épaisseur. Cette plaque en cuivre est posée sur deux plaques, entre lesquelles sont insérées les résistances électriques. Les résistances se présentent sous la forme de bâtonnets cylindriques (de diamètre 6,4 mm et de longueur 90 mm), chaque bâtonnet dissipant 250 W. La puissance totale installée est de 2500 W, soit une densité de flux de 8104 W.m^{-2} . La plaque inférieure est en inox pour limiter les pertes thermiques vers l'extérieur. Elle repose en outre sur un support isolant de 250 mm d'épaisseur. L'ensemble des plaques est fixé sur une plaque rectangulaire en aluminium solidaire de la boucle de séchage dans laquelle la maquette est insérée.

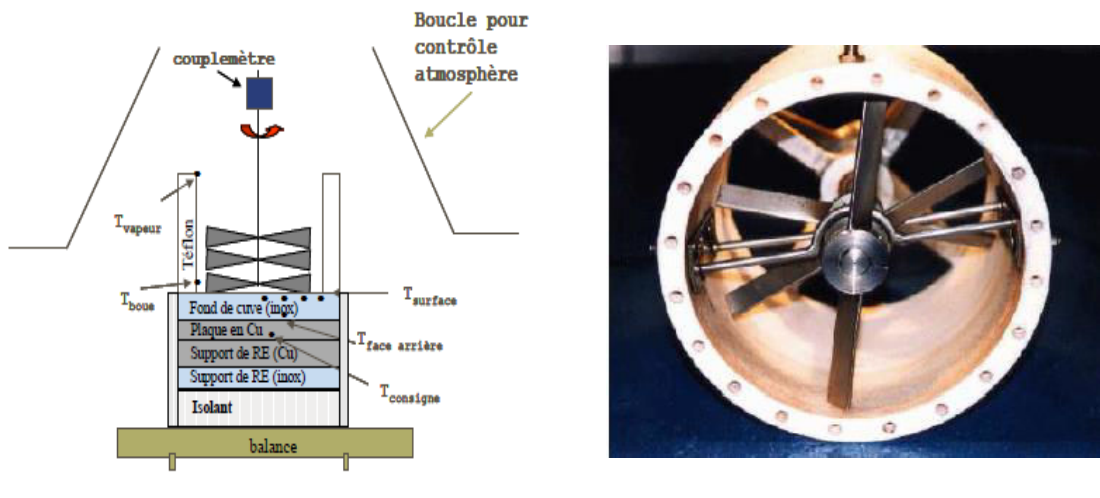


Figure 4 : Représentation du dispositif expérimental et photographie du mobile d'agitation [8].

Un capot métallique étanche ajouté à la boucle sépare la cuve de l'extérieur. Une plaque en plexiglas, intégrée à la partie supérieure du capot, permet de visualiser l'intérieur de la cuve. La boucle de séchage permet de contrôler la température, la nature de l'ambiance gazeuse et sa vitesse d'écoulement.

Un moteur asynchrone entraîne en rotation le dispositif d'agitation. Le réglage des vitesses se fait par l'intermédiaire d'un variateur de fréquences qui permet de régler la vitesse avec une précision de $0,1 \text{ tr.min}^{-1}$. Associé au moteur, un couple-mètre permet d'enregistrer les efforts mécaniques nécessaires pour maintenir une vitesse d'agitation constante au cours des essais. La gamme de fonctionnement de cet appareil est comprise entre 0 et 50 N.m avec une précision de 0,1 N.m. Le mobile d'agitation, représenté sur la **Figure 4**, est composé de trois couteaux granulateurs en acier inoxydable de 20 mm de large, 190 mm de long, 3 mm d'épaisseur et inclinés à 45° . Ils sont fixés sur l'axe d'agitation par des bagues de montage à vis, avec un écart vertical de 25 mm et un écart angulaire de 60° . Deux émotteurs, tiges métalliques de 6 mm de diamètre, vissés sur la cuve en Téflon® et disposés à mi-hauteur entre chaque couteau, traversent diamétralement la cuve.

3.4.2. Conditions opératoires

Les conditions opératoires retenues pour les expériences de séchage sont :

- vitesse de la vapeur d'eau surchauffée $v=0,3 \text{ m.s}^{-1}$,
- vitesse d'agitation $N=40 \text{ tr.min}^{-1}$,
- température de la plaque $T_p=160 \text{ °C}$,
- température de la vapeur $T_v= 130 \text{ °C}$,
- masse de boue introduite $M=2,7 \text{ kg}$.

3.4.3. Traitement des données

Le débit évaporatoire \dot{m}_{eau} , qui permet ensuite de déduire l'évolution de la siccité du produit au cours du séchage, est calculé à partir d'une méthode développée au laboratoire RAPSODEE [7,9], selon l'Equation 3 :

$$\begin{aligned} mC_p \frac{dT_p}{dt} &= \Phi_{conduction} + \Phi_{convection} - \dot{m}_{eau} \Delta H_{totale} \\ &= \Phi_{electrique} - \Phi_{pertes} + h_{conv} S_{échange} (T_v - T_p) - \dot{m}_{eau} \Delta h_{total} \end{aligned} \quad \text{Equation 3}$$

Le flux convectif $\Phi_{convection}$ est déduit du coefficient d'échange thermique h_{conv} et de la différence de température entre la vapeur d'eau et le produit $(T_v - T_p)$ durant le séchage moyennant la connaissance de la surface d'échange entre la vapeur et le produit $S_{échange}$. Le flux conductif $\Phi_{conduction}$ est pris en compte, à partir de la mesure de puissance électrique en prenant en compte le flux dû aux pertes avec le milieu ambiant $(\Phi_{electrique} - \Phi_{pertes})$. Il est ainsi possible de connaître la perte de masse instantanée en connaissant le flux de chaleur cédé au produit et l'expression de la chaleur de désorption en fonction de la siccité Δh_{total} .

Pour valider la méthode de calcul, des échantillons ont été prélevés lors d'une expérience. Comme le montre la Figure 5, le calcul permet une représentation acceptable de l'évolution de la siccité pendant le séchage.

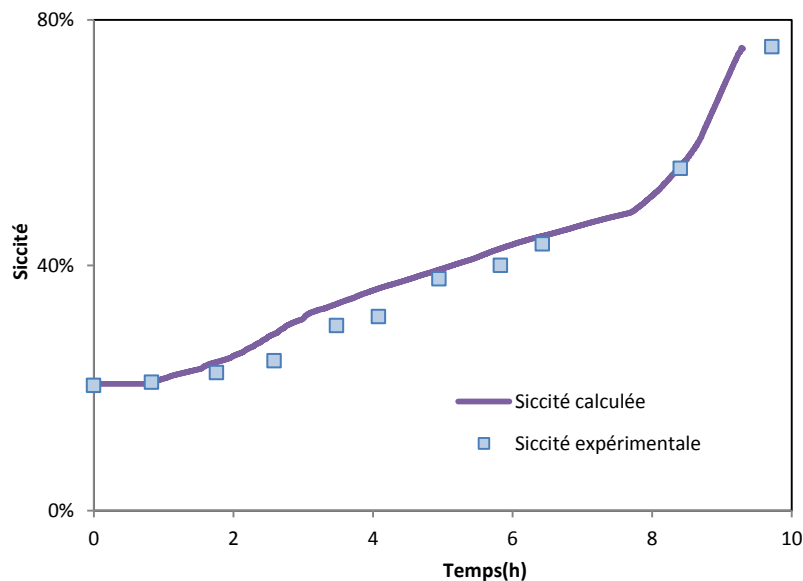


Figure 5 : Siccités mesurée et calculée à partir de la mesure de puissance électrique en fonction du temps de séchage pour la boue non-digérée.

4. Méthodes de caractérisation

Comme nous venons de le voir, les boues sont soumises à différentes opérations afin d'observer l'influence de paramètres opératoires sur leurs propriétés. Cette influence va être quantifiée à l'aide de plusieurs techniques de caractérisations : rhéologie, granulométrie et potentiel zêta.

4.1. Caractérisation rhéologique

Un rhéomètre à contrainte imposée (HAAKE Rheostress RS 150) a été utilisé pour réaliser les caractérisations rhéologiques (**Figure 6**). Ce rhéomètre permet la mesure des propriétés du produit en mode écoulement ou en mode dynamique, pour un couple variant de $0,5 \cdot 10^{-4}$ à 150 mNm et une fréquence variant de 0,0001 à 100 Hz. La température est contrôlée via un bain thermostaté alimenté en eau distillée et un système de chauffage électrique qui permet la régulation de la température de 5 à 90°C.

La géométrie utilisée pour cette étude est de type plan/plan. Cette géométrie est privilégiée car, contrairement aux géométries de type cônes/plan, l'entrefer peut être ajusté. Il est donc possible de choisir un entrefer supérieur à la taille des particules présentes dans le matériau de façon à éviter que la mesure ne soit perturbée [10]. De plus, la géométrie comporte des stries

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

qui permettent d'éviter les phénomènes de glissement (**Figure 6**). Afin de ne pas sortir de la gamme de couple tolérée par le rhéomètre, la géométrie doit être adaptée au produit étudié. En effet, plus la surface de la géométrie est petite, plus les forces appliquées et donc le couple déployé par le rhéomètre sont faibles. Selon les propriétés de la boue étudiée, deux diamètres ont donc été utilisés : 60 et 35 mm.

La préparation des échantillons avant mesure doit se faire toujours de la même manière. Pour cela, avant toute mesure, l'échantillon de boue est placé sur le plateau inférieur du rhéomètre. La vitesse de descente du plateau supérieur se fait ensuite lentement jusqu'à obtention de l'entrefer désiré. De façon à ne pas interférer avec les mesures, l'excédent de boue est délicatement retiré à l'aide d'une spatule. Une fois la mise en place effectuée, une période de repos d'une minute est imposée avant le début de la mesure. Pour chaque caractérisation, au minimum deux mises en place et donc deux mesures sont réalisées par échantillon.

Deux types de mesures dynamiques sont réalisés :

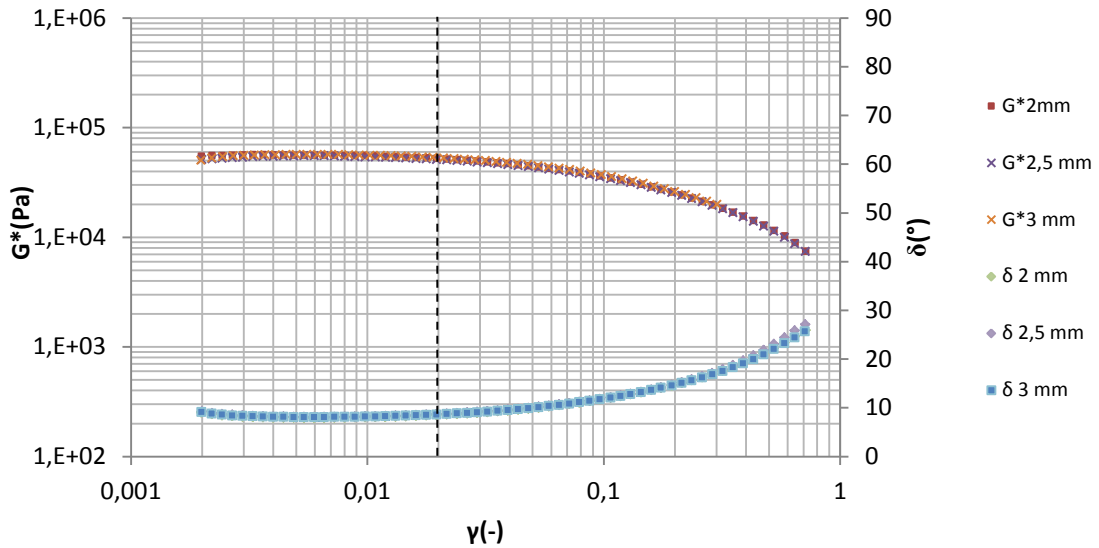
- une première en appliquant à fréquence ou à pulsation constante (1 Hz, soit $6,283 \text{ rad.s}^{-1}$) un balayage de déformation allant de 0,2 à 100 %, afin de déterminer le domaine de viscoélasticité linéaire.
- une seconde mesure, à une déformation constante dans le domaine de viscoélasticité linéaire (dans notre cas $\gamma=0,6 \%$), en faisant varier la pulsation.



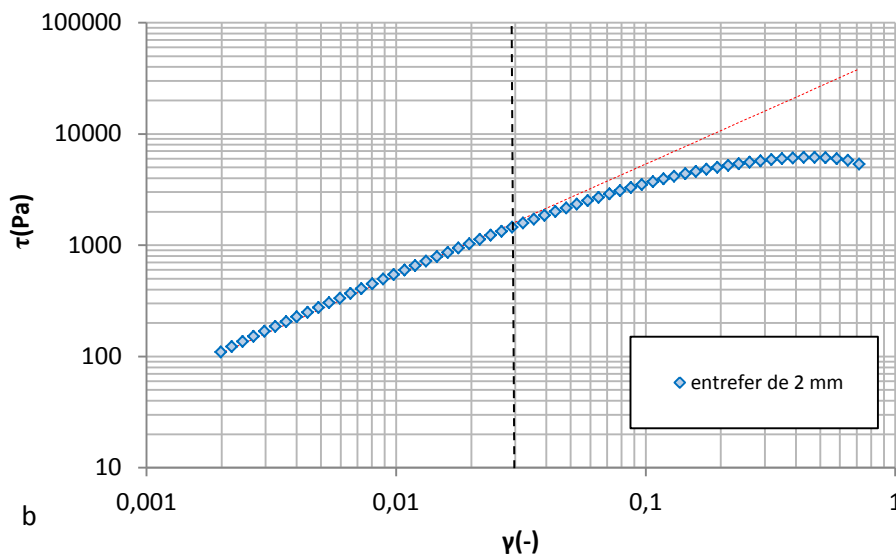
Figure 6: Photographie du Rhéomètre RS150 et d'une géométrie striée de type plan/plan.

4.1.1. Balayage de déformation

Trois balayages en déformation ont été réalisés pour différentes valeurs d'entrefer (2, 2,5 et 3 mm) sur une boue digérée ($S=21,5\%$) et sont présentés sur la **Figure 7-a**. Ces essais ont été réalisés pour s'assurer que les mesures ne dépendent pas de la taille de l'entrefer.



a



b

Figure 7: (a) Répétabilité des mesures sur la boue digérée ($21,5\%_{MS}$), pour plusieurs valeurs d'entrefer et (b) variation de la contrainte en fonction de la déformation pour une valeur d'entrefer.

Pour les trois valeurs d'entrefer utilisées les courbes se superposent. Dans la gamme de 2 à 3 mm, l'entrefer n'a donc pas d'influence sur le résultat et ce résultat est répétable.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

La courbe obtenue peut être divisée en deux régions :

- dans la première région, les modules complexes G' et G'' (et donc G^*) ainsi que l'angle de perte δ sont constants et ne dépendent pas de la déformation appliquée : c'est le domaine de viscoélasticité linéaire (**Figure 7-a**). Dans cette région, il existe alors une relation linéaire entre la contrainte et la déformation (**Figure 7-b**). La valeur du module de conservation G' est largement supérieure à celle du module visqueux G'' , puisqu'elle contribue à 98 % à la valeur du module complexe G^* . Ainsi, le comportement élastique est largement dominant sur le comportement visqueux et explique la faible valeur de l'angle de perte,

- dans la seconde région, au-dessus d'une valeur critique de déformation, les modules complexes G' et G'' diminuent (et donc G^*) alors que l'angle de perte δ augmente (**Figure 7-a**). La relation linéaire entre la déformation et la contrainte n'existe alors plus : c'est le régime non-linéaire (**Figure 7-b**).

Comme vu au **chapitre 2**, d'après certains auteurs, la contrainte associée à la déformation critique séparant les régions viscoélastiques linéaires et non linéaires peut être assimilée à la contrainte seuil d'écoulement τ_c déterminée par des mesures en mode permanent [11,12]. Dans cette étude, cette contrainte a été identifiée pour une diminution de 5 % de la valeur du module complexe G^* de la zone de viscoélasticité linéaire [13]. Pour chaque mesure, les valeurs des modules complexes, de l'angle de perte dans le régime linéaire ainsi que les valeurs de déformation et de contrainte critique sont répertoriées dans le **Tableau 3**.

Tableau 3 : Valeurs des modules complexes G' , G'' , G^* , de l'angle de perte de la région viscoélastique linéaire et valeurs critiques de déformation et de contrainte limite pour une boue digérée ($S=21,5\%$) et pour différentes valeurs d'entrefer.

Entrefer (mm)	G' (Pa)	G'' (Pa)	G^* (Pa)	δ (°)	γ_c (-)	τ_c (Pa)
2	55372	7903	55934	8,12	0,023	1187
2,5	53389	7806	53958	8,32	0,019	979
3	54039	8007	55619	8,29	0,021	1082
Moyenne	54 600 ± 1061	7 905 ± 100	55 170 ±1061	8,18 ± 0,11	0,021 ± 0,002	1083 ± 104

4.1.2. Balayage de pulsation

Une fois le domaine de viscoélasticité linéaire défini, un balayage en pulsation est réalisé pour une déformation constante choisie dans le domaine de viscoélasticité linéaire ($\gamma=0,006$). La **Figure 8** présente l'évolution de la déformation γ , des modules G' et G'' et de l'angle δ en fonction de la pulsation ω . Au-dessus de 628,3 rad/s, le rhéomètre rencontre des difficultés pour respecter la consigne de déformation. À partir de cette valeur de pulsation, les points ne seront plus considérés dans la suite de l'étude. Les valeurs de modules G' et G'' et l'angle sont quasiment constants et égaux à ceux du plateau de viscoélasticité linéaire.

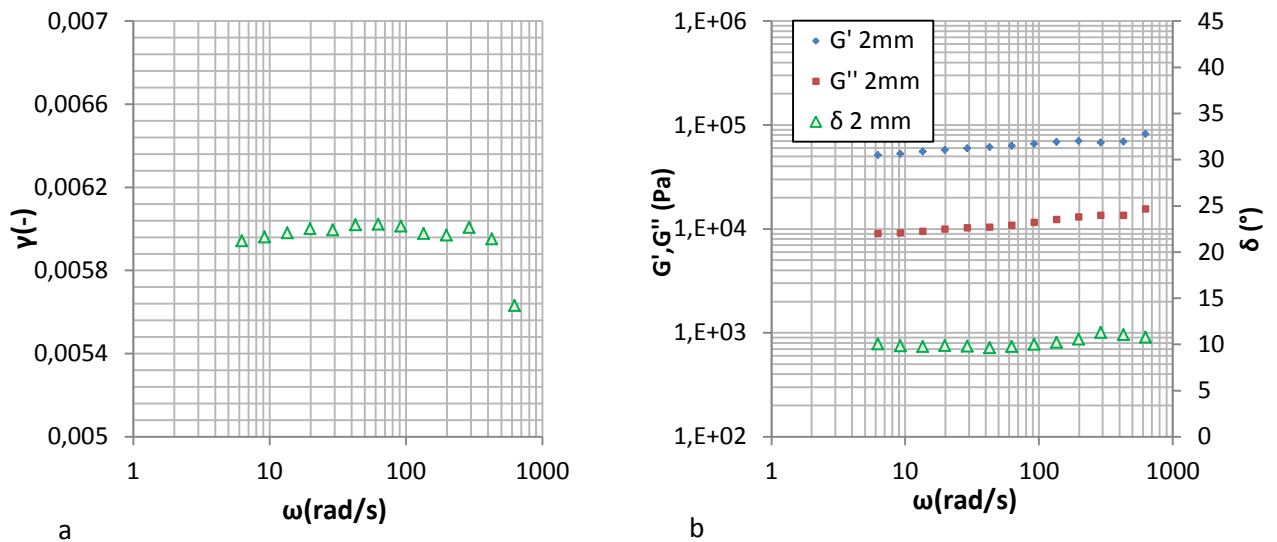


Figure 8 : Balayage en fréquence pour une boue pâteuse ($S=21,5$ % MS) : (a) déformation en fonction de la pulsation et (b) modules G' , G'' et angle de perte δ en fonction de la pulsation.

4.2. Distribution granulométrique

La distribution granulométrique des échantillons de boues a été déterminée en utilisant un granulomètre laser Mastersizer 2000 (Malvern instrument). Le traitement des données est réalisé à l'aide du logiciel Mastersizer.

Aujourd'hui, à notre connaissance, il n'existe pas de protocole standardisé ni de norme permettant la caractérisation de la granulométrie d'une boue de station d'épuration. Récemment, un workshop européen sur la granulométrie des boues s'est tenu à Agen. Il a permis de mettre en évidence la difficulté et la complexité de mise en œuvre de ce type de

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

mesures. Devant l'absence de méthodes normées, une méthode développée au sein du laboratoire RAPSODEE a été utilisée.

Cette technique de mesure est basée sur la diffraction et la diffusion d'un faisceau laser selon la théorie de Mie. Les interactions possibles entre un rayon lumineux et une particule sont illustrées par la **Figure 9**. Un faisceau laser traverse la cellule d'analyse et se propage jusqu'à ce qu'il rencontre une particule dont l'indice de réfraction est différent de celui de la phase continue (vapeur ou liquide). Ce changement d'indice crée une déviation du faisceau autour de la particule et génère un anneau de diffusion. Des capteurs mesurent alors l'angle et l'intensité du rayonnement reçu, qui vont donc dépendre du volume et du nombre des particules. En effet, l'angle de diffraction de la lumière évolue inversement à la taille des particules. Ceci signifie que les grosses particules diffractent la lumière sur de petits angles, alors que les petites particules le font sur de plus grands angles. La quantité de lumière diffractée est quant à elle proportionnelle au nombre de particules.

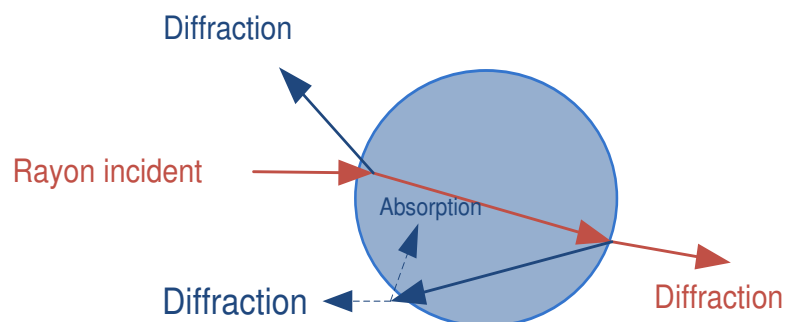


Figure 9 : Représentation des interactions possibles entre un rayon lumineux et une particule.

Les résultats ont été obtenus en voie humide. En pratique, cela signifie que l'échantillon de boue est dispersé dans 100 ml d'eau déminéralisée à l'aide d'un agitateur mécanique, puis des recirculations successives sont réalisées dans le système. La dispersion est faite de façon à obtenir un taux d'obscurcissement entre 20 % et 30 %, afin d'éviter que des phénomènes de multi-réflexion induisent des erreurs dans l'estimation de la distribution granulométrique. Pour que la théorie de Mie soit applicable, l'indice de réfraction réel du milieu continu est considéré (ici l'eau avec $n_{\text{eau}}=1,33$) et les indices de réfraction et d'absorption de la boue ont été fixés par défaut ($n_{\text{réfraction boue}}=1,52$ et $n_{\text{absorption boue}}=0,1$). Cinq mesures successives sont réalisées sur un même échantillon et deux échantillons sont utilisés pour la détermination de la granulométrie.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

Les tailles mesurées sont comprises entre 0,02 et 2000 μm . Le résultat, fourni par le granulomètre laser, est la distribution en volume de l'échantillon, c'est-à-dire la répartition en sphères de volume équivalent. Le logiciel Mastersizer permet ensuite de convertir ces résultats en une distribution en nombre. Un exemple de distribution granulométrique exprimée en volume et en nombre est illustré par la **Figure 10**. Les particules de diamètres les plus élevés (entre 10 et 100 μm) représentent la majorité du volume total, bien qu'elles soient moins nombreuses que les particules de plus petits diamètres (autour de 0,5 μm).

Le diamètre moyen en volume $D_{[4,3]}$, appelé aussi diamètre de De Brouckere, est calculé selon l'**Equation 4**.

$$D_{[4,3]} = \frac{\sum D_i^4 n_i}{\sum D_i^3 n_i} \quad \text{Equation 4}$$

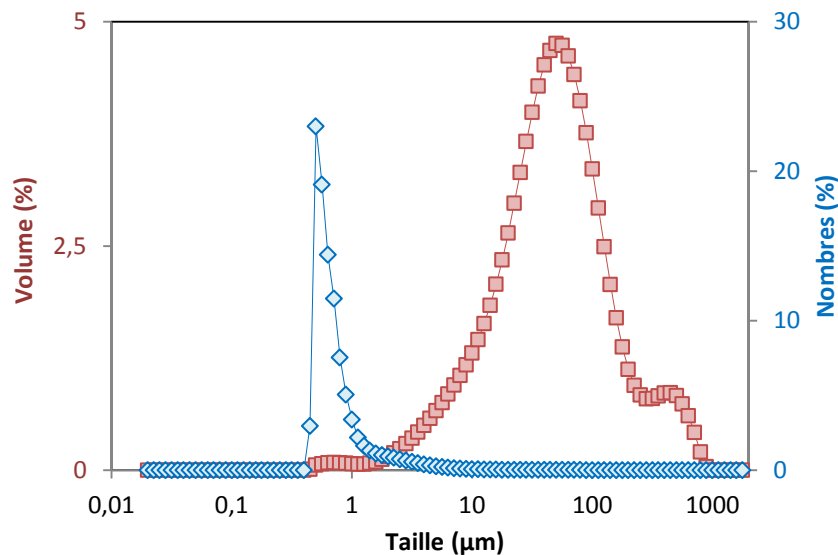


Figure 10: Distribution granulométrique exprimée en volume et en nombre d'une boue prélevée en sortie de station d'épuration ($S=20,4\%$).

4.3. Potentiel zêta

Le potentiel zêta est un paramètre essentiel pour l'interprétation des interactions entre particules et la prédiction de leur stabilité. Généralement utilisée en coagulation, la mesure représente le potentiel électrostatique des particules dans une solution. Le principe de la mesure repose sur la diffusion électrophorétique de la lumière traversant une suspension. Le

potentiel zêta se détermine par la mesure des vitesses de déplacement de particules soumises à un champ électrique. La mesure du potentiel zêta permet ainsi de caractériser la charge électrique acquise par les particules grâce aux ions qui les entourent quand elles sont en solution. Cette mesure présente un intérêt, dans le cadre de la floculation, si les flocculants utilisés sont des polymères cationiques qui agissent par neutralisation de charges [14].

Le potentiel zêta a été mesuré en utilisant un Zétamètre nano S (Malvern Instrument). Un échantillon liquide allant de 0,7 à 1,5 mL est placé dans une cellule. Le facteur influençant principalement le potentiel zêta est le pH. Lors des expériences, le pH a donc été suivi de façon à s'assurer que les résultats obtenus ne soient pas influencés par celui-ci.

5. Influence de la digestion

L'effet de la digestion a été étudié sur les deux boues prélevées respectivement à l'entrée et à la sortie du digesteur. Les distributions granulométriques, les modules complexes G^* et les angles de pertes mesurés pour les deux boues sont illustrés sur la **Figure 11**.

Du fait de la dégradation des matières organiques, la boue en sortie de digesteur est moins concentrée, ce qui rend difficile toute comparaison. Néanmoins, elles présentent toutes les deux une première région de viscoélasticité linéaire, suivie d'une zone non-linéaire. L'ensemble des caractéristiques granulométriques et rhéologiques sont présentées dans le **Tableau 4**. Les régions de viscoélasticité linéaire se situent respectivement à des valeurs de module complexe G^* d'environ 200 Pa pour la boue non-digérée et 50 Pa pour la boue digérée.

Tableau 4 : Diamètre de De Brouckere et caractéristiques viscoélastiques du plateau linéaire des deux boues digérée et non-digérée.

	D [4,3] (μm)	G^* (Pa)	δ ($^\circ$)	τ_c (Pa)
Boue non-digérée (S=6,25%)	92 \pm 2	201 \pm 11	7,4 \pm 0.2	4,61 \pm 1,2
Boue digérée (S=3,5%)	80 \pm 1	55 \pm 6	11,8 \pm 0.2	0,96 \pm 0,01

L'angle de perte de la boue digérée dans la région viscoélastique linéaire est supérieur de 4°, indiquant que le caractère visqueux est plus important que celui de la boue non-digérée. Enfin, la contrainte critique τ_c de la boue digérée est également 5 fois plus faible que celle de la boue non-digérée. On constate également que le diamètre de De Brouckere est légèrement plus faible pour la boue digérée. Une explication donnée par Guibaud et al. [15] est que l'impact de la digestion entraîne une diminution de la viscosité spécifique de la boue due à la dénaturation des floccs ainsi qu'à la production de polymères extracellulaires. D'après ces auteurs, la structure des floccs après digestion est moins résistante au cisaillement et la boue est alors plus fluide.

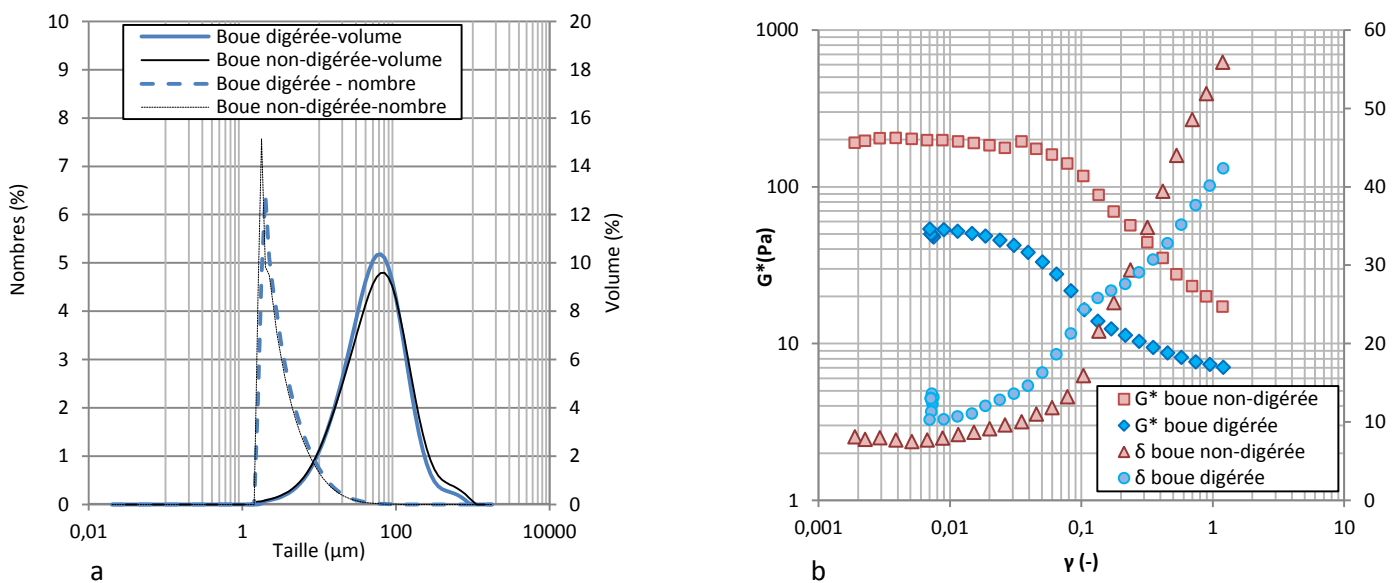


Figure 11 : Évolution de la distribution granulométrique (a), du module complexe G^* et de l'angle de perte δ (b) pour des boues digérées ($S=3,5\%$) et non digérées ($S=6,25\%$).

6. Effet du pré-cisaillement de la boue

6.1. Comparaison des boues digérées et non digérées

Afin de déterminer l'influence d'un cisaillement intense sur les caractéristiques des boues prélevées en sortie de centrifugeuse, les deux boues utilisées ont subi un pré-cisaillement à 200 tr/min pendant 20 minutes. La **Figure 12** illustre visuellement l'influence que peut avoir le cisaillement : le produit semble être devenu moins solide mais beaucoup plus collant après cisaillement.

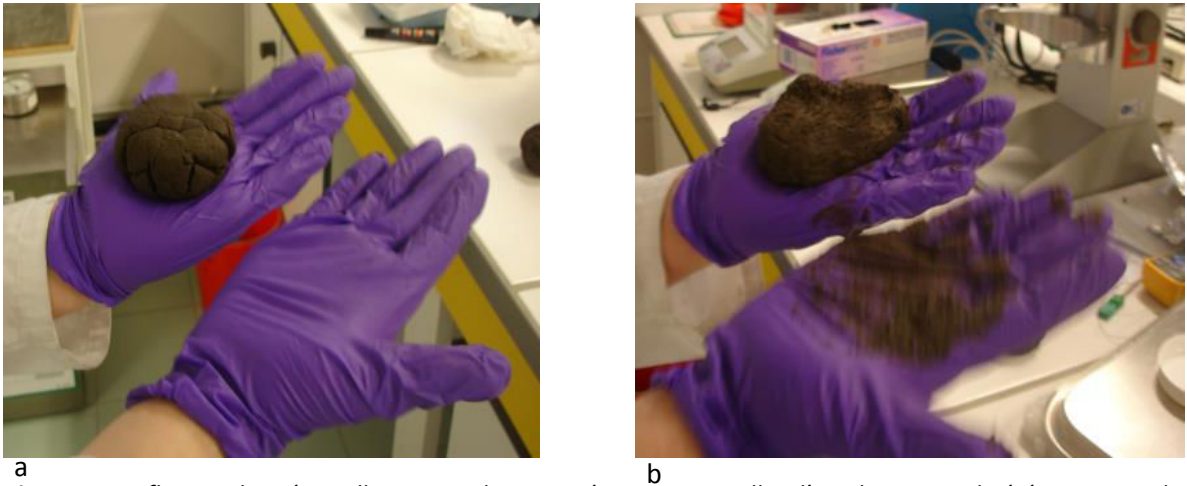


Figure 12 : Influence du pré-cisaillement sur les caractéristiques visuelles d'une boue non-digérée en sortie de déshydratation mécanique : (a) non cisailée et (b) pré-cisailée.

6.1.1. Effet sur la distribution granulométrique

L'impact du pré-cisaillement sur les distributions granulométriques est représenté sur la **Figure 13-a** pour la boue non digérée et sur la **Figure 13-b** pour la boue digérée. Dans les deux cas, l'étape de pré-cisaillement a clairement modifié la répartition granulométrique.

Pour la boue non-digérée, le pré-cisaillement a induit la disparition d'une population de particules initialement présentes entre 100 et 1000 μm (visible sur la répartition en volume). La taille des particules les plus présentes en terme de volume est divisée par trois, passant ainsi de 45 à 16 μm . La répartition en nombre n'indique pas de changement de taille des particules les plus petites, majoritairement présentes en nombre, ce qui indique que le pré-cisaillement ne modifie que les plus grosses particules.

Dans le cas de la boue digérée, une diminution de la granulométrie à la fois en volume et en nombre est observée. Sur la distribution en nombre, la taille des particules présentes en majorité dans le milieu a significativement diminué de 2 à 0,5 μm . Cette observation est en accord avec la répartition en volume qui montre une diminution de la taille des particules passant de 71 à 16 μm .

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

Les valeurs du diamètre de De Brouckere, $D_{[4,3]}$, répertoriées dans le **Tableau 5**, confirment le changement de granulométrie avec une diminution du diamètre de 75 % après cisaillement pour les deux boues.

Tableau 5 : Influence du malaxage sur les caractéristiques granulométriques des boues pâteuses digérée et non-digérée.

	Non-digérée	Digérée
	D [4, 3] (μm)	D [4, 3] (μm)
Brute	91	128
Malaxée	21	33

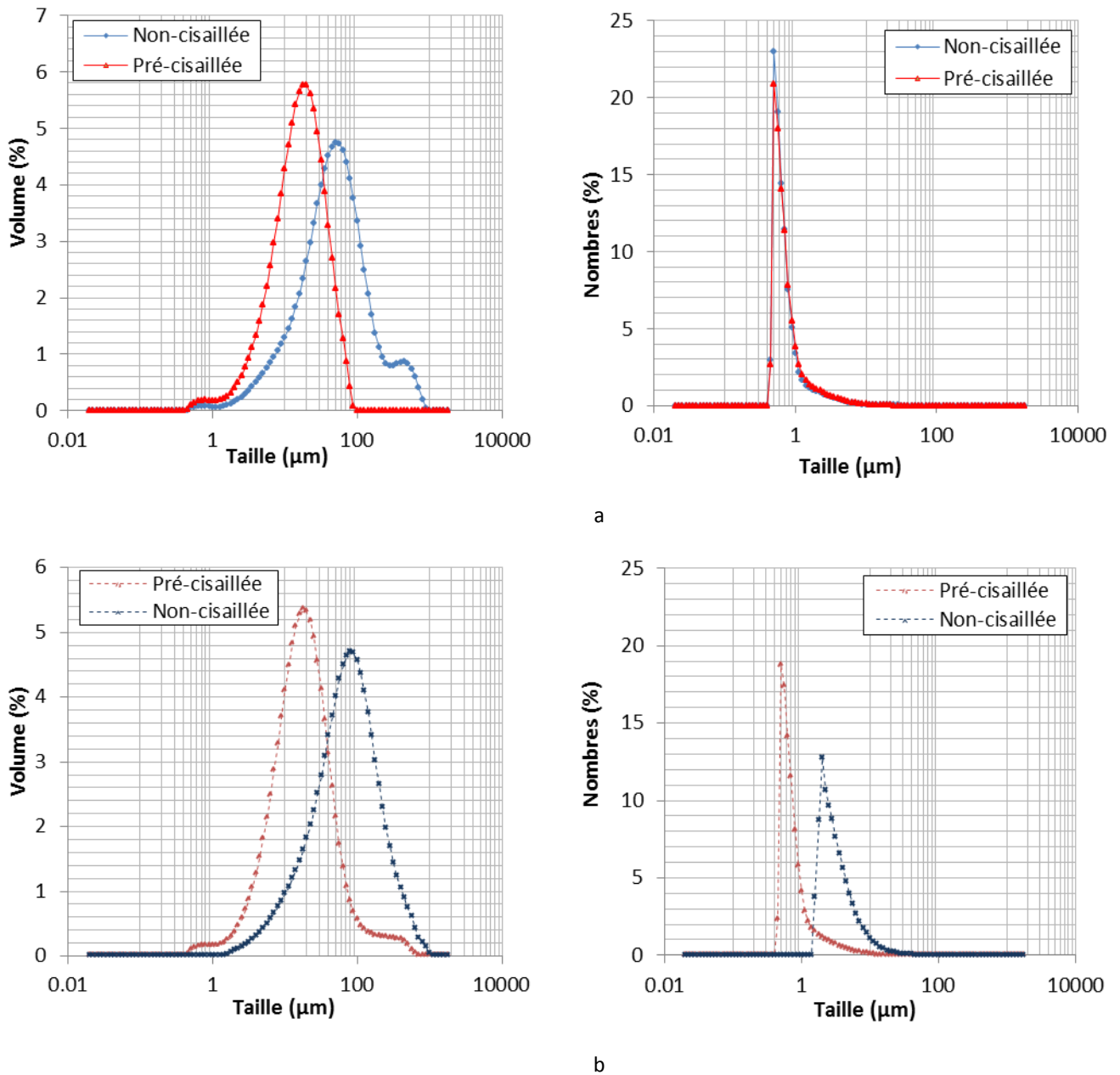


Figure 13 : Influence du pré-cisaillement sur les distributions granulométriques en volumes et en nombre :
 (a) boue non digérée ($S=20,8\%$) et (b) boue digérée ($S=21,5\%$).

6.1.2. Effet sur les caractéristiques rhéologiques

Les mesures de balayage en déformation pour les boues digérées et non-digérées, avec et sans pré-cisaillement, sont présentées sur la **Figure 14** et les données collectées sont répertoriées dans le **Tableau 6**. Dans les deux cas, le pré-cisaillement abaisse fortement la valeur des modules complexes G^* et des contraintes seuil τ_c , ce qui indique un affaiblissement de la

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

structure des deux matériaux. Cet effet est plus prononcé pour la boue non digérée. On note une diminution du module complexe G^* dans la région viscoélastique linéaire de 38 % pour la boue non digérée contre 13 % pour la boue digérée. Dans cette région, la valeur de l'angle de perte reste pourtant la même avec ou sans pré-cisaillement pour les deux boues. Cela indique que si la structure du matériau est affaiblie, son comportement vis-à-vis des déformations appliquées reste néanmoins le même.

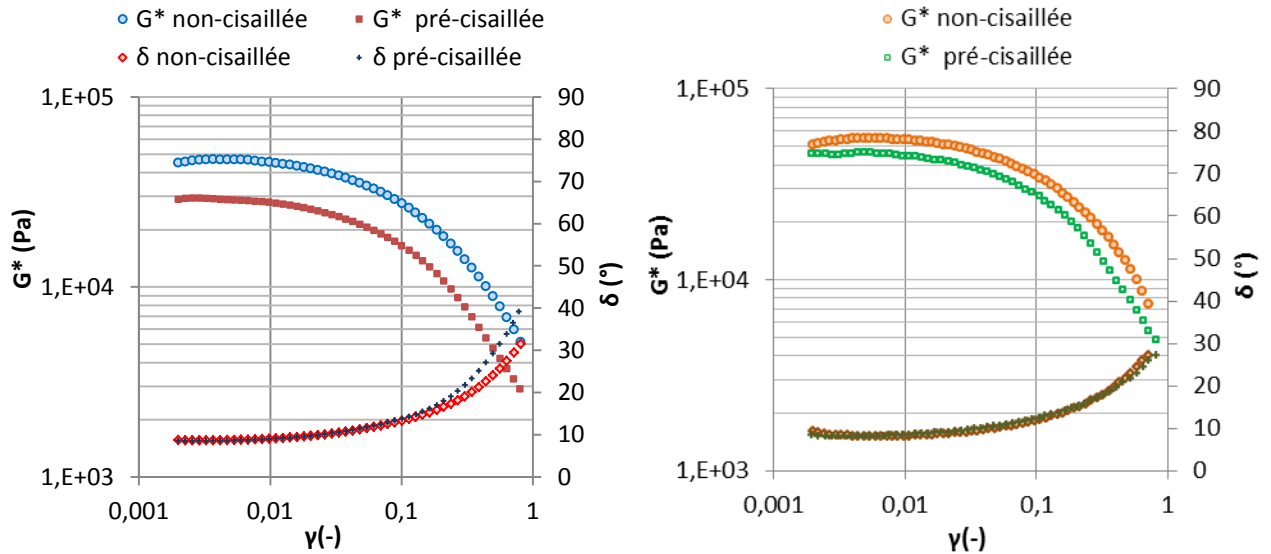


Figure 14 : Influence du malaxage sur les caractéristiques viscoélastiques des boues non-digérée et digérée.

Tableau 6: Valeur du module complexe G^* , de l'angle de perte δ correspondant au plateau de la région viscoélastique linéaire et valeur de la contrainte seuil correspondant à la transition entre les deux régions.

		G^* (Pa)	δ (°)	τ_c (Pa)
Boue non-digérée	Non-cisaillée	46213 ± 728	$8,8 \pm 0,2$	632 ± 26
	Pré-cisaillée	28900 ± 2941	$8,7 \pm 0,1$	351 ± 29
Boue digérée	Non-cisaillée	54124 ± 2304	$8,2 \pm 0,1$	963 ± 98
	Pré-cisaillée	47223 ± 3305	$8,6 \pm 0,2$	671 ± 13

6.1.3. Effet sur le séchage

L'effet du pré-cisaillement sur les caractéristiques de séchage de la boue non-digérée a été étudié sur le pilote de séchage discontinu par contact décrit précédemment. L'objectif de la thèse étant de caractériser l'écoulement dans un sécheur continu en utilisant la méthode des DTS, il paraît donc pertinent d'explorer l'influence que peut avoir le pré-cisaillement sur les caractéristiques de séchage de la boue.

La **Figure 15** illustre le suivi du couple mécanique et de la température relevés après introduction de la boue dans le sécheur. Puisque les expériences de séchage sont conduites sous vapeur d'eau surchauffée, le séchage se fait par ébullition et l'eau est évacuée du produit à sa température d'ébullition à pression atmosphérique, soit 100 °C. On peut donc estimer qu'il n'y a pas eu d'eau évaporée avant que le produit n'atteigne sa température d'ébullition, au bout de 1400 secondes. Pendant cette période, la boue pré-cisaillée induit un couple mécanique plus faible que la boue brute ce qui est en accord avec les observations rhéologiques faites précédemment. Au fur et à mesure que la température du produit augmente, le couple diminue ce qui s'apparente à une diminution des propriétés rhéologiques du produit. Cette diminution peut être associée à l'effet simultané de l'augmentation de la température et du cisaillement induit par le rotor. Au bout de 1400 secondes, le couple est confondu pour les deux boues, semblant indiquer que les caractéristiques mécaniques des deux boues sont similaires.

L'évolution du couple mécanique en fonction de la siccité est représentée pour l'ensemble de l'expérience sur la **Figure 16**. On retrouve les trois états de la boue décrits par Ferrasse et al [8] :

- une première phase fluide pour des siccités inférieures à 32 %, pendant laquelle la boue prend l'aspect d'un fluide. Pendant cette phase, le couple est faible et il y a un bon contact entre la boue et la paroi chauffée (région a).

- la phase plastique (région b) qui se situe dans une gamme de siccité allant de 32 à 60 %. Il apparaît visuellement que la boue devient de plus en plus collante au cours de cette phase et qu'elle a tendance à venir s'agglomérer sur le mobile d'agitation. La boue ne recouvre que partiellement la paroi chauffée et le séchage se fait principalement par convection via la vapeur d'eau surchauffée.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

- la phase granulaire (région c) pour des siccités supérieures à 60 %. Il n'y a presque plus d'eau dans le matériau et, sous l'effet du cisaillement, des granulés se forment. Le couple du mobile d'agitation devient alors très faible.

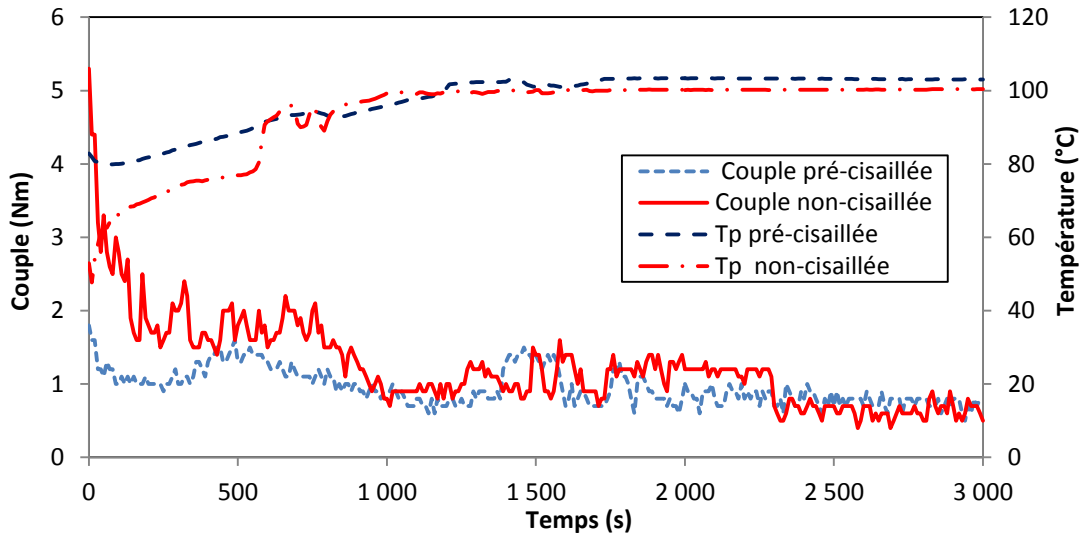


Figure 15 : Évolution du couple et de la température des boues pré-cisaillée et non-cisaillée au début du séchage.

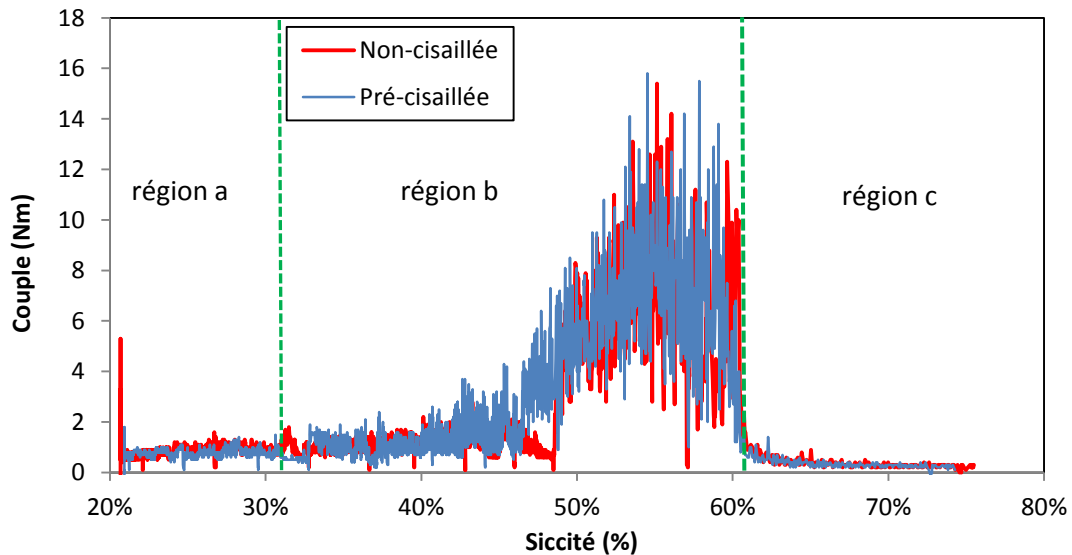


Figure 16 : Influence du pré-cisaillement sur le couple mécanique d'une boue non digérée lors du séchage.

L'évolution du couple mécanique pour les deux boues est similaire d'après la Figure 16. Les siccités correspondant aux transitions entre les différents états sont données dans le Tableau 7. Le pré-cisaillement n'influence ni l'intensité du couple déployé par l'agitateur lors du séchage ni les siccités de transition des différentes phases.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

Tableau 7 : Valeurs des concentrations en matière sèche de transition entre les différents états.

	Boue non-cisaillée		Boue pré-cisaillée	
	Etat fluide / état plastique	Etat plastique / état granulaire	Etat fluide / état plastique	Etat plastique / état granulaire
S (%)	32,3	60,6	32,5	60,3
X (kg_{eau}/kg_{MS})	2,09	0,65	2,08	0,66

6.2. Effet de la vitesse et du temps de pré-cisaillement sur la boue non digérée

La boue non digérée a été soumise à un pré-cisaillement à 4 vitesses (40, 60, 100 et 200 tr/min) et 4 durées différentes (2, 5, 10, 20 minutes), soit 16 essais. Quelles que soient les conditions du pré-cisaillement, des courbes similaires à celles de la **Figure 14** sont obtenues. Les valeurs obtenues des modules G^* sont données dans le **Tableau 8**. On constate que le module G^* diminue quand la vitesse et la durée augmentent.

Tableau 8 : Valeur du module complexe G^* (Pa) dans la région viscoélastique linéaire à $f=1$ Hz pour la boue non digérée pour différentes conditions de malaxage.

Durée (mn)		2	5	10	20
Vitesse (tr/min)	40	35227 ± 2036	31267 ± 1711	31100 ± 1606	29317 ± 1773
	60	30053 ± 3053	28617 ± 1925	27980 ± 3118	26180 ± 495
	100	31053 ± 384	27540 ± 781	25560 ± 393	22530 ± 1427
	200	29287 ± 2749	24337 ± 1220	23597 ± 621	20147 ± 301

Afin de comparer les 16 expériences, les valeurs du module G^* ont été divisées par la valeur avant cisaillement et le nombre de tours au cours du cisaillement a été calculé pour chacun des essais. Le résultat est représenté sur la **Figure 17**. On remarque que les 16 essais se rassemblent sur une seule et même courbe pour laquelle le module diminue avec le nombre de tours au cours du malaxage. Ce module diminue donc avec l'énergie apportée au cours du malaxage, quelles que soient la vitesse et la durée et donc la manière dont elle a été apportée. Le module semble tendre vers une valeur limite pour des énergies importantes, de l'ordre de 40 % de la valeur initiale. Des

courbes similaires sont obtenues quelle que soit la fréquence et également pour les modules G' et G'' , sachant que, comme nous l'avons vu précédemment, le module G' est pratiquement égal à G^* .

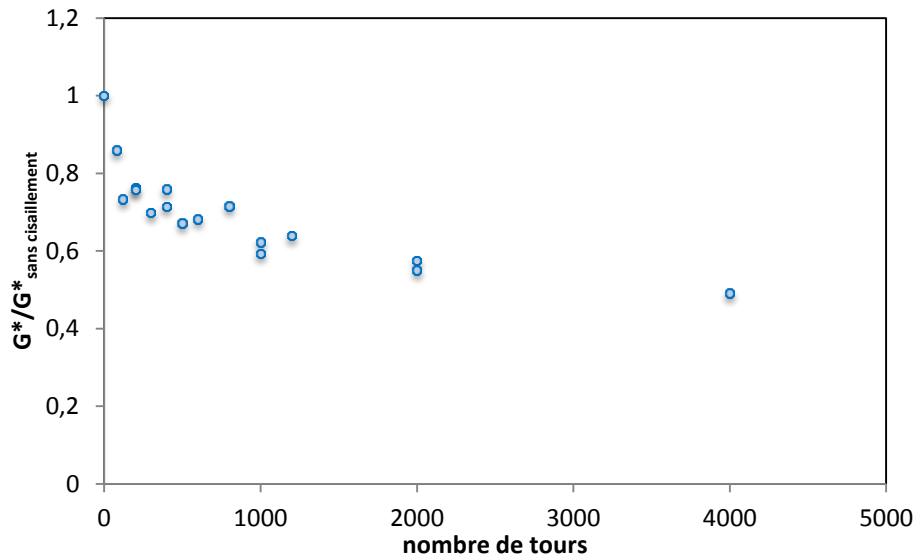


Figure 17 : Évolution du module complexe G^* adimensionnel de la boue non digérée en fonction du nombre de tour au cours du pré-cisaillement.

6.3. Synthèse des observations

L'ensemble des mesures ont permis de montrer l'influence d'un fort pré-cisaillement sur les caractéristiques granulométriques et rhéologiques de deux boues prélevées en sortie de déshydratation mécanique. L'effet du cisaillement se traduit par une diminution de la taille des particules et des modules élastique et visqueux. Le pré-cisaillement casse donc une partie des floccs et des liaisons qu'ils forment entre eux, ce qui peut s'apparenter à une défloculation. La structure de la boue est alors fragilisée. Elle l'est d'ailleurs d'autant plus que l'énergie apportée par le pré-cisaillement est importante. Visuellement, la boue après cisaillement est plus collante. Il semblerait donc que les propriétés de cohésion aient diminué avec le pré-cisaillement au profit d'une augmentation des propriétés d'adhésion. Ces observations sont en accord avec les résultats obtenus par Léonard et al. sur des boues digérées et aérées en utilisant un cône pénétromètre [16]. Dans le cadre d'une utilisation en séchage convectif, ces auteurs observent un impact négatif de la déstructuration sur les vitesses de séchage. Lorsque les boues sont cisillées, la vitesse de séchage diminue fortement. Néanmoins, dans le cadre de cette étude, et

donc du séchage par contact avec agitation, les modifications de propriétés dues au pré-cisaillement n'affectent pas le comportement de la boue vis-à-vis du séchage.

7. Effet de la concentration en matière sèche

Dans cette étude il a été décidé d'étudier deux boues prélevées en entrée et en sortie de l'étape de digestion, avant l'étape de floculation et de déshydratation mécanique par centrifugation. Nous allons donc dans cette partie nous intéresser à ces deux opérations de transformation.

7.1. Floculation

7.1.1. Potentiel zêta

La **Figure 18** présente l'évolution du potentiel zêta en fonction de la concentration en floculant utilisée pour les deux types de boues.

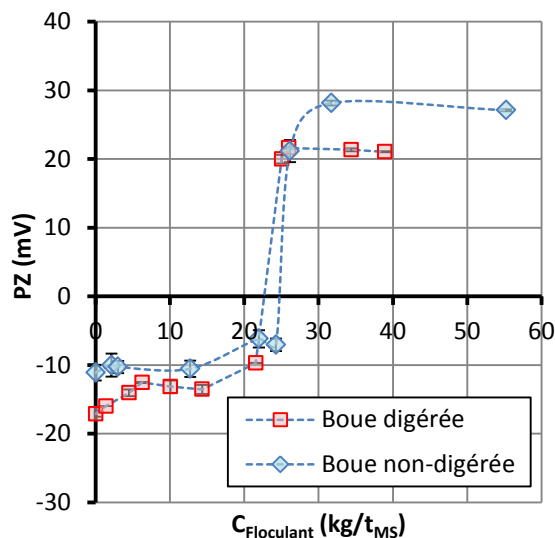


Figure 18 : Évolution du potentiel zêta en fonction de la concentration en floculant utilisée pour les deux boues

Les deux courbes présentent des formes similaires et peuvent être décrites en trois parties :

- dans un premier temps, en-dessous d'une valeur de concentration critique, l'ajout de floculant ne modifie que très peu les valeurs du potentiel zêta. Cela indique que les charges apportées par le floculant sont inférieures à la capacité d'adsorption des particules contenues dans la boue. Les valeurs de potentiel zêta mesurées sont alors proches des potentiels initiaux des deux boues sans floculant,

- dans un second temps, aux concentrations intermédiaires, le potentiel zêta augmente lentement puis change brutalement passant d'une valeur négative à une valeur positive. Lorsque le potentiel zêta atteint une valeur nulle, cela indique qu'il y a compensation des charges entre le floculant et les particules contenues dans la boue. La barrière énergétique de répulsion est alors compensée et la formation de floccs est favorisée,

- pour finir, aux concentrations les plus élevées, l'ajout de floculant ne modifie plus la valeur de potentiel zêta mesurée. Le potentiel zêta du surnageant correspond alors à celui du floculant utilisé.

La floculation par des polymères cationiques fait intervenir deux mécanismes : un mécanisme de neutralisation de charge et un mécanisme de pontage. Les floculants de type poly-électrolyte cationique peuvent avoir une action simple de neutralisation de charge. La floculation optimale est alors obtenue pour une dose de réactif légèrement inférieure au point de charge nulle. Ce point correspond à un potentiel zêta situé entre -5 et 0 mV [14,17]. Les concentrations pour lesquelles le potentiel zêta est nul et donc où il y a compensation des charges peuvent être estimées pour les deux boues digérée et non digérée à respectivement 21,5 et 24,2 $\text{kg}_{\text{floculant}}/\text{t}_{\text{MS}}$.

7.1.2. Granulométrie

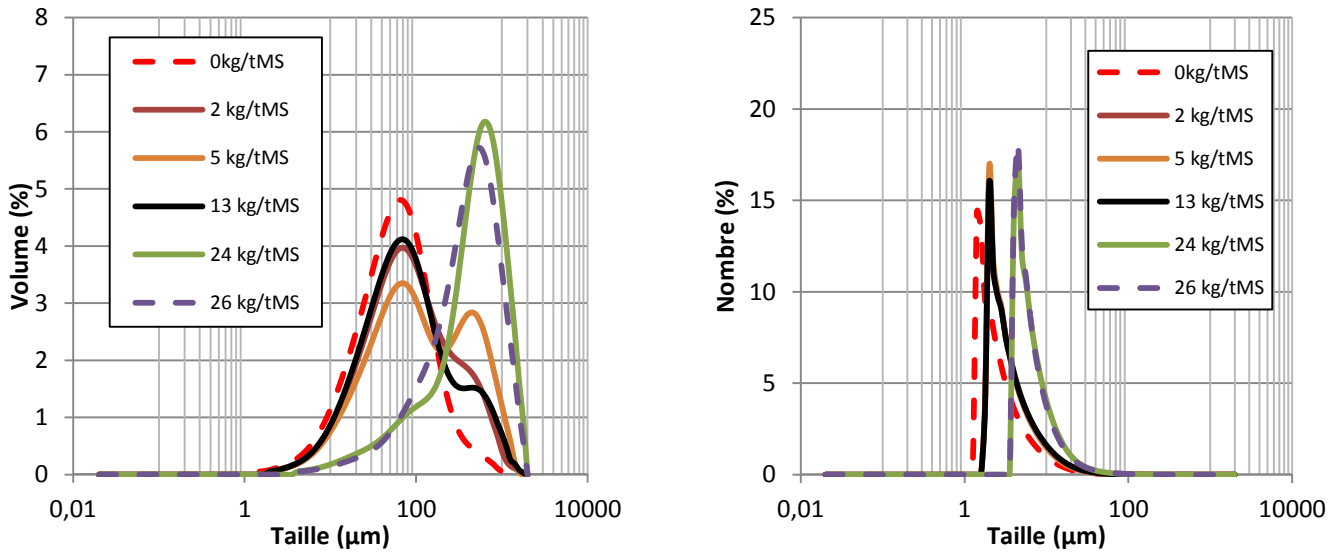
Les distributions granulométriques en volume et en nombre des échantillons de boues floculées sont présentées sur les **Figure 19-a** et **b**. L'ensemble des distributions granulométriques, ainsi que la représentation du diamètre de De Brouckere en fonction de la concentration en floculant sur la **Figure 20**, permettent de décrire trois phases :

- dans un premier temps, pour les deux boues sans ajout de floculant, les répartitions granulométriques sont de type monomodal. Les tailles des particules des deux boues sont comprises entre 2 et 800 μm pour des diamètres de De Brouckere égaux à respectivement 92 et 80 μm pour la boue non-digérée et la boue digérée,

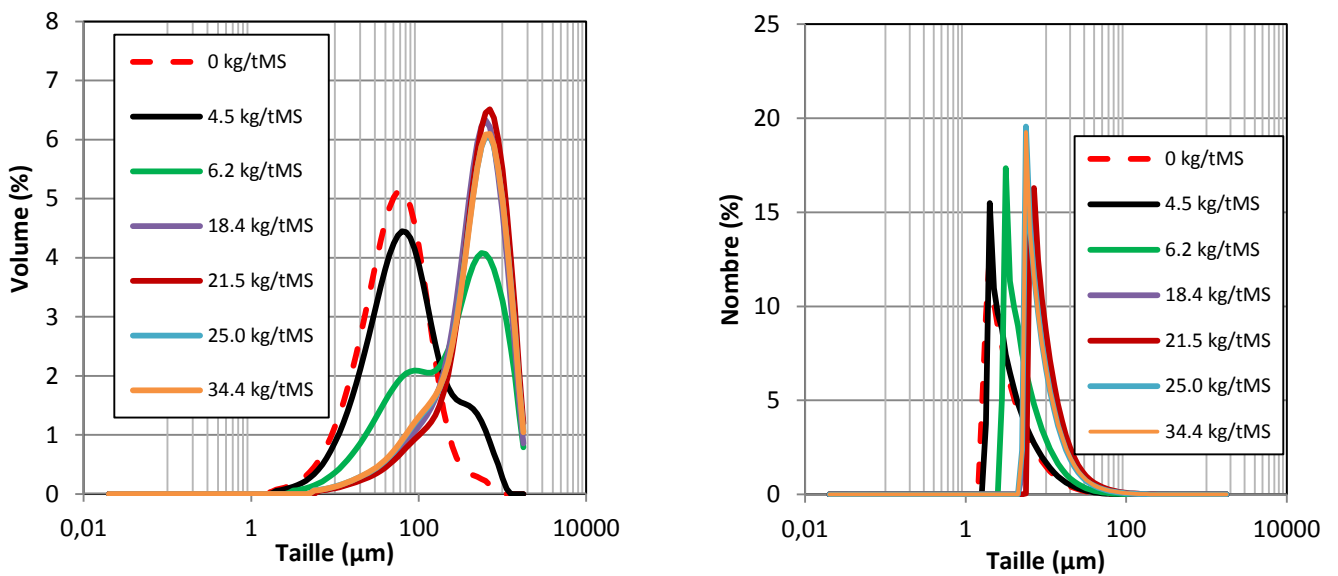
- dans un second temps, avec des concentrations en floculant croissantes, les répartitions granulométriques des deux boues évoluent progressivement vers les plus grandes tailles jusqu'à une valeur de concentration en floculant critique. Pour ces concentrations, les diamètres de De Brouckere sont devenus six à huit fois supérieurs à ceux des boues non floculées avec des valeurs de 595 et 604 μm .

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

- enfin, passé une certaine concentration en flocculant, l'ajout de polymère ne semble plus avoir d'action sur la distribution granulométrique et le diamètre de De Brouckere reste à des valeurs élevées.



a : boue non-digérée



b : boue digérée

Figure 19 : Influence de la concentration en flocculant sur la distribution granulométrique en volume et en nombre des deux boues.

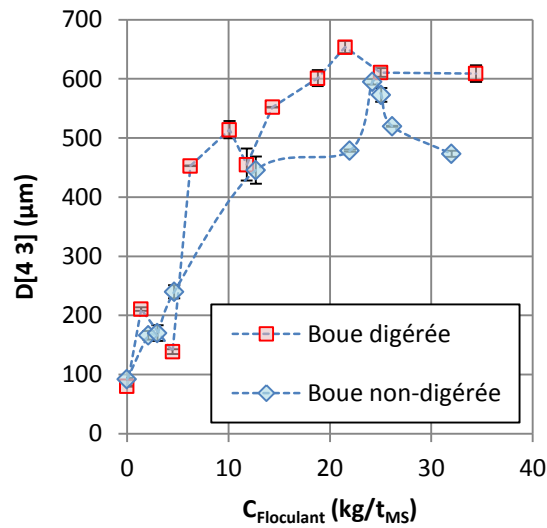


Figure 20 : Influence de la concentration en flocculant sur le diamètre de De Brouckere pour les deux types de boues.

7.1.3. Rhéologie

La **Figure 21** présente l'évolution du module dynamique complexe G^* et de l'angle de perte δ en fonction de la déformation pour les différentes boues flocculées. La **Figure 22** illustre quant à elle l'évolution du module G^* et de l'angle δ de la région viscoélastique linéaire en fonction de la concentration en flocculant.

Dans un premier temps, pour les deux boues, l'ajout de flocculant induit une augmentation du module dynamique G^* . Dans le cas de la boue non digérée, l'angle de perte augmente avec la concentration croissante en flocculant. La composante visqueuse devient prépondérante dans le comportement du matériau vis-à-vis des déformations appliquées. Le comportement inverse est observé dans le cas de la boue digérée pour laquelle l'angle diminue indiquant une augmentation de la composante élastique.

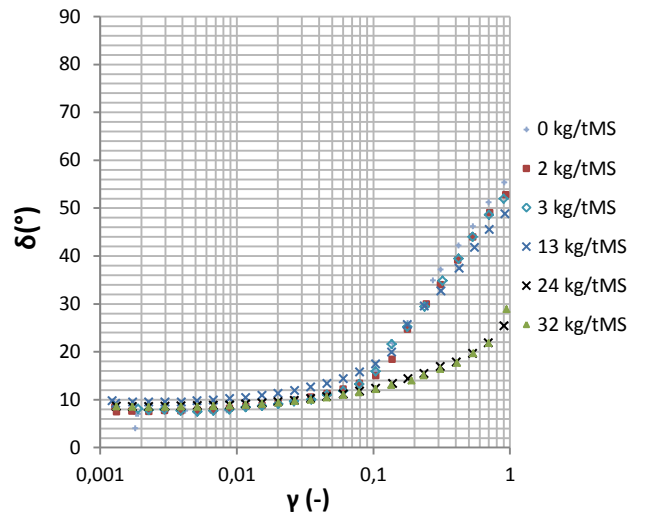
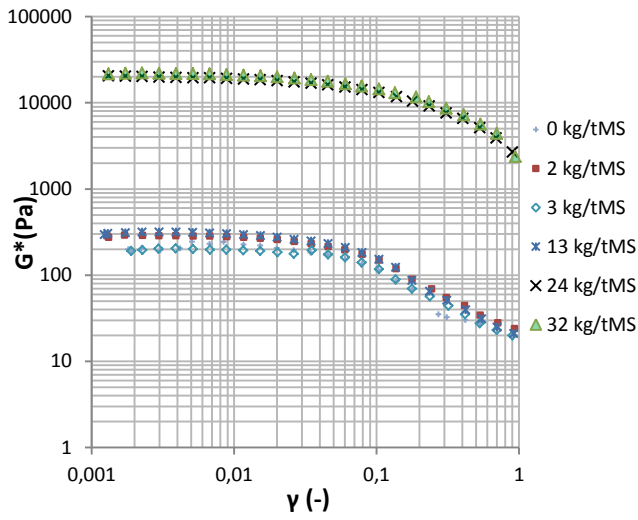
Ensuite, à une concentration en flocculant critique, une brusque augmentation du module G^* est observée pour les deux boues. Les valeurs du modules G^* de la région de viscoélasticité linéaire sont alors quatre à six fois plus élevées. Ce changement traduit visiblement la formation d'une structure dense résultante de la formation des floccs. L'évacuation du surnageant provoque alors

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

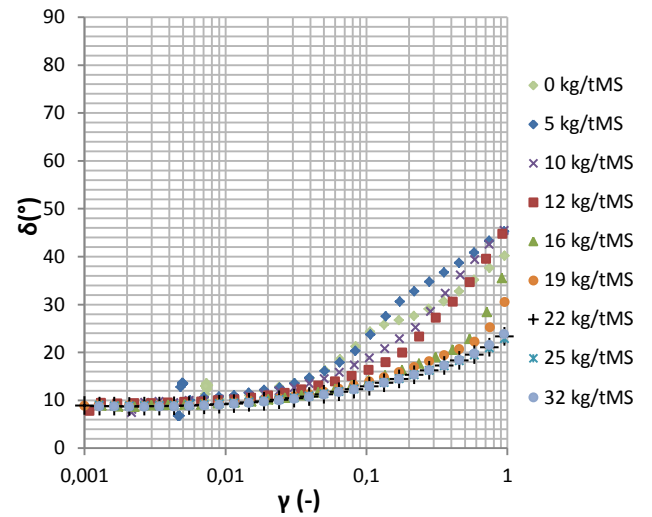
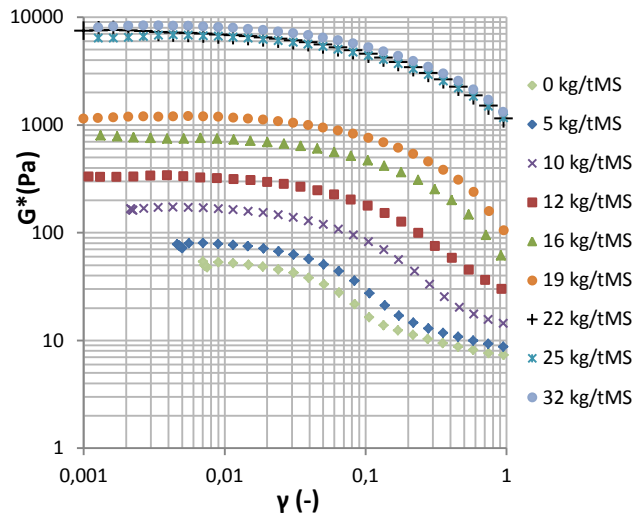
une augmentation significative de la siccité des deux boues (+1,75 % pour la boue non digérée et +5,2 % pour la boue digérée).

Pour les deux types de boues, lorsque cette concentration critique est dépassée, les courbes du module complexe G^* et de l'angle δ en fonction de la déformation se superposent et la siccité du mélange reste constante (8 % pour la boue non digérée et 8,7 % pour la boue digérée). L'ajout d'une quantité supplémentaire de flocculant supplémentaire ne modifie que très peu les propriétés viscoélastiques des deux boues. À ce stade, il est intéressant d'observer que le module G^* de la boue non digérée est 2,6 fois plus élevé que celui de la boue digérée et ce malgré une plus faible siccité.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration



Boue non-digérée



Boue digérée

Figure 21 : Influence de la concentration en polymère sur les caractéristiques rhéologiques des boues non-digérée et digérée déterminées à fréquence constante ($f=1\text{Hz}$).

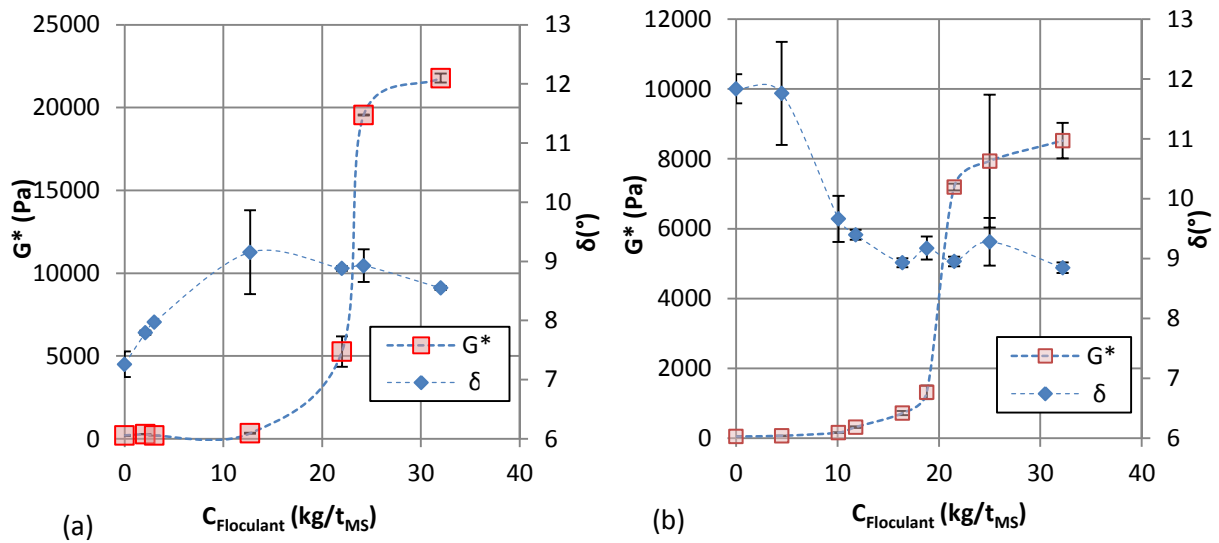


Figure 22 : Influence de la concentration en polymère sur le module complexe G^* et l'angle de perte δ pour les boues non-digérée (a) et digérée (b).

La **Figure 23-a** illustre l'évolution de la déformation critique en fonction de la concentration de flocculant utilisé. Peu importe la dose de flocculant et la nature de la boue utilisée les déformations critiques sont toutes du même ordre de grandeur (environ 0,015) dans les deux cas. Ce type de comportement a déjà été observé pour des pâtes cimentaires, mais avec des déformations critiques plus faibles de l'ordre de 10^{-4} [18]. La région de viscoélasticité linéaire se déplace donc vers des contraintes plus élevées lorsque la concentration en flocculant augmente. La **Figure 23-b** montre l'existence d'une relation de puissance entre le module complexe G^* correspondant à la région de viscoélasticité linéaire et la contrainte seuil τ_c pour chaque échantillon. En réalité, la relation est pratiquement linéaire puisque la puissance est de 0,97 pour la boue non digérée et de 0,92 pour la boue digérée. Les modules G' et G^* étant pratiquement égaux, cette relation traduit une loi de Hooke, avec une déformation constante. Le matériau peut être assimilé à un ensemble de ressorts identiques disposés en parallèle, le nombre de ces ressorts augmentant quand la concentration en flocculant augmente.

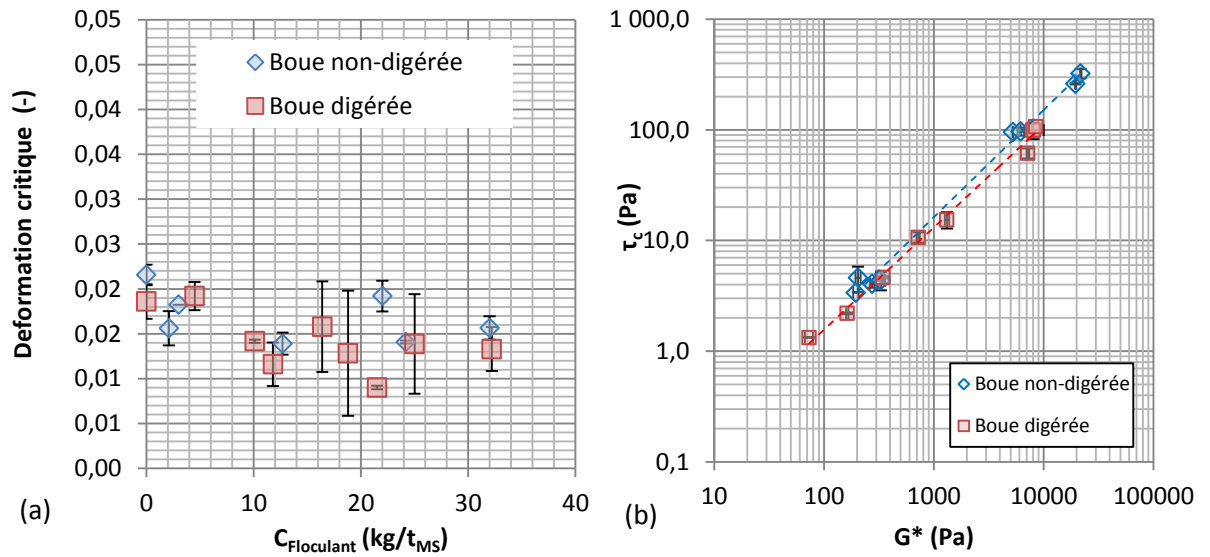


Figure 23 : Relation entre la déformation critique limitant la région viscoélastique linéaire et relation entre G^* et la contrainte seuil τ_c .

7.1.4. Centrifugation

La **Figure 24** illustre les siccités des différents échantillons de boues obtenues après centrifugation. La centrifugation a été réalisée dans les mêmes conditions opératoires (4000 tr/min et 12 h) pour les deux boues. Avec l'augmentation de la concentration en flocculant, la déshydratation mécanique s'améliore jusqu'à un optimum. Lorsque cette dose est dépassée, les performances de déshydratation ne varient plus.

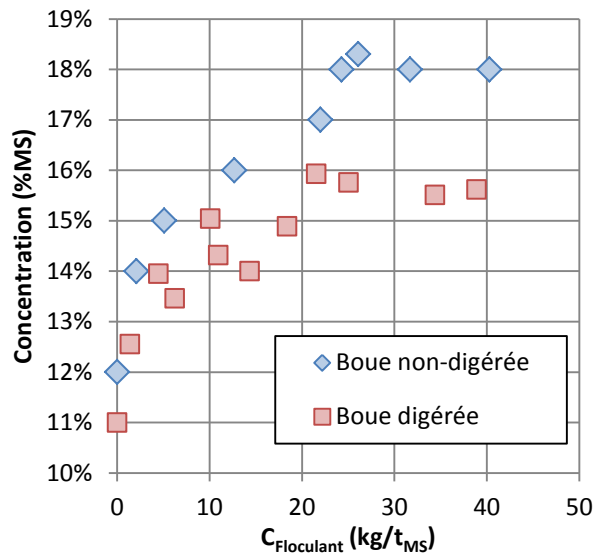


Figure 24 : Influence de la quantité de floculant utilisée sur la concentration des échantillons de boues digérée et non digérée après centrifugation.

Avec 2 % de siccité de plus pour l'optimum, les performances de déshydratation mécanique sont meilleures dans le cas de la boue non digérée. L'optimum de concentration en floculant pour les deux boues se situe aux alentours de 21,5 kg/t_{MS} pour la boue non-digérée et 24 kg/t_{MS} pour la boue digérée.

7.1.5. Synthèse

Une synthèse de l'ensemble des caractérisations réalisées sur les deux boues est illustrée sur la **Figure 25**. Le suivi de la granulométrie, du potentiel zêta et des propriétés viscoélastiques sont visiblement trois mesures complémentaires pour suivre l'étape de floculation et l'influence que peut avoir le floculant sur les capacités d'une boue à être déshydratée.

Ainsi, l'ajout de floculant cationique permet de neutraliser les particules chargées négativement et de les fixer sur les chaînes polymériques. Cette étape induit l'augmentation du potentiel zêta ainsi que de la taille et des caractéristiques viscoélastiques de la boue, il y a alors inversion du potentiel zêta qui devient positif et qui prend la valeur correspondant à celui du floculant pur. Il n'y a plus de charge à neutraliser. Les caractéristiques viscoélastiques et la distribution granulométrique ne varient plus dans la suspension ce qui indique que l'ajout de floculant n'a plus d'effet sur les propriétés de la boue. Au vue de ces observations, le potentiel zêta apparaît donc comme un indicateur fiable du degré de floculation des deux boues.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

De meilleurs résultats sont obtenus dans le cadre de la floculation de la boue non digérée. Le floculant BASF Zetag® 8868 utilisé pour la floculation de cette boue est constitué de polymères plus réticulés que le floculant BASF Zetag® 9018 utilisé pour la boue digérée. Il est possible que les floccs soient plus résistants quand le taux de réticulation augmente. Cela peut alors se traduire par une plus grande cohésion du réseau généré, et donc par des propriétés viscoélastiques supérieures et ainsi de meilleures performances à la déshydratation mécanique.

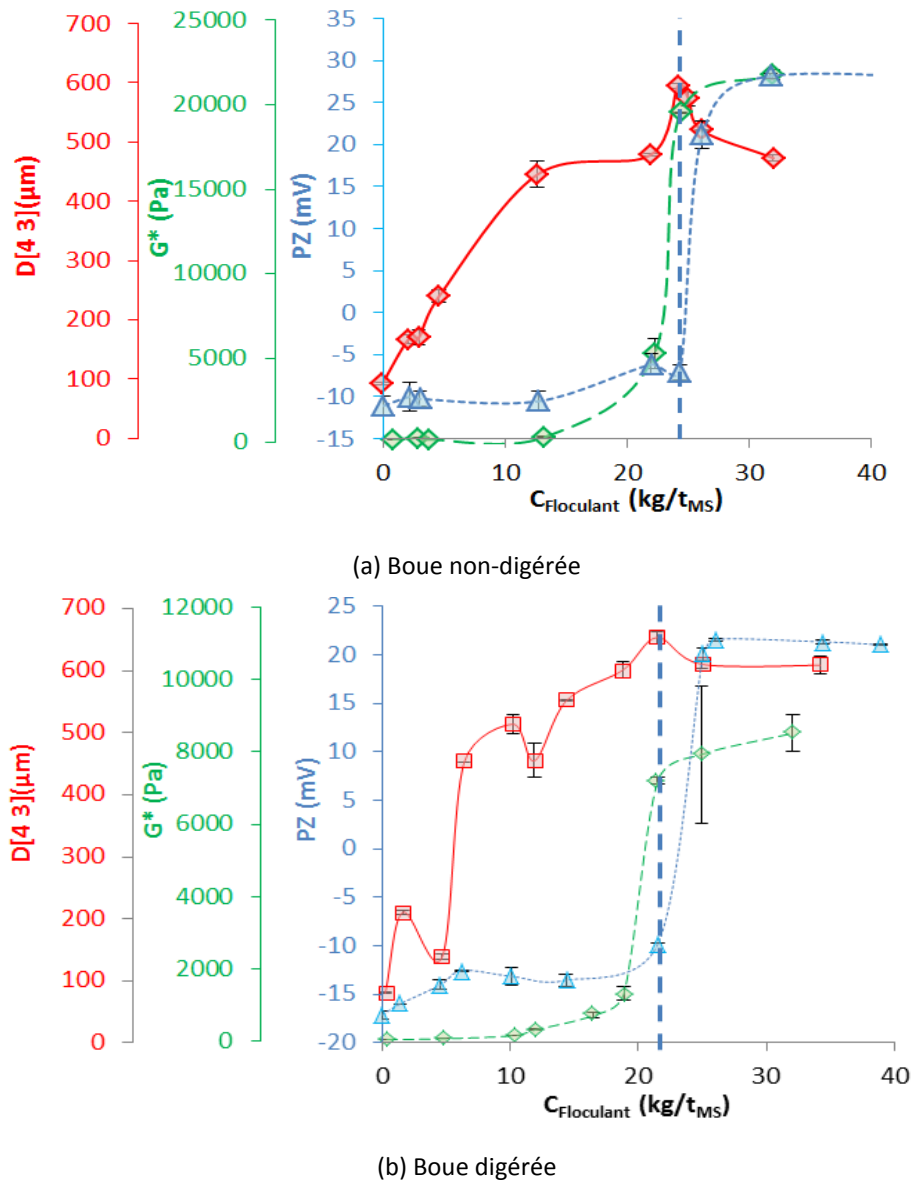


Figure 25 : Bilan de l'ensemble des caractérisations réalisées sur les boues non-digérée (a) et digérée (b).

7.2. Centrifugation

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

L'opération de centrifugation a été appliquée à la suite d'une étape de floculation réalisée avec la concentration optimale en floculant déterminée précédemment pour les deux types de boues. Ces échantillons floculés ont ensuite été centrifugés en faisant varier les conditions de centrifugation en termes de durée (15 min à 3 h) et de vitesse (3400 à 10000 g) de façon à obtenir des échantillons de boue dans une large gamme de siccités. Les résultats de déshydratation mécanique sont présentés sur la **Figure 26**. Du point de vue de la siccité, de meilleures performances à la déshydratation mécanique sont obtenues pour la boue non digérée. Les siccités maximales obtenues pour les deux boues sont de 25,8 et 27 %. Les capacités des deux centrifugeuses ne permettaient pas d'aller plus loin dans la séparation.

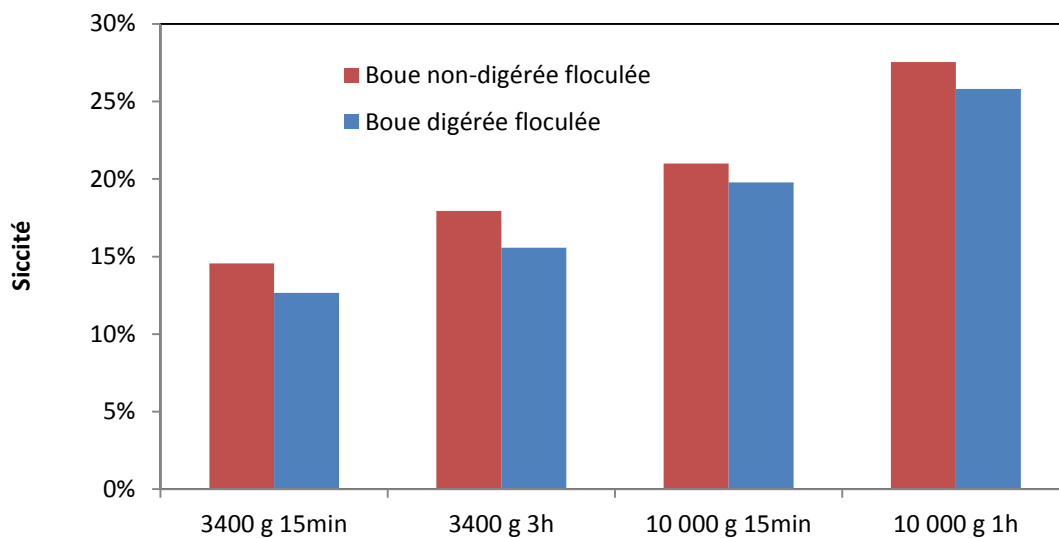


Figure 26 : Siccités après floculation et centrifugation des deux boues.

La **Figure 27** représente l'évolution du module complexe G^* correspondant aux régions de viscoélasticité linéaire et l'évolution de l'angle de perte δ en fonction de la siccité pour les deux boues floculées et centrifugées. Pour les deux boues, le module complexe G^* augmente avec la siccité selon une loi de puissance. Selon Foster et al [19], l'augmentation des propriétés rhéologiques avec l'augmentation de la concentration en solide est due à l'intensification des interactions entre particules. En revanche, l'angle de perte reste quasiment constant pour les deux boues sur la gamme de siccité étudiée, ce qui indique que le ratio des modules élastique G' et visqueux G'' reste inchangé. La nature des interactions n'est donc pas modifiée par le changement de siccité suite à la centrifugation.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

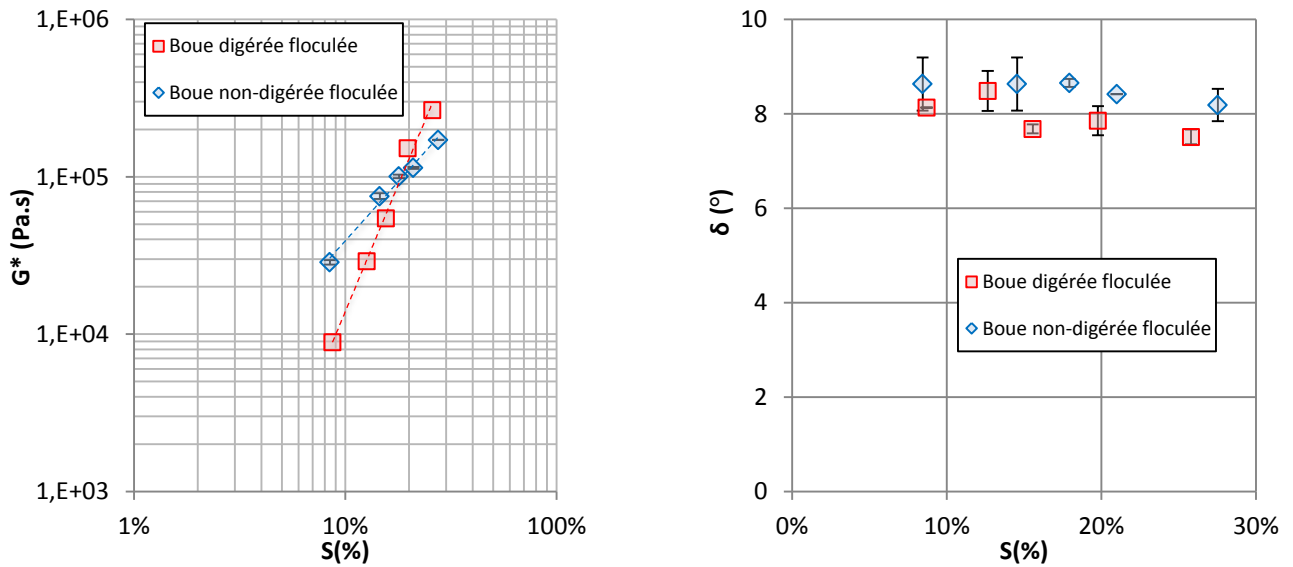


Figure 27 : Évolution des modules élastiques complexes G^* et de l'angle de perte δ en fonction de la siccité pour les deux boues.

Au-delà d'une siccité minimale, l'évolution des module complexe G' , G'' et G^* en fonction de la siccité peut être décrite de manière générale par l'**Equation 5**.

$$G = BS^a \quad \text{Equation 5}$$

Les paramètres B et a sont répertoriés dans le **Tableau 9** pour les deux types de boues. Pour chaque boue, le coefficient a est similaire pour les trois modules. Par contre, il est deux fois plus élevé pour la boue digérée que pour la boue non digérée. À ce stade, il est difficile d'associer ce changement à la concentration en matières organiques ou aux types de floculants utilisés.

Tableau 9 : Paramètres des lois décrivant l'évolution du module complexe G' , G'' et G^* en fonction de la siccité.

	Boue non digérée			Boue digérée		
	G'	G''	G^*	G'	G''	G^*
B	1238,2	206,4	1243,1	8,4	1,49	8,47
a	1,50	1,46	1,50	3,22	3,13	3,22
R^2	0,99	0,98	0,98	0,99	0,99	0,99

Léonard a travaillé sur la floculation de deux boues, prélevées dans deux stations d'épurations différentes et qui avaient des compositions en matières organiques différentes (50 et 60 %) et a réalisé une étape de floculation avec un flocculant cationique avant de déshydrater les échantillons dans une cellule de filtration/compression [20]. Les mesures montrent que les évolutions des modules complexes G' et G'' en fonction de la siccité sont différentes pour les deux boues, la boue la plus organique montrant des valeurs de modules complexes plus grandes. Elle en conclut que les différences observées seraient dues à la quantité de matières organiques contenue dans les boues.

Agoda-Tandjawa et al. ont travaillé avec une boue activée en utilisant également un flocculant cationique, mais en réalisant la déshydratation mécanique par centrifugation. Les évolutions des modules complexes G' et G'' de la boue déshydratée avec et sans flocculant sont les mêmes. Des résultats similaires ont été obtenus en travaillant avec des boues activées centrifugées avec et sans flocculant [21]. La conclusion des auteurs est que les propriétés viscoélastiques d'une boue évoluent en fonction de la siccité indépendamment du flocculant. L'ensemble de ces observations implique donc que les différences que nous observons seraient dues à la nature de la boue plus qu'à la nature du flocculant utilisé.

La **Figure 27** et la **Figure 28** comparent l'évolution respectivement des modules G' et G'' mesurés dans cette étude et obtenus par Léonard [20] et Agoda-Tandjawa et al [21]. À l'exception de la boue non digérée utilisée dans cette étude, l'évolution des modules complexes est similaire à celle observée par les autres auteurs indépendamment du type de boue, de la nature du flocculant et du protocole de déshydratation utilisé. Ceci peut peut-être s'expliquer par des structurations similaires qui se traduisent par des évolutions comparables avec la concentration en matières sèches [21].

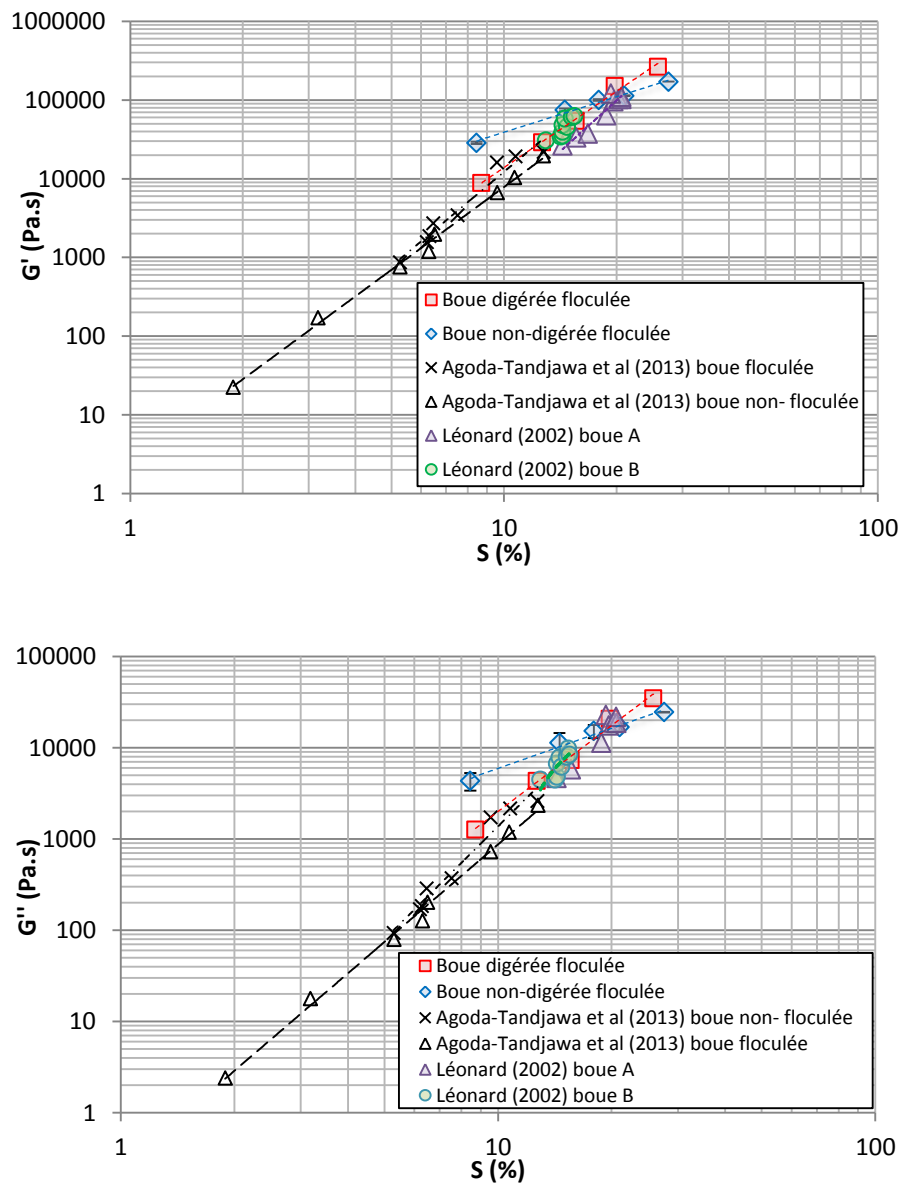


Figure 28 : Évolution des modules élastiques complexes G' et G'' en fonction de la siccité pour les deux boues utilisées dans cette étude et d'autres boues trouvées dans la littérature.

8. Conclusion

La caractérisation des propriétés d'une boue de station d'épuration lors du séchage est une étape primordiale. Dans cette partie, les propriétés de deux boues, digérée et non digérée, ont été étudiées.

La première étape a eu pour objectif de comprendre l'influence que peut avoir un pré-cisaillement sur les propriétés rhéologiques et granulométrique des deux boues. La diminution de la taille et des propriétés viscoélastiques indique clairement qu'il y a eu une déstructuration du produit, l'intensité de cette déstructuration dépendant de l'énergie apportée. La boue est devenue moins cohésive et visiblement plus adhésive. Néanmoins, dans le cadre du séchage par contact sous agitation, aucune différence notable n'a été observée sur le comportement mécanique de la boue lors des différentes phases de séchage.

Dans la deuxième partie, nous avons choisi d'étudier l'influence que peut avoir la concentration en matière sèche sur les caractéristiques des deux boues de station d'épuration. Nous avons choisi de prélever les boues en amont de l'étape de centrifugation pour suivre leur comportement sur une large gamme de siccités au cours d'étapes de floculation et de centrifugation.

L'avancement de la floculation a été quantifié par trois techniques en parallèle : rhéologie, granulométrie et mesure du potentiel zêta. Cela nous a permis de mettre en évidence l'influence du type de flocculant sur la création du réseau de structure et donc sur les propriétés viscoélastiques de la boue.

Pour finir, après centrifugation, nous avons pu observer que les caractéristiques viscoélastiques du matériau augmentent selon une loi de puissance, pratiquement linéaire, avec la concentration en matières sèches. Cette augmentation est plus marquée pour la boue ayant subi une étape de digestion, la boue non digérée semblant montrer un comportement différent.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

Néanmoins, du fait de la limitation de la technique de déshydratation mécanique utilisée, nous n'avons pas pu étudier les propriétés viscoélastiques pour des siccités supérieures à 27 %.

Il serait donc intéressant de compléter ce travail en utilisant d'autres techniques de déshydratation mécanique afin d'accéder à des concentrations en matières sèches plus élevées.

Ces travaux pourraient être également poursuivis par l'étude de l'influence de la température sur les propriétés de la boue pâteuse. En effet, l'ensemble des mesures de cette étude ont été réalisées à température ambiante et ne sont donc pas représentatives des propriétés de la boue dans le sécheur.

9. Bibliographie

1. Arlabosse, P., J.-H. Ferrasse, D. Lecomte, M. Crine, Y. Dumont, and A. Léonard, **Efficient Sludge Thermal Processing: From Drying to Thermal Valorization**, Modern Drying Technology. 2012, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. p. 295-329.
2. Baudez, J.-C., **About peak and loop in sludge rheograms**. Journal of Environmental Management, 2006. **78** (3): p. 232-239.
3. Tabuteau, H., J.-C. Baudez, F. Bertrand, and P. Coussot, **Mechanical characteristics and origin of wall slip in pasty biosolids**. Rheologica Acta, 2004. **43** (2): p. 168-174.
4. Dihang, M.D., **Mecanisme de coagulation et de floculation de suspensions d'argiles diluées rencontrées en traitement des eaux**, Génie des Procédés et de l'environnement. 2007, Université Paul Sabatier. Toulouse.
5. Ferrasse, J.H., **Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement de procédés de séchage conductif avec agitation : application à des boues de station d'épuration urbaines**. 2000, Université de Paul Sabatier de Toulouse III. Toulouse.
6. Djerroud, D., **Modélisation markovienne du séchage continu par contact avec agitation**. 2010, Institut National Polytechnique de Toulouse
7. Chavez, S., **Séchage par contact avec agitation de boues résiduelles urbaines : influence de leur origine et des conditions opératoires sur la cinétique de séchage et les caractéristiques des boues sèches et des rejets gazeux**. 2004, University of Perpignan.
8. Ferrasse, J.H., P. Arlabosse, and D. Lecomte, **Heat, Momentum, and mass transfer measurements in indirect agitated sludge dryer**. Drying Technology, 2002. **20** (4-5): p. 749-769.
9. Ferrasse, J.-H., **Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement de procédés de séchage conductif avec agitation:Application à des boues de station d'épuration urbaines**. 2000, Université de Paul Sabatier de Toulouse III. Toulouse.
10. Coussot, P. and J.-L. Grossiord, **Comprendre la rhéologie:de la circulation du sang à la prise du béton**. 2001.

Chapitre 3 : Caractérisation d'une boue de station d'épuration

11. Wang, Y., E. Dieude-Fauvel, and S.K. Dentel, **Physical characteristics of conditioned anaerobic digested sludge - A fractal, transient and dynamic rheological viewpoint.** Journal of Environmental Sciences, 2011. **23** (8): p. 1266-1273.
12. Mori, M., I. Seyssiecq, and N. Roche, **Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry.** Process Biochemistry, 2006. **41** (7): p. 1656-1662.
13. Airey, G.D., J. Wilmot, J.R.A. Grenfell, D.J. Irvine, I.A. Barker, and J.E. Harfi, **Rheology of polyacrylate binders produced via catalytic chain transfer polymerization as an alternative to bitumen in road pavement materials.** European Polymer Journal, 2011. **47** (6): p. 1300-1314.
14. Claus, G., **La coagulation et la floculation aspects fondamentaux et aspects pratiques.** UER Sciences de la matière. 1974, Université de Nancy 1.
15. Guibaud, G., P. Dollet, N. Tixier, C. Dagot, and M. Baudu, **Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements.** Process Biochemistry, 2004. **39** (11): p. 1803-1810.
16. Léonard, A., G. Blandin, and M. Crine, **Importance of rheological properties when drying sludge in a fixed bed.,** 4th inter-american drying conference : challenge for efficient drying processes. 2009. p. 258-263.
17. Rodier, E., **Physico-chimie des particules en suspensions : Agrégation-Coagulation.** 2010, Ecole des mines d'Albi-Cvarmaux.
18. Mansoutre, S., P. Colombet, and H. Van Damme, **Water retention and granular rheological behavior of fresh C3S paste as a function of concentration.** Cement and Concrete Research, 1999. **29** (9): p. 1441-1453.
19. Forster, C.F., **The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges.** Enzyme and Microbial Technology, 2002. **30** (3): p. 340-345.
20. Léonard, A., **Etude du séchage convectif de boues de station d'épuration : suivi de la texture par microtomographie à rayons X.** 2002, Université de Liège.
21. Agoda-Tandjawa, G., E. Dieudé-Fauvel, R. Girault, and J.C. Baudez, **Using water activity measurements to evaluate rheological consistency and structure strength of sludge.** Chemical Engineering Journal, 2013. **228** (0): p. 799-805.

○ Chapitre 4 : Caractérisation de la distribution des temps de séjour d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

1. Introduction	122
2. Description du pilote de séchage continu	123
2.1. Dispositif expérimental.....	123
2.2. Instrumentation du pilote et acquisition des données	127
3. Protocole pour la mesure de la DTS des boues	127
3.1. Analyse préliminaire pour le choix du couple traceur/détecteur	128
3.2. Mise au point des méthodes de détection.....	130
3.3. Préparation et injection du traceur	139
3.4. Méthodes d'échantillonnage et de dosage	141
3.5. Calcul du temps de passage théorique.....	143
4. Validation du protocole	143
4.1. Répétabilité des mesures	144
4.2. Comparaison des méthodes de détection.....	149
4.3. Représentativité des mesures	150
5. Influence du temps de stockage et de l'inclinaison du sécheur sur l'hydrodynamique	153
5.1. Influence de la durée de stockage sur l'hydrodynamique du procédé de séchage	154
5.2. Influence de l'angle d'inclinaison	157
5.3. Conclusion sur l'hydrodynamique du sécheur à palettes de laboratoire.....	160
6. Conclusion	165
7. Bibliographie	167

1. Introduction

La mécanique des fluides numérique étant hors de portée pour un matériau aussi complexe qu'une boue résiduaire urbaine centrifugée, une approche systémique fréquemment utilisée en génie chimique, la Distribution des Temps de Séjour (DTS), a été retenue pour caractériser l'écoulement d'une boue résiduaire urbaine dans un sécheur par contact avec agitation. Cette méthode repose sur l'utilisation d'un traceur pour marquer les molécules à l'entrée du réacteur et d'un détecteur approprié pour dénombrer, en fonction du temps, ces molécules dans le courant de sortie. Dans la suite de ce document, nous adopterons une représentation simplifiée de la boue. Elle sera considérée comme un mélange de deux constituants : le solide anhydre, supposé non volatil, et l'eau dont une partie se vaporise au cours du séchage. Le système considéré est donc un réacteur ouvert, possédant une entrée et deux sorties, l'une pour le produit séché contenant une humidité résiduelle et l'autre pour la vapeur d'eau, en régime permanent. Décrire le comportement hydrodynamique des écoulements dans un sécheur nécessiterait donc de caractériser l'écoulement du solide anhydre, d'une part, et celui de l'eau, sous ses différentes phases, d'autre part. Le traçage de la seule phase liquide étant illusoire, nous nous sommes tout d'abord attachés à décrire l'écoulement du solide anhydre dans un pilote de laboratoire puis celui du solide humide. Les méthodes développées sont décrites dans la suite de ce chapitre. Cette description est précédée par une présentation du pilote de séchage par contact avec agitation continu dans lequel ont été réalisées les expériences de séchage et de DTS. Elle est ensuite complétée par une présentation d'essais expérimentaux qui visent à démontrer la représentativité, la répétabilité et la reproductibilité des méthodes développées. Finalement, l'influence du temps de stockage de la boue, avant la réalisation de l'essai de séchage, et l'influence de l'inclinaison du sécheur sur l'hydrodynamique du sécheur sont caractérisées.

2. Description du pilote de séchage continu

2.1. Dispositif expérimental

Les expériences ont été réalisées sur un pilote conçu au laboratoire. Cet équipement est un sécheur indirect équipé d'un mobile d'agitation avec lequel interagissent des racloirs. Compte tenu des contraintes de cisaillement exercées sur le produit, il s'apparente à un sécheur à palettes. Le procédé représenté sur la **Figure 1** est constitué :

- d'un système d'alimentation composé d'une trémie et de sa pompe,
- d'un stator, en forme d'auge, équipé de racloirs,
- d'un mobile d'agitation,
- d'un générateur et d'un surchauffeur de vapeur, les expériences étant réalisées sous atmosphère de vapeur d'eau surchauffée,
- d'un circuit d'extraction, de traitement et de filtration du gaz de balayage et de la vapeur d'eau produite au cours de l'expérience,
- de deux armoires de contrôle/commande et d'un système d'acquisition des données.

Des vues du procédé, du système d'alimentation et du système de génération de vapeur d'eau surchauffée sont présentées sur la **Figure 1**.

Le corps du sécheur est formé d'une enveloppe externe, de 1,2 m de long, comprenant une auge en forme de U et un capot. L'ensemble auge et rotor repose sur un support en acier qui peut être incliné de $\pm 5^\circ$. Les caractéristiques géométriques de l'auge sont données dans le **Tableau 1**. L'auge est décomposée en trois zones de 33 cm de long chacune (**Figure 2-a**). Dans chaque zone, une résistance électrique (Chromalox, Soissons, France) est insérée dans la double enveloppe. Chaque résistance peut délivrer jusqu'à 6.10^4 W/m^2 . Un thermocouple de type K, inséré à 1 mm de la paroi en contact avec la boue, est utilisé pour réguler la température de la paroi. Coté alimentation, l'auge a deux entrées : une reliée à la trémie d'alimentation en produit et l'autre permettant l'injection de vapeur d'eau surchauffée (ou d'azote en cas de défaillance du générateur de vapeur) pour inerte l'installation. Côté sortie, une surverse réglable permet de contrôler le taux de remplissage du sécheur. Le solide déshydraté est collecté dans une trémie de réception étanche posée sur une balance de précision (Sartorius, Aubagne, France). Des trappes

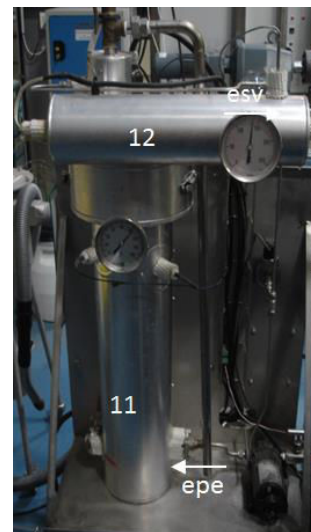
sont usinées sur le capot fermant l'auge pour l'échantillonnage du produit le long du sécheur. Des hublots en verre permettent d'observer l'intérieur du sécheur.



Vue d'ensemble du pilote de séchage



Système d'alimentation



Système de génération de vapeur d'eau surchauffée

1 : Auge calorifugée

2 : Capot calorifugé

3 : Moteur du rotor

4 : Armoire de commande chauffe/rotation

5 : Armoire de commande production vapeur

6 : Bac de récupération

7 : Ligne de traçage de la vapeur

8 : Trémie d'alimentation produit

9 : Pompe Moineau

11 : Préchauffeur

12 : Surchauffeur

esp : Entrée sécheur produit

ssp : Sortie sécheur produit séché

esv : Entrée sécheur vapeur

esv : Sortie sécheur vapeur

epe : Entrée préchauffeur eau

Figure 1 : Photos du sécheur continu.

L'extraction du gaz de balayage et de la vapeur d'eau produite se fait à l'extrémité du sécheur (côté surverse) via un trou percé dans le capot. Le corps du sécheur est calorifugé avec 5 cm d'isolant Superwool® HT Fibre (Eurotech Renda, Cessales, France) pour limiter les pertes de chaleur vers l'extérieur.

Tableau 1 : Caractéristiques géométriques de l'auge.

Longueur (m)	1
Diamètre interne(m)	0,16
Hauteur (m)	0,32
Hauteur de surverse (m)	0,075-0,15

Le mobile d'agitation est composé d'un rotor sur lequel sont vissées des palettes (**Figure 2-b**).

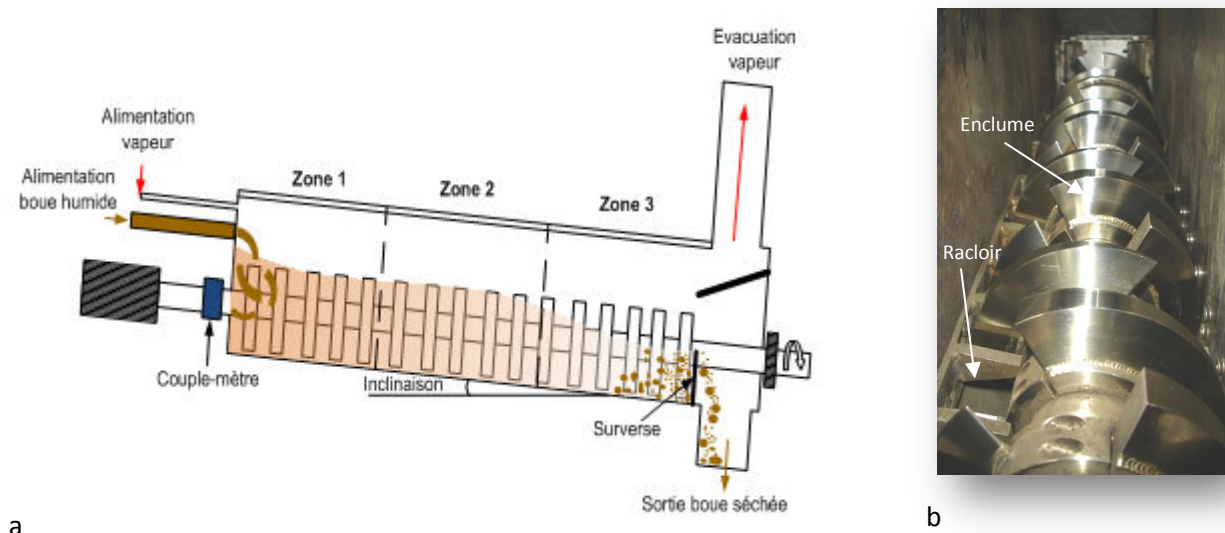


Figure 2 : Représentation schématique du pilote de séchage (a) et photo du mobile d'agitation (b).

Les caractéristiques géométriques du rotor sont données dans le **Tableau 2**. Dix-sept palettes en forme d'enclume sont disposées le long du rotor pour agiter la boue. Des racloirs ont été fixés le long de l'auge, ils interagissent avec les palettes pour éviter la formation d'une couche de boue stagnante adjacente à la paroi chaude. Deux pâles supplémentaires, inclinées à 45°, ont été

placées au début et à la fin du rotor pour convoyer plus facilement le produit. Le rotor est entraîné en rotation par un motoréducteur asynchrone (Leroy Sommer, Colomiers, France) à variateur de fréquence d'une puissance de 2,5 kW. Il permet de maintenir une vitesse de rotation constante comprise entre 0 et 60 tr.min⁻¹. Douze résistances électriques (Chromalox, Soissons, France) réparties à l'intérieur de l'arbre de rotation, à raison de 4 résistances par zone de séchage, permettent de chauffer l'arbre et les palettes par conduction. Dans chaque zone, un thermocouple, placé à 15 mm de la partie en contact avec la boue, est utilisé pour la régulation en température.

Tableau 2 : Caractéristiques géométriques et techniques du rotor.

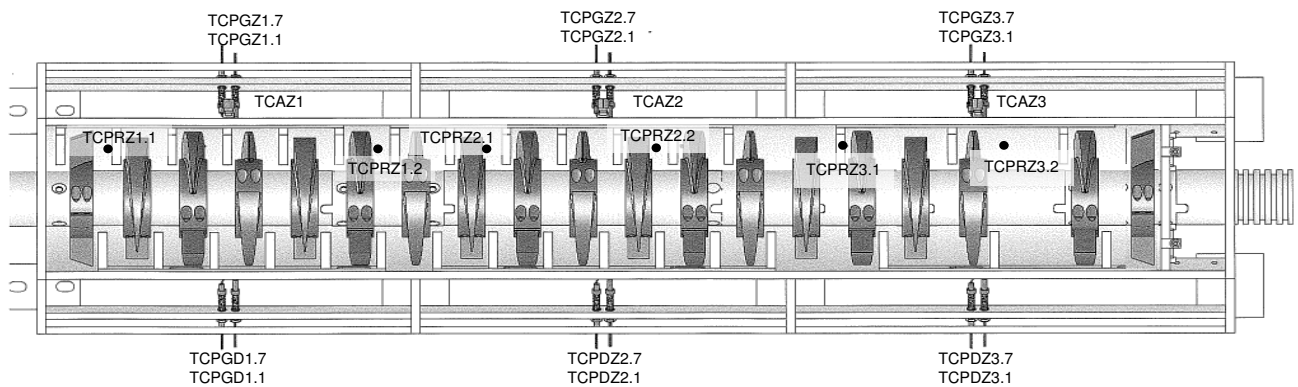
Dimensions géométriques	Longueur (m)	1
	Diamètre extérieur (m)	0,06
	Nb palettes	17
	Nb pales inclinées de 45°	2
Vitesse de rotation	N (tr/min)	0-60

Le système d'alimentation est composé d'une trémie, pouvant contenir 25 kg de boue humide, et d'une pompe Moineau 2.6IVA (PCM, Levallois Perret, France). Cette pompe est constituée d'un rotor hélicoïdal tournant à l'intérieur d'un stator hélicoïdal. La trémie est placée au-dessus du corps de pompe et mise sous pression à l'aide d'un piston (1 bar relatif) pour garantir le gavage de la pompe. Le débit de boue est ajusté à l'aide d'un potentiomètre, qui permet de régler la vitesse du rotor hélicoïdal.

La vapeur d'eau surchauffée, utilisée comme gaz de balayage, est produite (cf. **Figure 1**) à l'aide d'un générateur de vapeur (TATT, Eybens, France), de 4 kW de puissance, et d'un surchauffeur, d'une puissance installée de 0,3 kW. La vapeur est injectée dans le sécheur via une ligne tracée électriquement pour éviter tout problème de condensation. Un thermocouple placé en fin de la ligne de traçage est utilisé pour la régulation de la température de la vapeur injectée en entrée de sécheur. Le gaz de balayage et la vapeur produite sont extraits et filtrés avant d'être évacués dans l'atmosphère.

2.2. Instrumentation du pilote et acquisition des données

Un ensemble de thermocouples, dont la position est représentée sur la **Figure 3**, permet le suivi des températures de parois (TCP), de produit (TCPR) et d'ambiance (TCA) dans chacune des trois zones du sécheur. Le rotor est équipé d'un couple-mètre DR2112 (LR Mesures, Libourne, France) pour le suivi du couple déployé pour le maintien d'une vitesse d'agitation constante. La gamme de fonctionnement de cet appareil est comprise entre 0 et 500 Nm avec une précision de $\pm 0,25$ Nm.



TCA : température ambiante	Z1 : zone 1	.1 : thermocouple placé à 1 mm de la paroi
TPG : température paroi gauche	Z2 : zone 2	.7 : thermocouple placé à 7 mm de la paroi
TCPD : température paroi droite	Z3 : zone 3	
TCPR : température produit		

Figure 3 : Ensemble des thermocouples pouvant être suivis lors du séchage.

Toutes les températures, les puissances électriques consommées par les résistances, le couple mécanique et la masse de granulés séchés sortant de l'installation sont enregistrées par un système d'acquisition développé sous LabVIEW.

3. Protocole pour la mesure de la DTS des boues

La méthode repose sur l'utilisation d'un traceur pour marquer certaines molécules du constituant à tracer. Le traceur utilisé, le mode d'injection et la méthode de détection de ce traceur dans le courant de sortie sont autant de choix à arrêter pour élaborer un protocole représentatif, répétable et reproductible. Il faut, en particulier, veiller à ce que le traceur utilisé soit inerte, ait les mêmes propriétés hydrodynamiques que le constituant à tracer et que les méthodes

d'injection et de détection ne perturbent pas localement l'hydrodynamique ni le régime permanent du procédé. Le choix du traceur est bien évidemment indissociable du choix de la méthode de détection. Dans la suite, nous nous focaliserons sur la détection par spectrométrie de fluorescence X et par conductimétrie et sur le choix des traceurs. Avant que ces choix ne s'imposent, d'autres pistes ont été explorées puis écartées. Elles sont rapidement mentionnées dans le paragraphe suivant.

3.1. Analyse préliminaire pour le choix du couple traceur/détecteur

Les principales méthodes de traçage et de détection ont été rappelées dans le chapitre bibliographique. Le choix du couple traceur/détecteur dépend de la phase liquide, solide ou gazeuse du constituant à tracer, de la composition du constituant à tracer et, inévitablement, des moyens analytiques disponibles. Rappelons que, dans le cadre de ce travail, nous nous sommes fixés comme objectif de tracer le solide anhydre puis le solide humide. Nous étions donc à la recherche de méthode de détections pour des traceurs non solubles dans l'eau et de méthode de détection pour des traceurs solubles.

Pour le traçage du solide anhydre, de couleur sombre dans notre cas, une méthode par colorimétrie avec détection visuelle ou à l'aide d'une caméra numérique avec un dépouillement par analyse d'images a d'emblée été écartée. Faute d'équipement disponible, le traçage radioactif n'a pas été envisagé. Un traçage avec de la matière minérale, obtenue par séchage et calcination de boue centrifugée, a été brièvement considéré. Ce traceur aurait pu être détecté par simple pesée, après séchage en étuve et calcination des échantillons prélevés sur le courant de sortie du sécheur. Néanmoins, la teneur en matières minérales de la boue étant de l'ordre de 30 %, une forte quantité de traceur aurait été nécessaire pour obtenir un signal discernable, même avec une balance de très haute précision. Le traçage chimique, à l'aide de sels métalliques contenant des éléments peu ou pas présents dans la boue par exemple, couplé à une détection par spectrométrie par torche à plasma (ICP) ou par spectrométrie de fluorescence X constituait donc l'ultime solution. Le protocole pour la préparation des échantillons avant dosage par ICP est long et fastidieux, avec de nombreuses opérations (broyage, quartage, calcination, minéralisation, filtration et dilution) et donc un risque accru d'erreurs de mesure et une perte de précision. La détection par spectrométrie de fluorescence X, qui ne requiert qu'un broyage et un quartage, a donc été préférée. Cette méthode de détection sera décrite en détail dans la suite de ce chapitre.

Les méthodes de détection par coloration et par traçage chimique peuvent également être mises en œuvre pour le traçage d'une phase liquide. L'absorption de bleu de méthylène et de rouge de Congo sur de la boue humide a été tentée. Les échantillons prélevés sur le courant de sortie ont été séchés en étuve, lixiviés dans de l'eau déminéralisée et centrifugés. La concentration en colorant dans le surnageant a été dosée par spectrométrie UV-visible. Néanmoins, la couleur jaunâtre du surnageant, même pour la boue exempte de colorant, induisait un bruit de mesure important, même après dilution. Cette méthode a donc été écartée. La méthode retenue précédemment pour le traçage du solide anhydre permet de doser un grand nombre d'éléments. Pour rationaliser le temps de travail, nous avons décidé de tracer la boue humide à l'aide de sels de métaux alcalins, qui sont à de rares exceptions près particulièrement solubles dans l'eau, et de doser ces éléments par spectrométrie de fluorescence X. Néanmoins, dans la littérature, la conductimétrie reste la méthode la plus répandue pour la détermination des DTS en phase liquide. Le chlorure de sodium est l'électrolyte le plus couramment utilisé. L'avantage de cette méthode réside dans la simplicité des protocoles de préparation des échantillons avant analyse (séchage en étuve et lixiviation) et surtout dans la possibilité d'analyser la totalité de la masse des échantillons prélevés sur le courant de sortie du sécheur à l'échelle du laboratoire tout au moins. Il a donc été décidé de développer un second protocole analytique pour le traçage de la boue humide par suivi d'un électrolyte, en l'occurrence le chlorure de sodium. Le chlore pouvant également être quantifié par spectrométrie de fluorescence X, nous pourrions ainsi comparer les deux méthodes de détection.

Les méthodes de détection sélectionnées et les grandes familles de traceurs identifiées, la suite du travail a consisté à choisir des traceurs, à établir les courbes d'étalonnage et enfin à mettre au point les protocoles de préparation des échantillons avant analyse. En particulier, la spectrométrie de fluorescence X nécessitant des échantillons de masse inférieure à 7 g, la question de l'échantillonnage s'est avérée cruciale. Ces différents aspects sont abordés au paragraphe suivant.

3.2. Mise au point des méthodes de détection

3.2.1. Détection par fluorescence X

a) Principe de la mesure

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire permettant d'identifier et quantifier les éléments présents dans un échantillon. L'appareil utilisé dans cette étude est un spectromètre de fluorescence X à dispersion d'énergie EPSILON 3XL (PANalytical, Almelo, Pays-Bas). Il est équipé d'un plateau tournant permettant de mesurer jusqu'à 10 échantillons en continu. Le principe de la mesure (cf. **Figure 4**) est décrit brièvement ci-après. L'échantillon à analyser est excité grâce à un tube à rayons X. La matière composant l'échantillon réémet de l'énergie sous forme de rayons X en direction du détecteur. Les **photons** émis par l'échantillon sont « triés » en énergie par un détecteur semi-conducteur refroidi suivi d'un amplificateur et d'un analyseur.

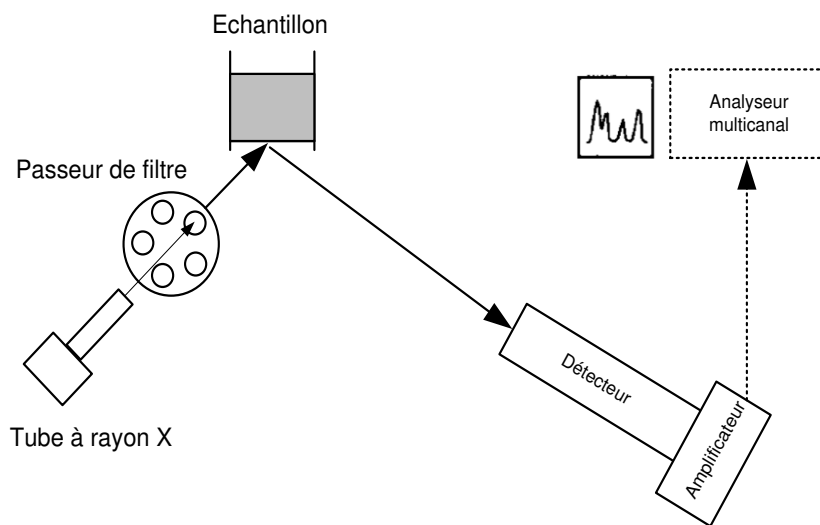


Figure 4 : Schéma de principe d'un appareillage de fluorescence X.

Le spectre de fluorescence X (cf. **Figure 5**) présente l'intensité recueillie par le détecteur, exprimée en nombre de coups¹ par seconde (cps), en fonction de l'énergie émise par l'échantillon,

¹ Le nombre de coups est proportionnel au nombre de photons passant par le détecteur

exprimée en keV. Il est constitué de pics caractéristiques, qui correspondent chacun à une transition électronique d'un atome. Les différents éléments sont identifiés à partir de la position des pics. Une fois les intensités mesurées, un algorithme mathématique permet de déterminer semi-quantitativement les concentrations des éléments atomiques présents dans le milieu.

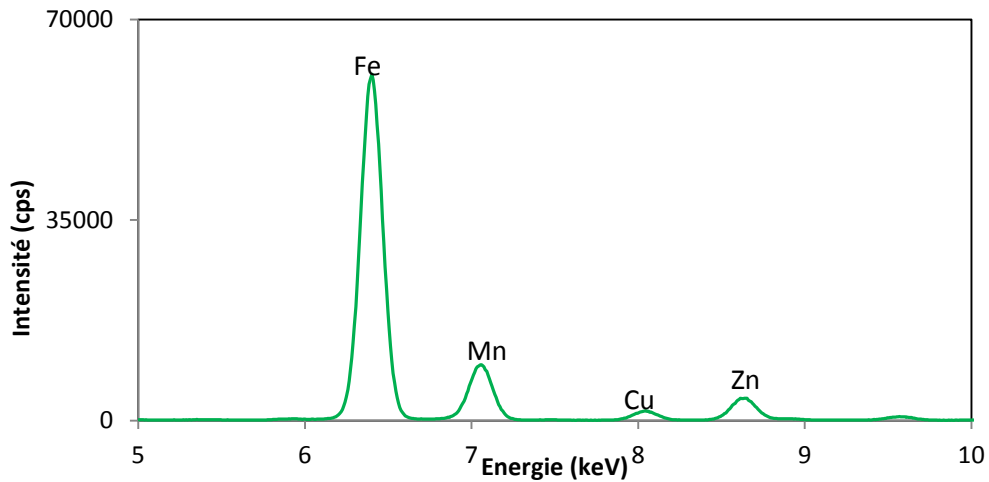


Figure 5 : Exemple de représentation d'un spectre d'énergie d'un échantillon.

Le détecteur analysant toutes les énergies en même temps, il y a un risque de saturation. Des filtres permettent d'atténuer le signal des éléments afin d'éviter toute saturation. La classification périodique est traditionnellement coupée en 5 conditions d'analyse différentes, chaque condition correspondant à une série d'éléments. Le **Tableau 3** répertorie les différents types de filtres utilisés ainsi que les éléments atomiques qu'ils sont capables de détecter. Enfin, des filtres primaires permettent également d'éliminer les interférences spectrales et d'améliorer le rapport signal/bruit détecté afin de mieux identifier et quantifier les éléments.

Tableau 3 : Récapitulatif des filtres et des éléments détectables par le spectromètre à fluorescence X.

Filtre (nature)	Epaisseur (μm)	Temps d'observation (s)	Raies de détection*	
			K	L
Ag	100	60	Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Nb	Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Ti, Pb, Bi, Po, At
Cu-500	500	120	Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb	Te, I, Cs, Ba
Al-200	200	60	Cr, Mn, Fe, Co	Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu
Al-50	50	180	K, Ca, Ti, V	La, Ce
aucun	-	180	Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl	

* K et L correspondent aux deux premières couches électroniques composant un atome. Elles subissent la chute d'un électron lors du bombardement ce qui engendre l'émission de rayon X.

b) Choix du traceur

Le choix des éléments à tracer doit prendre en compte plusieurs critères :

- la solubilité du traceur dans l'eau, en supposant que la phase aqueuse présente dans la boue puisse être assimilée à de l'eau pure,
- la concentration initiale de l'élément dosé dans la boue,
- la quantité à utiliser pour pouvoir le quantifier avec une bonne précision,
- la toxicité et la dangerosité du traceur, et les précautions d'utilisation qui en résultent,
- la neutralité vis-à-vis des transformations et réactions dans le système.

Les résultats d'une analyse semi-quantitative d'un échantillon de boue sèche provenant de la STEP d'Albi sont présentés dans le **Tableau 4**. Comme attendu, on retrouve des éléments fertilisants en quantité importante comme le calcium, le phosphore, le magnésium et le soufre, confirmant l'intérêt agronomique de ce coproduit [1]. La concentration très élevée en fer résulte de l'utilisation du chlorure ferrique pour le traitement tertiaire dans la filière eau. La présence de silicium, quant à elle, traduit l'efficacité limitée du dessablage effectué en entrée de la filière eau.

Tableau 4 : Résultats de l'analyse semi-quantitative d'un échantillon de matière sèche.

Pourcentage massique (%)					
P	5,77	Ca	6,19	Cu	0,24
S	1,89	Br	0,02	Zn	0,42
Mg	1,94	I	0,01	Cr	0,02
Cl	0,28	Mn	0,04	Al	1,21
K	0,28	Fe	12,54	Ni	0,01
Ti	0,66	Pb	0,09	Si	4,22

Sur la base de cette analyse semi-quantitative, du cahier des charges de l'étude et des critères énoncés ci-dessus, quatre éléments ont été retenus : le titane, le brome, l'iode et le chlore. Les caractéristiques des traceurs utilisés sont répertoriées dans le **Tableau 5**.

Tableau 5 : Caractéristiques des différents traceurs utilisés.

Elément	Traceur	Pureté massique (%)	Pourcentage massique de l'élément suivi dans le traceur (%)	Solubilité dans l'eau (g/100g _{eau})	
				à 20°C	à 100°C
Titane	TiO ₂	99	59	insoluble	insoluble
Brome	KBr	99,5	67	65,3	104
Iode	KI	99	76	144	206
Chlore	NaCl	99,5	60	35,9	39,2

Le dioxyde de titane, insoluble dans l'eau, sera utilisé pour tracer la matière anhydre. À l'inverse, le bromure de potassium et surtout l'iodure de potassium ont une solubilité élevée dans l'eau. Ils seront utilisés pour tracer la boue humide. Comme annoncé au paragraphe 3.1, le chlorure de sodium a également été retenu pour pouvoir comparer la méthode de détection par fluorescence X à celle par conductimétrie.

c) Courbes d'étalonnage

Pour une analyse quantitative, l'effet de matrice est à prendre en compte. En effet, les autres atomes constituant l'échantillon peuvent modifier l'intensité du signal par un effet d'absorption des rayons X ou par un phénomène de surexcitation. Un étalonnage spécifique doit être réalisé pour prendre en compte ces effets et déterminer les concentrations exactes de chaque élément dans l'échantillon [2].

Les étalons ont été préparés comme suit. Une masse connue de traceur est mélangée à une quantité donnée de boue humide. Connaissant la siccité de la boue, on peut introduire un ratio massique r défini comme la masse de traceur ajoutée divisé par la masse de matière sèche. Le mélange traceur/boue est séché en étuve à 105°C pendant 24 h. Le spectromètre de fluorescence X ne permet pas l'analyse d'échantillons de masse supérieure à 7 g. Pour garantir un échantillonnage représentatif, les échantillons secs sont broyés à l'aide d'un mixeur durant 30 secondes à 21500 tr/min puis quartés jusqu'à l'obtention d'un échantillon de masse inférieure ou égale à 7 g. L'opération de quartage consiste à fractionner un échantillon en quatre quarts, à retenir les deux quarts opposés, et à répéter le fractionnement jusqu'à obtenir un objet de taille souhaitée. L'échantillon obtenu est représentatif de l'ensemble de l'échantillon. Cette affirmation sera vérifiée un peu plus loin dans ce document (cf. paragraphe 3.4). L'échantillon obtenu est ensuite analysé par fluorescence X. Les courbes d'étalonnage, reliant l'intensité mesurée au ratio massique r , sont présentées sur la **Figure 6** pour les quatre éléments sélectionnés (Br, I, Ti et Cl).

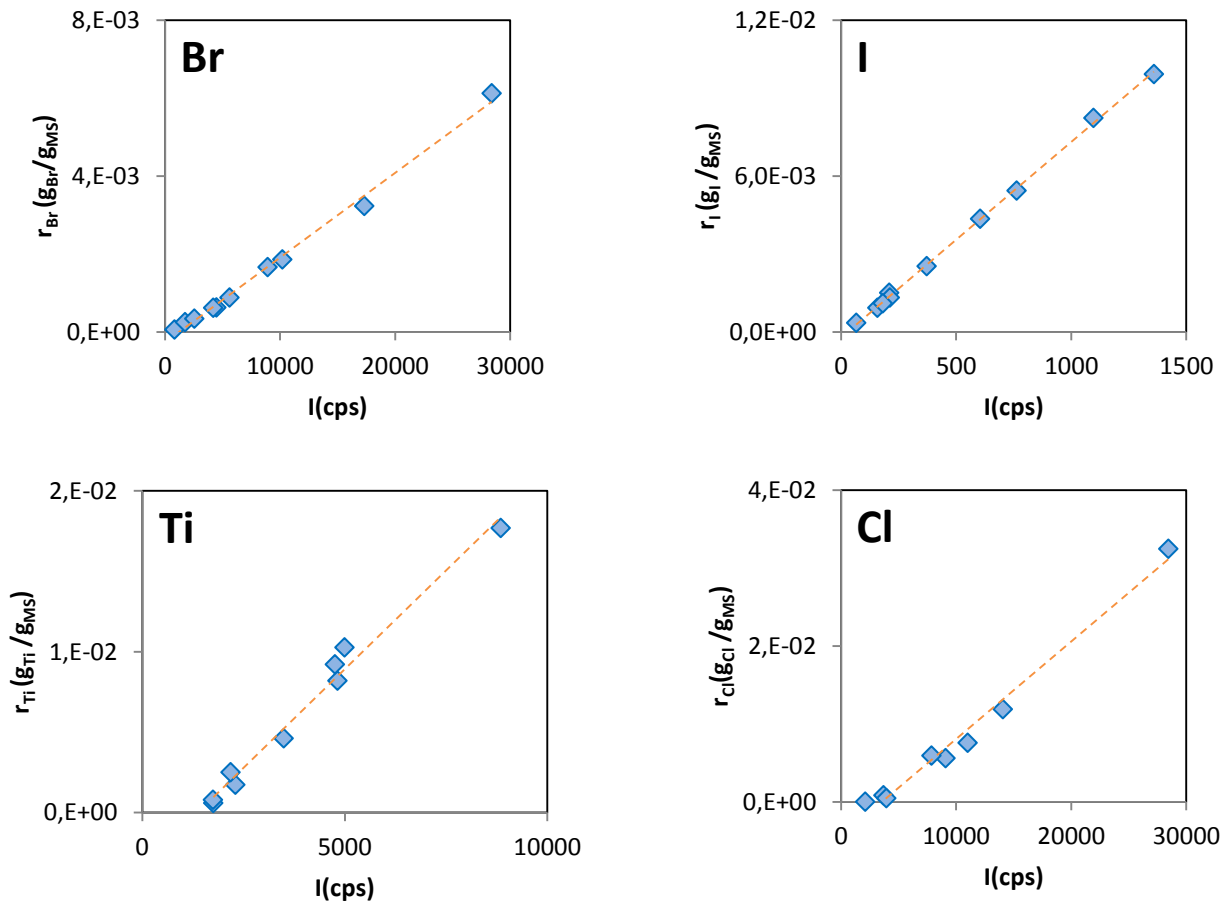


Figure 6 : Courbes d'étalonnage de fluorescence X pour le brome, l'iode, le titane et le chlore.

Les courbes d'étalonnage obtenues sont linéaires. Les éléments sélectionnés étant déjà présents dans la boue, les droites d'étalonnage ne passent pas par l'origine. Une régression linéaire permet de calculer l'équation de ces droites d'étalonnage (cf. **Equation 1**).

$$r_{cal} = (I - I_{ini}) * a \quad \text{Equation 1}$$

Les valeurs des coefficients directeurs a et des intensités initiale I_{ini} des différents éléments suivis sont répertoriées dans le **Tableau 6**. Le coefficient de corrélation linéaire des droites de régression est également précisé.

Tableau 6 : Coefficients des droites de régression linéaire de fluorescence X.

	I	Br	Ti	Cl
I_{ini} (cps)	14	726	1597	2100
a ($g_{Traceur} \cdot g_{MS}^{-1} \cdot cps^{-1}$)	$7,4 \cdot 10^{-6}$	$2,1 \cdot 10^{-7}$	$2,8 \cdot 10^{-6}$	$1,1 \cdot 10^{-6}$
R^2	0,998	0,992	0,978	0,968

En métrologie, la sensibilité est un paramètre qui exprime la variation du signal mesuré, ici I , en fonction de la variation du signal d'entrée, c'est-à-dire le ratio massique r . La sensibilité, définie comme la dérivée de I par rapport à r , est donc égale à l'inverse du coefficient directeur des courbes d'étalonnage $\frac{1}{a}$. La valeur de la sensibilité est donnée pour chaque élément sur la **Figure 7**. Le brome est l'élément pour lequel une variation donnée de la grandeur à mesurer, r , va provoquer la plus grande variation d'intensité. C'est donc l'élément le plus sensible. À noter que les sensibilités du titane et de l'iode sont sensiblement équivalentes.

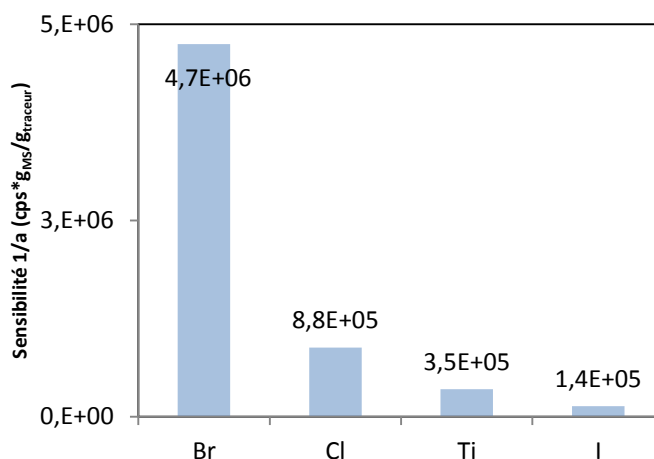


Figure 7 : Sensibilité de la mesure pour chaque élément suivi par fluorescence X.

3.2.2. Détection par conductimétrie.

a) Matériel utilisé

Un conductimètre DCM210 (MeterLab[®], Copenhague, Danemark), équipé d'une cellule de conductimétrie en verre de type CDC641T (<100 mS/cm) avec mesure de température intégrée (-10/100°C), est utilisé dans cette étude. La conductivité dépend des ions en solution, de leur

concentration ainsi que de leur mobilité. La mobilité étant fonction de la température, les mesures ont été réalisées dans un laboratoire climatisé dont la température est en permanence fixée à 23°C.

b) Courbe d'étalonnage

L'étalonnage a été réalisé avec des solutions de NaCl diluées (de 5 à 1000 fois) avec de l'eau déminéralisée puis avec des lixiviats obtenus à partir d'échantillons de boue dopés en NaCl. Les lixiviats ont été obtenus en suivant le protocole suivant. Une masse connue de NaCl est mélangée à une quantité donnée de boue humide. Le mélange traceur/boue est séché en étuve à 105°C pendant 24 h, puis mis en contact avec de l'eau déminéralisée, utilisée comme agent lixiviant. Un rapport m_{eau}/m_{MS} de 10 a été retenu. L'étalonnage a été réalisé avec deux lots de boues prélevés à quelques semaines d'intervalle. Les courbes d'étalonnage sont présentées sur la **Figure 8**.

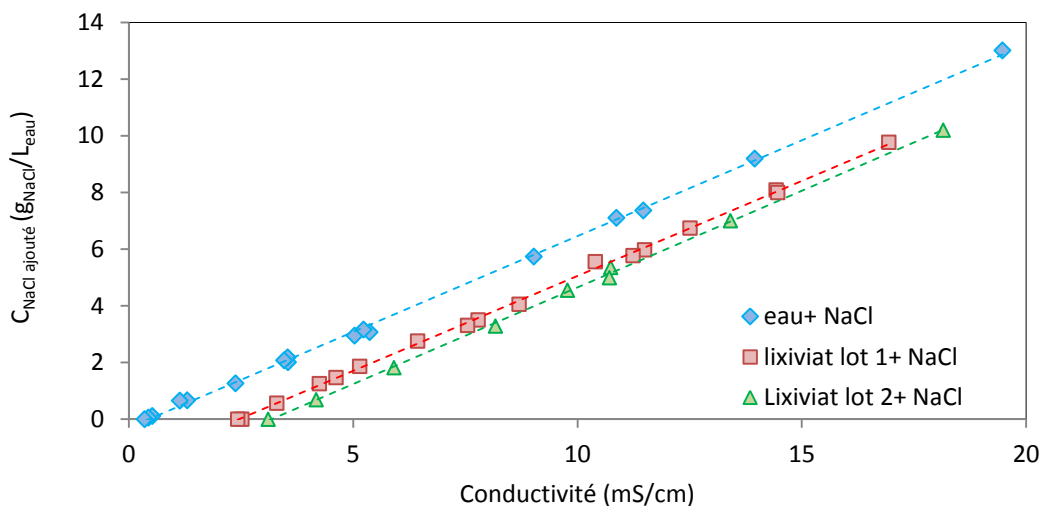


Figure 8 : Courbes d'étalonnage de conductimétrie.

La grandeur analogue à une concentration, qui figure en ordonnée, correspond à la masse de NaCl ajoutée divisée par le volume de la solution ou du lixiviat. Comme attendu, la conductivité électrique varie linéairement avec la concentration en NaCl. On constate également que la conductivité électrique du lixiviat obtenu avec la boue non dopée (c'est-à-dire pour $C_{NaCl\ ajouté} = 0$ g/L) est non nulle et varie d'un lot à l'autre. Une régression linéaire permet de calculer l'équation de ces droites d'étalonnage. Les valeurs du coefficient directeur α et de la conductivité initiale λ_{ini} sont répertoriées dans le **Tableau 7** pour chaque droite d'étalonnage.

Compte tenu des valeurs très proches des trois coefficients directeurs, une valeur moyenne est retenue pour la suite des calculs. Par contre, la conductivité électrique de la boue non dopée, λ_{ini} , est mesurée pour chaque lot de boue.

Tableau 7 : Coefficients des droites d'étalonnage de conductimétrie.

	Eau + NaCl	Lixiviat lot 1 + NaCl	Lixiviat lot 2 + NaCl
λ_{ini} (mS.cm ⁻¹)	0,44	2,46	3,18
a (g _{NaCl} .L _{eau} ⁻¹ .mS ⁻¹ .cm)	0,676	0,680	0,671
R ²	0,991	0,989	0,990

Ainsi, la quantité de NaCl ajoutée par unité de volume de lixiviat sera calculée selon l'Equation 2.

$$C_{NaCl, \text{ calculé}} = (\lambda - \lambda_{ini}) * 0,675 \quad \text{Equation 2}$$

L'erreur relative résultant de l'approximation sur le coefficient directeur est représentée sur la Figure 9. L'écart entre la mesure et l'estimation est inférieur à 5 %.

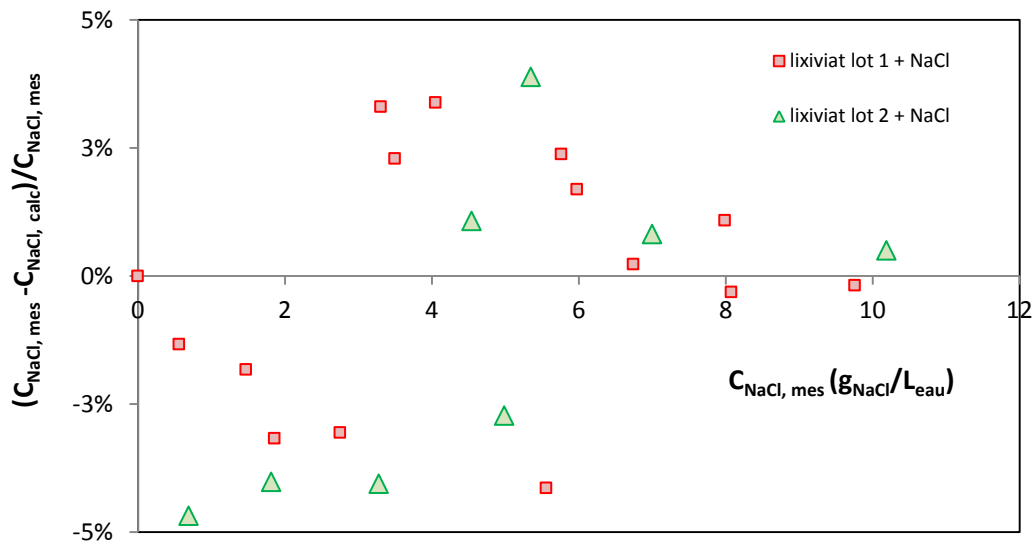


Figure 9 : Incertitude relative sur l'estimation de la quantité de NaCl ajoutée par conductimétrie.

3.3. Préparation et injection du traceur

Le choix s'est porté sur une injection de type impulsion. En effet, il a été estimé que l'utilisation de d'une injection de type échelon induirait l'emploi et la préparation d'une quantité trop importante de traceur. Ce choix implique que le traceur doit donc être injecté en un temps très court devant le temps de passage τ (soit $<0,01 \tau$). Le traceur, sous forme de poudre préalablement séchée en étuve à 105°C , est mélangé à l'aide d'un mélangeur planétaire à une quantité connue de boue pâteuse ($\approx 100 \text{ g}$) pendant 20 minutes à 200 tr/min. Pour ne pas induire de biais par rapport à l'objectif de l'étude (tracer l'écoulement dans le sécheur), l'injection ne se fait pas dans la trémie d'alimentation mais après la pompe, à l'entrée du sécheur (**Figure 10**). Pour cela, le mélange traceur et boue humide est conditionné dans un morceau de tuyau d'une dizaine de centimètres de long, de même nature et de même diamètre que le tuyau d'alimentation du sécheur. Au moment de l'injection du traceur, lorsque l'installation est en régime permanent, le morceau de tuyau est inséré entre l'extrémité du tuyau d'alimentation et l'entrée du sécheur. Au cours d'une même expérience, plusieurs traceurs sont successivement injectés dans l'installation à des intervalles de temps allant de 1 h à 1 h 30.

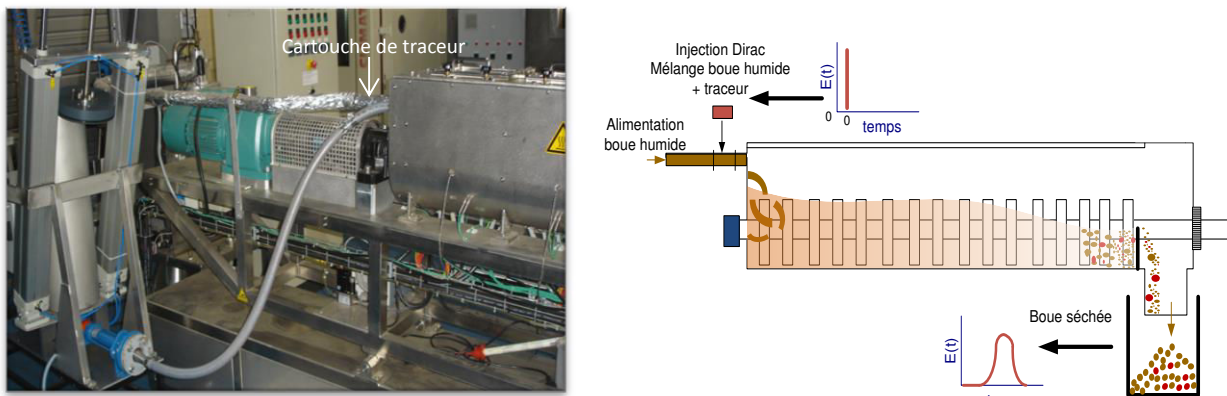


Figure 10 : Mode d'injection des traceurs dans le sécheur continu.

L'estimation du régime permanent est un préalable à l'injection du traceur. Une expérience de séchage peut être décomposée en plusieurs étapes. Pour illustrer la procédure expérimentale suivie, l'évolution des températures mesurées dans le produit (TCPR) à différentes positions, de la vapeur, du couple mécanique et de la masse cumulée de boue sèche récupérée en sortie de

sécheur sont représentées sur la **Figure 11** pour une expérience typique de séchage. La boue est sortie de la chambre froide quelques heures avant le démarrage de l'expérience. En effet, des tests ont montré qu'une boue froide sortant de la chambre froide est plus difficile à pomper qu'une boue à température ambiante. Cette étape est donc réalisée systématiquement de façon à éviter une variation du débit d'alimentation, dû au réchauffement du produit, en cours d'expérience. L'étalonnage de la pompe est effectué avant chaque expérience pour tenir compte d'une éventuelle évolution de la composition de la boue. La chauffe du sécheur est démarrée plusieurs heures avant le début de l'alimentation en boue (**Figure 11- phase (1)**).

Lorsque les températures des consignes des parois sont atteintes, le générateur puis le surchauffeur sont allumés et la vapeur surchauffée est injectée dans le sécheur (**Figure 11- phase (2)**). Une fois la température de consigne de la vapeur atteinte, l'alimentation en boue commence (**Figure 11- phase (3)**). La température mesurée par les capteurs TCPR chute immédiatement alors que le couple mécanique déployé par l'agitateur augmente. Au bout d'une à deux heures d'alimentation, des granulés de boue séchée commencent à sortir du sécheur et sont récupérés dans le bac de rétention étanche. Après neuf heures d'alimentation, le débit de boue en sortie du sécheur est stable, tout comme les températures produits ((**Figure 11- phase (3)**). Le régime permanent est supposé atteint et l'injection des différents traceurs commence (**Figure 11- phase (4)**).

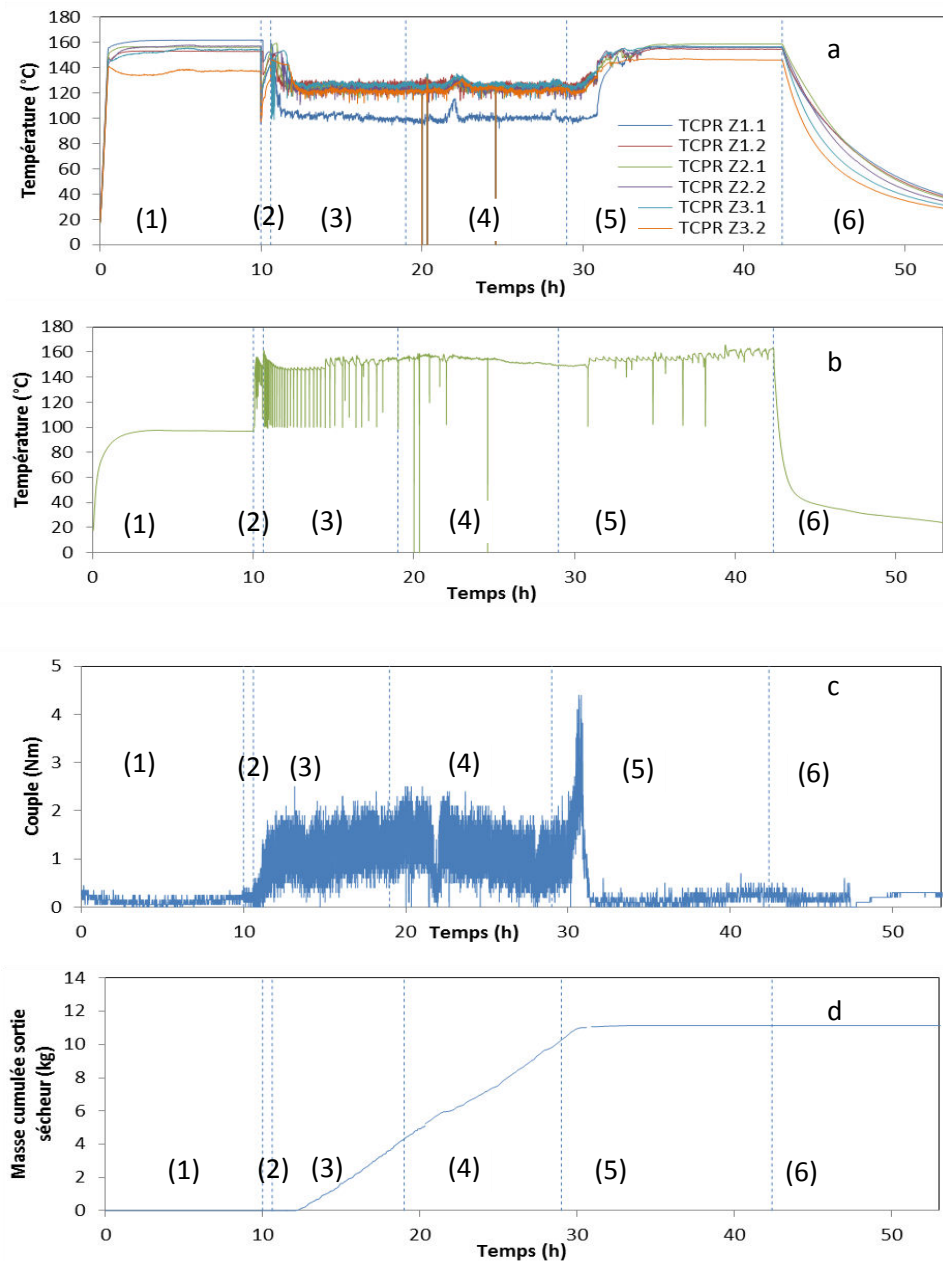


Figure 11 : Températures du produit (a), de la vapeur (b), du couple mécanique (c) et de la masse cumulée de boue en sortie de sécheur (d) lors d'une expérience de séchage ($N=27$ tr/min, $\dot{m}_{alim}=1,8$ kg/h, $\theta=4^\circ$, $H_s=7,5$ cm, $TCP=160^\circ C$).

3.4. Méthodes d'échantillonnage et de dosage

Une fois le traceur injecté, la totalité de la boue sortant du sécheur est récupérée dans des pots. Le temps d'échantillonnage est compris entre 5 et 10 minutes, selon les conditions opératoires.

Tous les échantillons collectés sont ensuite analysés par fluorescence X (cf. **Figure 12**) ou par conductimétrie (cf. **Figure 13**).

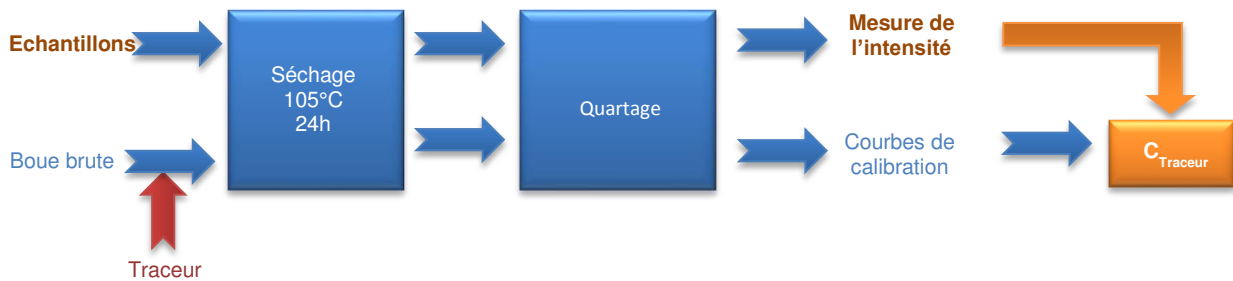


Figure 12 : Protocole de mesure des échantillons par fluorescence X.

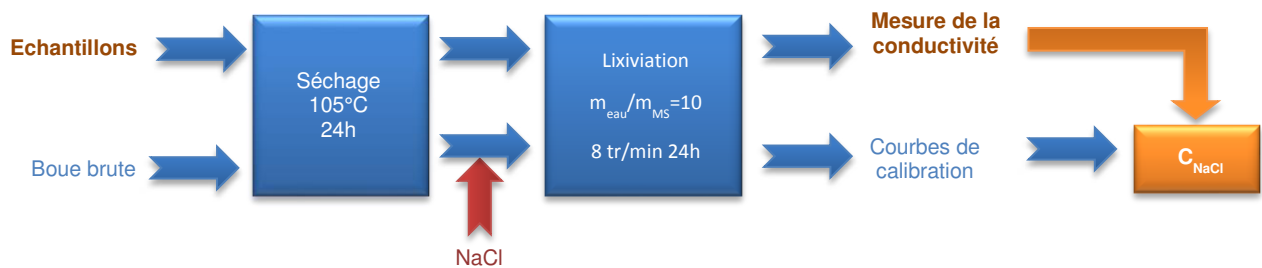


Figure 13 : Protocole de détection du chlorure de sodium par conductimétrie.

Pour la caractérisation de la DTS par conductimétrie, la totalité de la masse de l'échantillon est analysée. Pour une analyse par fluorescence X, un quartage est indispensable. La fiabilité du protocole a été vérifiée. Chaque prélèvement a été quarté jusqu'à obtenir un échantillon de 7 g. Cet échantillon de 7 g et le reste du prélèvement ont été lixiviés séparément. Comme on peut le voir sur la **Figure 14**, l'échantillon quarté est bien représentatif de l'échantillon primaire. L'écart maximal sur la conductivité est de 7 % et l'incertitude absolue de 2,6 %.

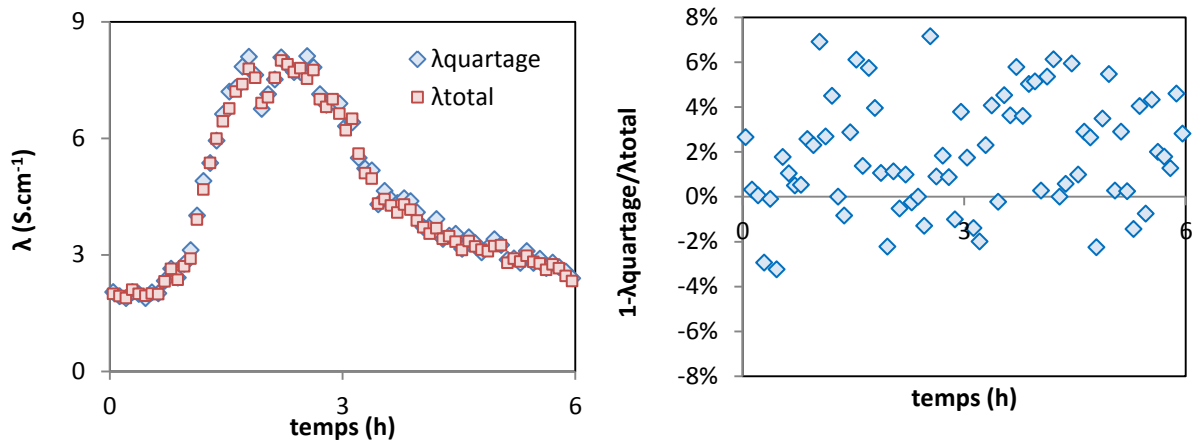


Figure 14 : Fiabilité de la méthode de quartage - Analyse des échantillons quartés par fluorescence X ($\lambda_{quartage}$) et de la masse restante par conductimétrie (λ_{total}).

3.5. Calcul du temps de passage théorique

Comme nous le verrons au chapitre 5, la masse de solides retenus dans le sécheur est un paramètre du modèle de Markov proposé pour décrire les courbes de DTS. Il peut être déterminé expérimentalement. Une fois l'échantillonnage fini, la trémie de réception est vidée, l'alimentation du sécheur en boue humide est stoppée mais le procédé est laissé en fonctionnement. Lorsque la boue contenue dans le corps du sécheur forme un solide divisé qui peut être récupéré par aspiration (Figure 11-(5)), l'injection de vapeur et la chauffe du stator et du rotor sont coupées (Figure 11-(6)). Après refroidissement de l'installation, les granulés de boue retenus dans le sécheur ou collectés dans la trémie de réception sont récupérés. Ils sont ensuite séchés en étuve à 105°C. La quantité de matière sèche retenue dans le sécheur M_{ret} est obtenue par simple pesée. De cette mesure, on en déduit le temps de passage théorique, défini ici comme le ratio entre la masse de matière sèche retenue dans l'installation et le débit massique de matière sèche.

4. Validation du protocole

Pour toutes les expériences de séchage réalisées, les températures de paroi (stator et rotor) ont été fixées à 160°C. La température de la vapeur d'eau surchauffée, utilisée comme gaz de

balayage, a également été fixée à 160°C. En outre, la surverse à la sortie de l'installation a été enlevée.

4.1. Répétabilité des mesures

La répétabilité des mesures doit s'appréhender sous deux angles différents : le profil de teneur en eau le long du sécheur et la DTS. Trois expériences de séchage, avec injection de NaCl et détection par conductimétrie, ont été réalisées avec trois lots de boue différents, stockés 48 h en chambre froide. Pour ces essais, l'angle d'inclinaison du sécheur a été fixé à 3°, le débit d'alimentation en boue humide à 4,7 kg/h et la vitesse de rotation à 7 tr/min.

Les photos présentées sur la **Figure 15** illustrent l'évolution de la structure de la boue le long du sécheur. Avant son introduction dans le sécheur, la boue se présente sous forme pâteuse, qui pourrait s'apparenter pour ce qui est de la texture à une pâte à modeler. Dans la zone 1 du sécheur ($0 \leq z \leq 0,33$ m) (**Figure 15-a**), la boue devient plus fluide sous l'effet de l'agitation et de l'élévation de température. Elle a tendance à adhérer aux palettes, formant parfois un film continu à leur surface. La densité de flux évaporatoire est élevée, de l'ordre de 5,22 kg/m²/h, et la teneur en eau du produit diminue fortement, passant de 4 à 2 kg_{eau}/kg_{MS}. Dans la zone 2 ($0,33 \leq z \leq 0,66$ m), la consistance de la boue a visiblement évolué vers un état pâteux voire solide (**Figure 15-b**). Le film recouvrant les palettes a disparu et la boue devient plus cohésive et s'agglomère sur les parois au-dessus du mobile d'agitation. On qualifie habituellement cet état de « phase plastique ». Cette phase est observée pour $1,5 \geq X \geq 0,66$. Comme on peut le voir sur la photo, la paroi chauffée n'est que partiellement recouverte de boue. La diminution de la surface de contact paroi/boue entraîne une diminution de la quantité d'énergie apportée au produit et donc de la densité de flux évaporatoire. Ramenée à la surface chauffée, la densité de flux évaporatoire atteint 3,61 kg/m²/h. Dans la troisième zone ($0,66 \leq z \leq 1$ m), le matériel se présente sous forme de granulés solides (**Figure 15-c**) et la densité de flux évaporatoire n'est plus que de 0,97 kg/m²/h. Le phénomène de retrait dû à l'évaporation de l'eau étant important, la surface de contact entre la boue et la paroi chauffante a encore diminué. Ces différentes phases sont observées pour toutes les expériences de séchage. Seules leurs positions dans le sécheur sont susceptibles d'évoluer lorsque les conditions opératoires imposées changent.

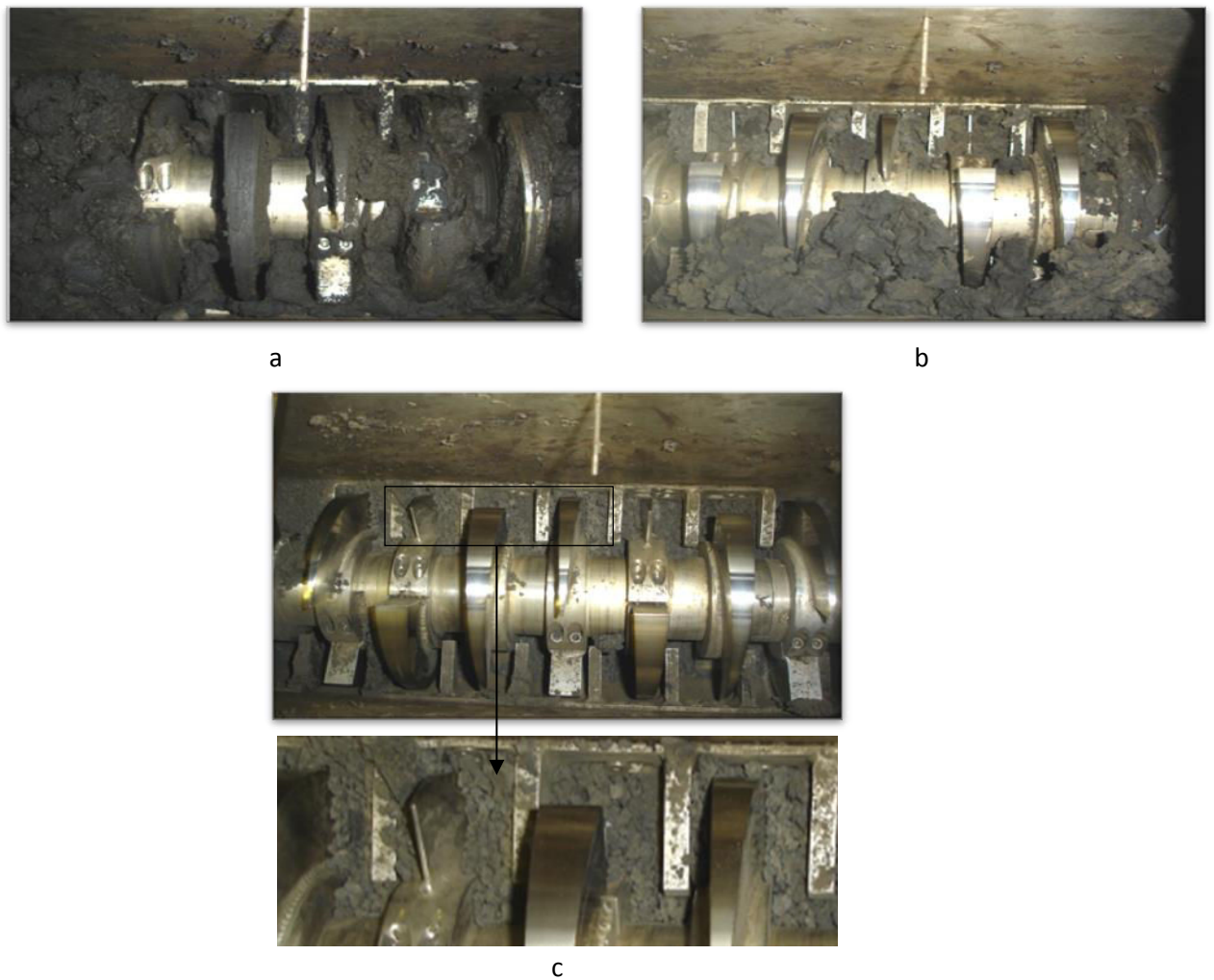


Figure 15 : Photos des différentes phases dans le sécheur : boue fluide dans la zone 1 (a), phase plastique dans la zone 2 (b) et solide divisé dans la zone 3 (c).

Les profils de teneur en eau le long du sécheur mesurés pour les 3 expériences de séchage sont présentés sur la **Figure 16**. Comme on peut le voir (cf. **Tableau 8** pour les valeurs numériques), la teneur en eau initiale de la boue utilisée pour la troisième expérience était beaucoup plus faible que celle des deux premiers lots, suite à des modifications apportées sur le poste « déshydratation » à la STEP. Malgré cet écart initial, le profil de teneur en eau le long du sécheur est sensiblement le même pour les trois expériences. En sortie, le matériau atteint une teneur en eau de $0,31 \pm 0,05$. Compte tenu du matériau étudié et surtout des modifications régulièrement apportées sur le procédé de traitement des eaux usées pendant cette phase de démarrage de la STEP, on peut considérer qu'obtenir un

coefficient de variation de 16,2 % est satisfaisant.

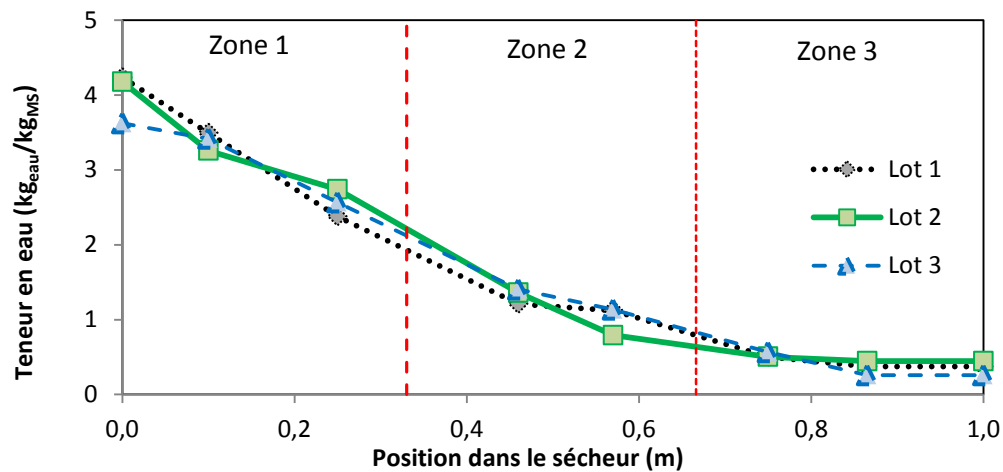


Figure 16 : Répétabilité du profil de teneur en eau le long du sécheur.

La **Figure 17** illustre l'évolution de la masse cumulée de boue à la sortie du sécheur. Le débit de boue séchée en sortie sécheur est plus important pour le lot 3. En effet, le débit d'alimentation en boue humide est identique pour les trois expériences mais la teneur en eau initiale est plus faible pour ce lot : le débit de matière sèche est donc plus élevé pour cette expérience. Les données caractéristiques de ces essais de séchage sont synthétisées dans le **Tableau 8**. Pour les trois expériences, les capacités évaporatoires, calculées par rapport à la surface d'échange totale, et les temps de passage sont identiques. Les coefficients de variation sont inférieurs à 5 %. Ainsi, d'un point de vue exclusivement orienté « séchage », on peut considérer que les mesures sont répétables.

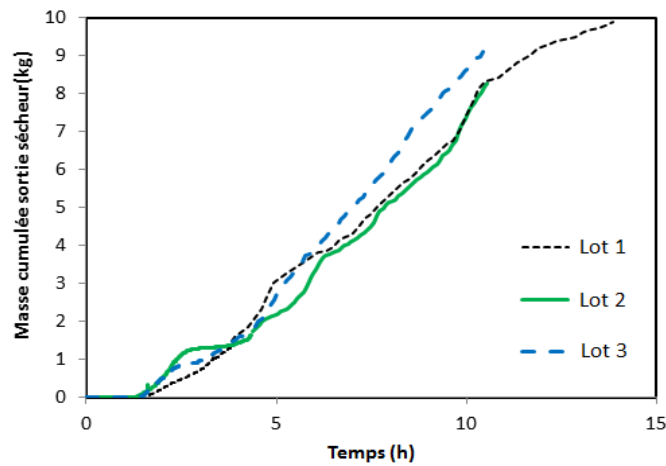


Figure 17 : Répétabilité de la masse cumulée de boue en sortie de sécheur.

Tableau 8 : Répétabilité des caractéristiques de la boue en entrée et en sortie, de la capacité évaporatoire moyenne et du temps de passage dans le sécheur.

Lot	\dot{m}_{alim} (kg/h)	$X_{entrée}$ (kg _{eau} /kg _{MS})	\dot{m}_{sortie} (kg/h)	X_{sortie} (kg _{eau} /kg _{MS})	C_{evap} (kg _{eau} /h/m ²)	τ (h)
1	4,7	4,24	0,94	0,35	3,56	3,5
2	4,6	4,18	1,00	0,27	3,50	3,7
3	4,7	3,62	1,20	0,33	3,39	3,8
Moyenne	4,67 ± 0,06	4,01 ± 0,33	1,04 ± 0,14	0,31 ± 0,05	3,48 ± 0,09	3,68 ± 0,15

Pour chaque expérience, une injection Dirac de NaCl a été réalisée. Pour ces essais, 90 g de NaCl ont été mélangés avec 50 g de boue humide. Le **Tableau 9** répertorie le moment d'ordre un (t_s), le moment centré d'ordre 2 (σ^2) et la variance centrée. Les fonctions E et F sont représentées sur la **Figure 18**. Un trait pointillé indique la valeur du temps de séjour moyen calculé sur la base des trois expériences.

Tableau 9 : Répétabilité des moments et de la variance centrée de la DTS.

Lot	t_s (h)	σ^2 (h ²)	varC (-)
1(→10h)	2,51	2,5	0,40
1(→7h)	*2,33	*1,4	*0,25
2	2,77	1,4	0,18
3	2,58	1,2	0,18
Moyenne	2,56 ± 0,2	1,3 ± 0,1	0,20 ± 0,04

Pour le lot 1, l'échantillonnage a été réalisé pendant 10 h contrairement aux autres lots, où l'échantillonnage a été arrêté au bout de 7 h. Comme on peut le voir sur la **Figure 18**, au bout de 7 h d'échantillonnage, plus de 95 % du traceur a été récupéré pour le lot 1 et la conductivité des lixiviats tend à nouveau vers la valeur initiale. Au-delà de 7 h d'échantillonnage pour le lot 1, on observe un bruit de fond, associé à la résolution de la méthode de mesure. Ce bruit de fond biaise évidemment le calcul des moments, comme on peut le voir dans le **Tableau 9**. Si les échantillons prélevés au-delà de 7 h ne sont pas pris en compte pour le calcul des moments, le temps de séjour, la variance et la variance centrée sont évidemment plus petits. Alors que le temps de séjour ne diminue que de 11 minutes, les valeurs des variances, qui donnent une indication sur l'étalement de la DTS, varient d'environ 40 %. Si l'on compare les grandeurs caractéristiques des courbes de DTS calculées pour un même temps d'échantillonnage, les résultats sont très proches. Le coefficient de variation est de 8,6 % pour le temps de séjour et la variance. Ainsi, on peut considérer que les mesures de DTS sont répétables.

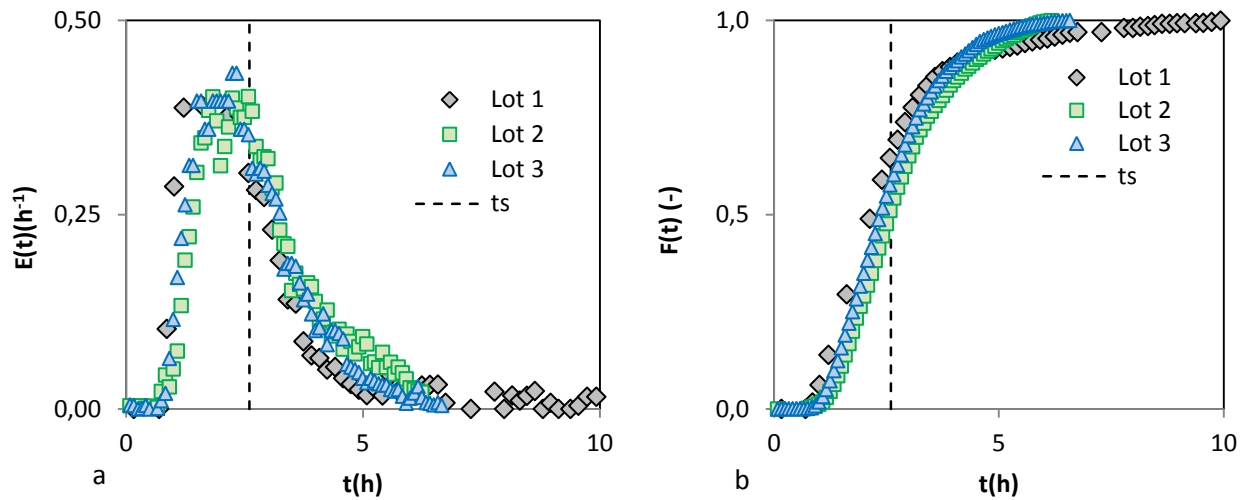


Figure 18 : Répétabilité des mesures - (a) DTS et (b) DTS cumulée.

4.2. Comparaison des méthodes de détection

Pour comparer les deux protocoles de détection, une expérience de DTS, avec injection Dirac de NaCl, a été réalisée dans les conditions suivantes : la vitesse de rotation du rotor a été fixée à 21 tr/min, l'angle d'inclinaison à 3° et le débit d'alimentation en boue humide à 2,5 kg/h. Les échantillons prélevés ont été séchés en étuve pour enlever l'humidité résiduelle, broyés et quartés. L'échantillon de 7 g a été analysé par spectrométrie de fluorescence X, le reste de la masse a été lixivié et la conductivité électrique des lixiviats mesurée. Les résultats de DTS obtenus sont représentés sur la **Figure 19**.

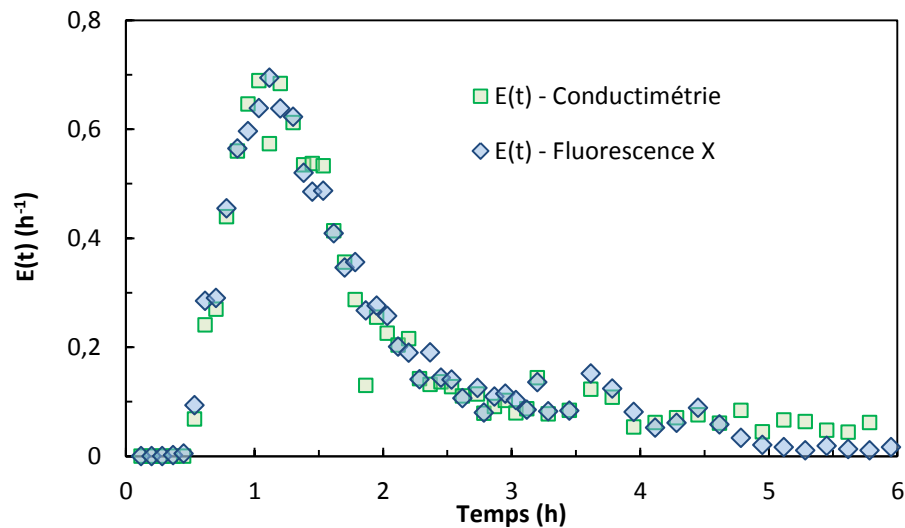


Figure 19 : Comparaison des DTS obtenues par conductimétrie et fluorescence X.

Les courbes de DTS se superposent parfaitement pendant les cinq premières heures d'échantillonnage. Alors que la quantité de traceur tend vers 0 pour les échantillons prélevés ultérieurement et analysés par fluorescence X, on retrouve le bruit de fond évoqué précédemment pour les échantillons analysés par conductimétrie. Dans cette zone, pour une même quantité de traceur injectée, le rapport entre le signal maximum mesuré et la ligne de base, qui correspond à la réponse de la boue non dopée en NaCl, est 5 fois plus faible pour la conductimétrie ($\lambda_{max}/\lambda_{ini} = 3,3$) que pour la fluorescence X ($I_{max}/I_{init} = 16,3$). La méthode de détection par conductimétrie est donc un peu moins précise aux faibles concentrations de traceur que celle par fluorescence X. Malgré ce bruit de fond, l'écart sur le temps de séjour moyen est seulement de 5 minutes. Les deux méthodes de détection conduisent donc sensiblement au même résultat.

4.3. Représentativité des mesures

Outre la question de la reproductibilité de la méthode, se pose la question de sa représentativité. Autrement dit, la méthode permet-elle de relever les justes propriétés de l'objet testé et d'en fournir une estimation suffisamment précise pour l'utilisation souhaitée ? Pour établir les résultats présentés précédemment, un traceur soluble a été utilisé. En outre, la fraction massique de NaCl ajoutée dans le mélange pour les essais de répétabilité excédait 64 %. La question de la représentativité de la méthode se pose donc. Quatre mélanges avec des traceurs différents, le chlorure de sodium (NaCl), le bromure de potassium (KBr) l'iodure de potassium (KI) et le dioxyde de titane (TiO₂), ont été préparés, avec des ratios massiques traceur/boue différents (cf. **Tableau 10**), puis ont été injectés successivement à 1 h d'intervalle. Le ratio massique apparaissant dans la quatrième colonne du **Tableau 10** est calculé pour une siccité initiale de 18,3 %.

Tableau 10 : Composition massique du mélange traceur/boue (S=18,3 %) pour les différents traceurs.

Traceur	Masse de boue humide (g)	Masse de traceur (g)	Ratio (g _{traceur} /g _{Ms})
NaCl	90	30	1,82
KBr	91	7,6	0,45
KI	92	2,6	0,15
TiO ₂	89	15,4	0,93

L'expérience de séchage a été réalisée dans les conditions opératoires suivantes : une vitesse de rotation de 30 tr/min, un débit d'alimentation en boue humide de 1,75 kg/h et un angle d'inclinaison de 3°. La masse cumulée de boue séchée en sortie du sécheur est représentée sur la **Figure 20**. Les traits en pointillés indiquent le moment où les différents mélanges traceur/boue ont été injectés.

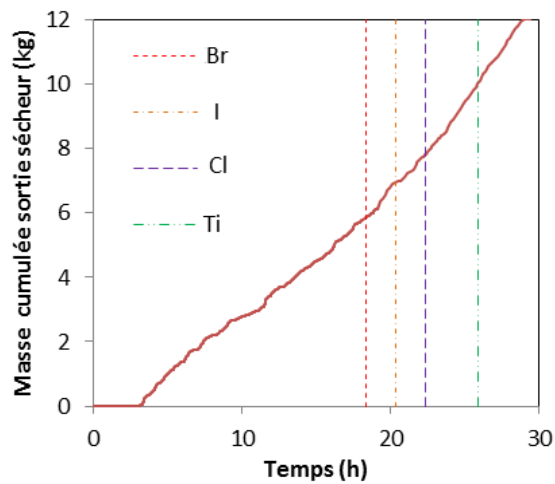


Figure 20 : Suivi de la masse cumulée de boue en sortie de sécheur.

La **Figure 21** représente les intensités détectées par le spectromètre de fluorescence X pour chaque échantillon prélevé en sortie de sécheur. Comme attendu, l'intensité mesurée dépend à la fois du traceur utilisé et de la quantité injectée. Ainsi, même avec une très petite quantité de traceur injecté (7,6 g), l'amplitude du pic associé au brome est grande.

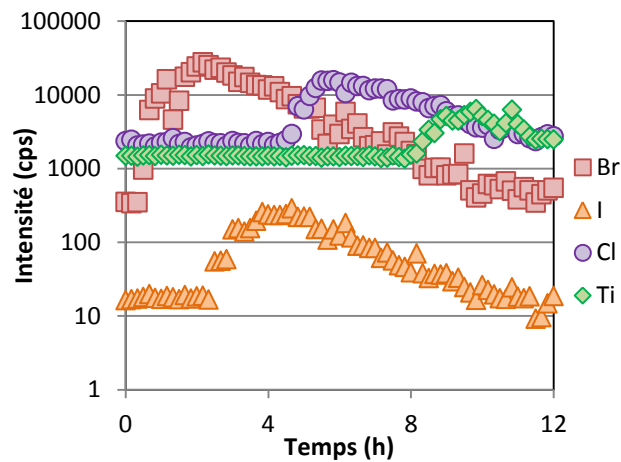


Figure 21 : Réponse des différents traceurs (détection par fluorescence X).

Comme le montre le **Tableau 11**, le bilan matière entrée/sortie sur le sécheur est globalement conservé pour NaCl, KBr et KI. L'oxyde de titane est le dernier traceur injecté. L'échantillonnage a été arrêté trop tôt (4 h après l'injection), comme on peut le voir sur la **Figure 21**, et tout le traceur injecté n'a pas été récupéré. Le signal associé au dioxyde de titane étant incomplet, ces données expérimentales n'ont pas été retenues pour la suite des calculs.

Tableau 11 : Bilan matière pour les différents traceurs injectés.

Traceur	$M_{\text{introduite}}$ (g)	$M_{\text{récupérée}}$ (g)	Ecart (%)
NaCl	30	27	-9
KBr	7,6	7,1	-7
KI	2,6	2,8	+8
TiO ₂	15,4	12	-21

Les fonctions E et F sont présentées sur la **Figure 22** pour l'iode, le brome et le chlore. Les courbes obtenues pour les trois traceurs se superposent parfaitement, avec en particulier un temps d'apparition des premières particules de traceur identique pour les trois éléments. Ce résultat indique que le solide anhydre s'écoule de la même manière que le solide humide, tracé avec des molécules plus ou moins solubles dans l'eau (cf. **Tableau 5**).

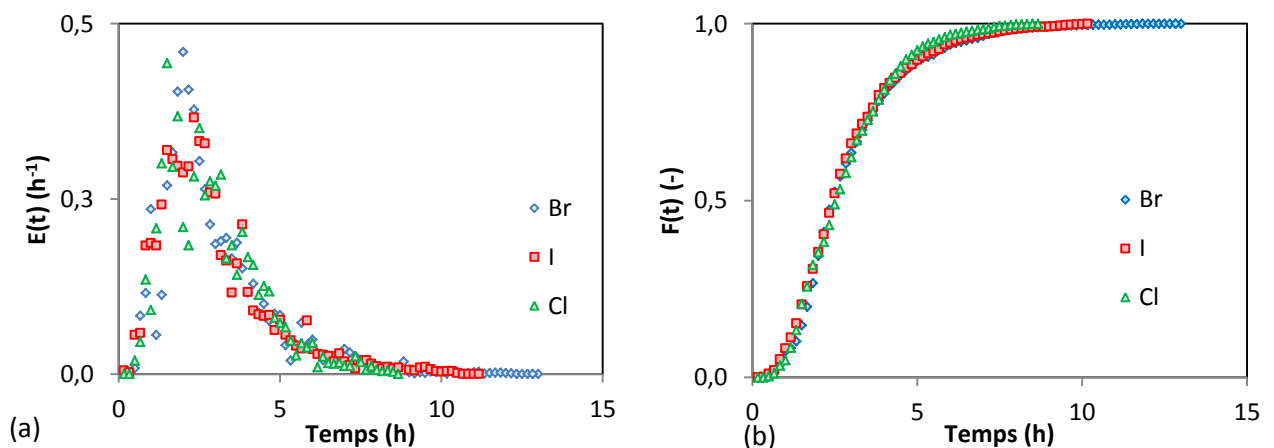


Figure 22 : Représentativité des mesures pour les différents traceurs injectés

(a) DTS et (b) DTS cumulée.

Les moments d'ordre un (t_s), les moments centrés d'ordre 2 (σ^2) et les variances centrées sont données dans le **Tableau 12**. Comme on pouvait s'y attendre, les valeurs des moments de la DTS et de la variance centrée sont très proches. Le résultat obtenu est donc indépendant du traceur utilisé, de sa solubilité et de la quantité introduite dans le sécheur. La méthode développée permet en outre de caractériser l'hydrodynamique avec une relative précision, en particulier pour le temps de séjour (CV de 5 %).

Tableau 12 : Moments et variance centrée de la DTS pour les différents traceurs injectés.

Traceur	t_s (h)	c (h ²)	VarC (-)
KI	2,90	1,89	0,22
KBr	2,90	2,05	0,24
NaCl	2,82	1,80	0,23
Moyenne	2,87	1,91	0,23
	± 0,05	± 0,13	± 0,01

5. Influence du temps de stockage et de l'inclinaison du sécheur sur l'hydrodynamique

La validité du protocole ayant été montrée, il est maintenant possible de s'intéresser à l'effet des paramètres opératoires du sécheur sur la DTS. Les paramètres opératoires susceptibles d'être modifiés sur le pilote de séchage continu étant au nombre de 8, nous nous sommes limités dans ce travail à étudier l'influence de deux d'entre eux. Ferrasse [3] et Fraikin et al. [4] ont montré qu'un stockage entre le prélèvement et la réalisation de l'expérience de séchage avait une influence, encore non expliquée à ce jour, sur la cinétique de séchage. Ferrasse a stocké des boues digérées en chambre froide à 4°C pendant 11 jours. Il a montré que les cinétiques de séchage des boues stockées entre 3 et 11 jours étaient identiques mais que celles mesurées les deux premiers jours après le prélèvement était sensiblement différentes, avec des vitesses de séchage plus faibles. Fraikin et al. [4] ont stocké de la boue à 12°C et ont montré que, si l'activité bactérienne n'est pas stoppée, la vitesse de séchage diminue. Au bout de 20 jours de stockage, elle est 1,5 fois inférieure à celle mesurée le premier jour. Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi de caractériser l'influence de la durée d'un stockage à 4°C. Les nuisances olfactives générées par un stockage à température ambiante auraient, en effet, été trop importantes

compte tenu des quantités de boues utilisées. L'influence de l'angle d'inclinaison a également été caractérisée. En effet, d'après les équipementiers, la fonction des palettes est d'assurer un bon mélange dans la direction radiale, pour homogénéiser la température et la teneur en eau du produit et éviter le colmatage de l'installation. Puisque ces palettes ne sont pas supposées contribuer au transport de la boue, un écoulement gravitaire, contrôlé par l'inclinaison du sécheur, est alors attendu. Comme précédemment, les températures de paroi (stator et rotor) et la température de la vapeur d'eau surchauffée ont été fixées à 160°C et la surverse à la sortie de l'installation a été enlevée.

5.1. Influence de la durée de stockage sur l'hydrodynamique du procédé de séchage

Deux expériences de séchage, avec deux lots de boue différents, ont été réalisées dans les mêmes conditions opératoires, à savoir une vitesse de rotation de 27 tr/min, un angle d'inclinaison de 3° et un débit d'alimentation en boue humide de 1,7 kg/h. Le premier lot de boue a été stocké en chambre froide à 4°C pendant 24 h seulement alors que le second lot est resté 48 h en chambre froide. Les évolutions temporelles de la masse cumulée de boue collectée à la sortie du sécheur sont représentées sur la **Figure 23**. Les teneurs en eau résiduelles à la sortie du sécheur, les capacités évaporatoires et les temps de passage sont reportés dans le **Tableau 13**.

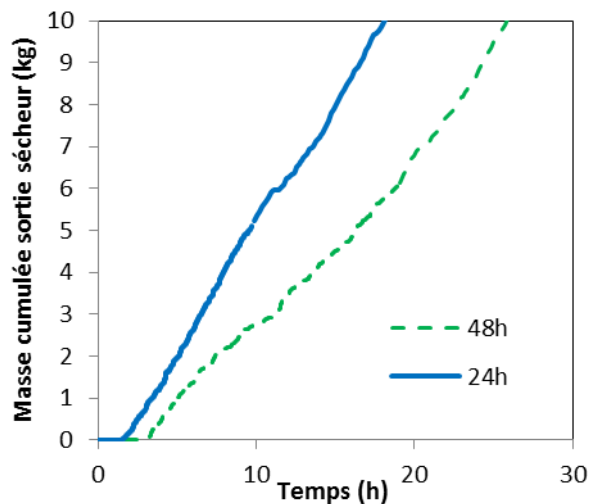


Figure 23 : Influence du temps de stockage sur la masse cumulée de boue en sortie de sécheur.

Comme attendu au regard de l'état de l'art, le temps de stockage a une influence importante sur l'hydrodynamique et sur le processus de séchage. Les premiers granulés de boue sont collectés

dans la trémie de réception au bout de 1 h 25 lorsque la boue est stockée pendant 24 h. Lorsque le temps de stockage est doublé, les premiers granulés sont recueillis au bout de 3 h 05.

Tableau 13 : Influence du temps de stockage sur la teneur en eau de la boue sortie sécheur, sur la capacité évaporatoire moyenne et sur le temps de passage dans le sécheur.

t_{stockage}	\dot{m}_{alim} (kg/h)	$X_{\text{entrée}}$ (kg _{eau} /kg _{MS})	\dot{m}_{sortie} (kg/h)	X_{sortie} (kg _{eau} /kg _{MS})	C_{evap} (kg _{eau} /h/m ²)	τ (h)
24 h	1,6	3,28	0,59	0,54 ± 0,08	0,88	3,12
48 h	1,7	3,29	0,39	0,15 ± 0,05	1,15	3,64

Le débit de boue sortie sécheur est bien plus élevé pour la boue stockée pendant 24 h, du fait d'une humidité résiduelle encore importante (0,54 kg_{eau}/kg_{MS}). Pour le même paramétrage du pilote de séchage, l'humidité résiduelle de la boue stockée 48 h n'est plus que de 0,15 kg_{eau}/kg_{MS}, d'où un débit de matière en sortie de l'installation plus faible et une capacité évaporatoire (calculée par rapport à la surface totale du pilote) plus élevée. Le temps de passage de la boue stockée pendant 48 h est ainsi plus élevé.

Pour chaque expérience, trois traceurs (TiO₂, KI, KBr) ont été successivement injectés. La fluorescence X a été utilisée pour doser les éléments Ti, I et Br dans les échantillons prélevés. Les fonctions E et F obtenues avec l'iodure de potassium sont présentées sur la **Figure 24** et les grandeurs caractéristiques des DTS obtenues sont rassemblées dans le **Tableau 14**. Pour un stockage de 48 h, la fonction E est nettement plus aplatie, avec un maximum d'âge de distribution deux fois plus faible et une variance 1,8 fois plus forte. Le temps de séjour moyen dans le sécheur augmente de 78 % lorsque la durée de stockage est doublée.

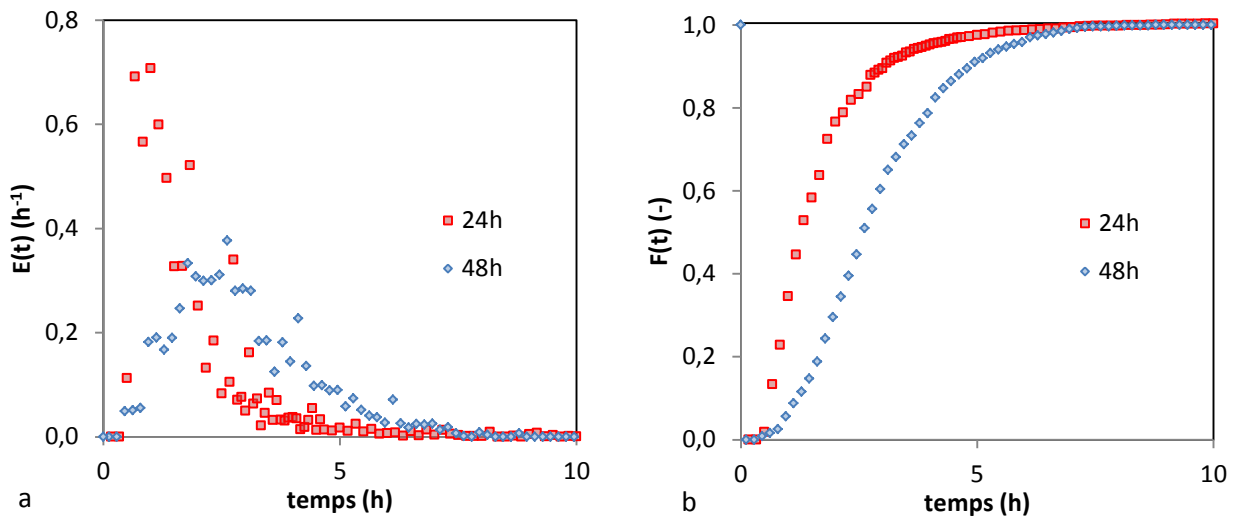


Figure 24 : Influence du temps de stockage sur la DTS (a) et la DTS cumulée (b).

La fonction $E(t)$ passe de zéro à la concentration maximale en l'espace de 20 minutes contre 2 heures et 30 minutes pour la boue stockée pendant 48 h. Le pic de la DTS apparaît donc assez brutalement pour un stockage de 24 h, comme dans le cas d'un écoulement piston. Mais la présence d'une traînée démontre que l'écoulement dans le sécheur ne peut pas être assimilé à un écoulement piston pur. Lorsque la durée de stockage augmente, l'écoulement s'écarte encore plus de l'écoulement piston.

Tableau 14 : Influence du temps de stockage sur les moments et la variance centrée de la DTS.

t_{stockage}	Traceur	t_s (h)	σ^2 (h^2)	VarC (-)
24 h	I	1,68	1,12	0,4
	Br	1,56	1,01	0,41
	Ti	1,64	1,07	0,4
	Moyenne	1,62	1,07	0,40
		$\pm 0,06$	$\pm 0,06$	$\pm 0,01$
48 h	I	2,90	1,89	0,22
	Br	2,90	2,05	0,24
	Cl	2,82	1,80	0,23
	Moyenne	2,87	1,91	0,23
		$\pm 0,05$	$\pm 0,13$	$\pm 0,01$

5.2. Influence de l'angle d'inclinaison

L'influence de l'angle d'inclinaison sur l'hydrodynamique du sécheur a été caractérisée pour $1 \leq \theta \leq 5^\circ$. Pour ces essais, la vitesse du rotor a été fixée à 27 tr/min et le débit de boue humide en entrée du sécheur à 1,7 kg/h. Ces essais ont été réalisés avec des lots de boue différents. Malheureusement, des modifications ont été apportées à la STEP sur le poste « déshydratation » au milieu des essais, de sorte que la composition initiale des boues et la capacité évaporatoire dans le sécheur ne sont pas identiques pour les quatre essais réalisés (cf. **Tableau 15**). Dans la suite de ce paragraphe, les essais seront comparés deux à deux (essais 1 et 3 puis essais 4 et 5) pour pallier ce problème.

Tableau 15 : Influence de l'angle d'inclinaison sur la teneur en eau de la boue sortie sécheur, sur la capacité évaporatoire moyenne et sur le temps de passage dans le sécheur.

Inclinaison (°)	\dot{m}_{alim} (kg/h)	$X_{entrée}$ (g _{eau} /g _{MS})	\dot{m}_{sortie} (kg/h)	X_{sortie} (g _{eau} /g _{MS})	\dot{m}_{MS} (kg/h)	C_{evap} (kg _{eau} /h/m ²)	τ (h)
1	1,6	3,29± 0,05	0,391	0,10± 0,05	0,352	1,12	3,41
3	1,7	3,29± 0,01	0,385	0,21± 0,05	0,319	1,15	3,64
4	1,8	3,74± 0,02	0,537	0,35± 0,10	0,397	1,35	2,66
5	1,6	3,73± 0,03	0,461	0,31± 0,12	0,337	1,15	3,41

L'évolution de la masse cumulée de boue en sortie sécheur est représentée sur la **Figure 25**. Le temps d'apparition des premiers granulés de boue dans la trémie de réception dépend de l'angle d'inclinaison : plus le sécheur est incliné, plus les granulés apparaissent tôt. La différence est surtout marquée pour les grands angles d'inclinaison. Ce premier résultat contribue à étayer l'idée d'un transport gravitaire.

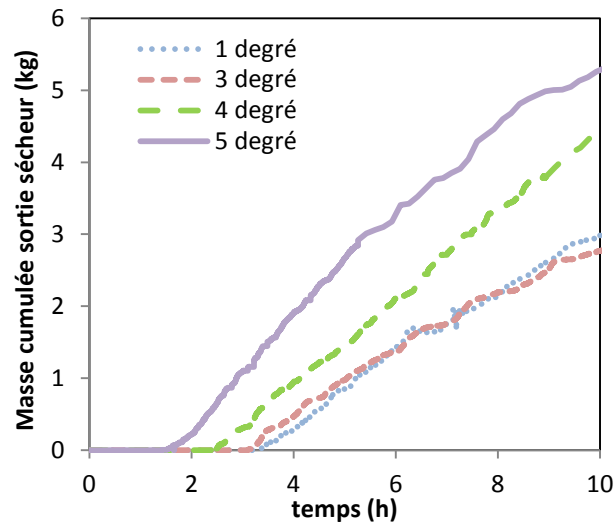


Figure 25 : Influence de l'angle d'inclinaison sur la masse cumulée de boue en sortie de sécheur.

Les fonctions DTS et DTS cumulées, obtenues pour un traçage au bromure de potassium, sont représentées sur la **Figure 26**. Il est difficile de discerner des différences sur la courbe de DTS. Sur la courbe de DTS cumulée, la fraction de débit qui est restée moins de 2 heures et 20 minutes dans le réacteur est identique pour les deux plus grands angles d'inclinaison (4 et 5°). Au-delà de ces 2 h 20, la fraction de débit, qui est restée plus d'une certaine durée dans le réacteur, est plus grande pour l'angle de 5° que pour 4°. On retrouve le même comportement pour les essais réalisés avec les plus petits angles d'inclinaison (1 et 3°). La transition se produit autour de 2 heures et 40 minutes. On peut donc s'attendre à une augmentation du temps de séjour moyen et de la variance lorsque l'angle d'inclinaison augmente de 4 à 5° ou de 1 à 3°. Cette tendance est également visible pour l'ensemble des courbes de DTS (cf. courbes dimensionnelles pour les 3 traceurs sur la **Figure 27**).

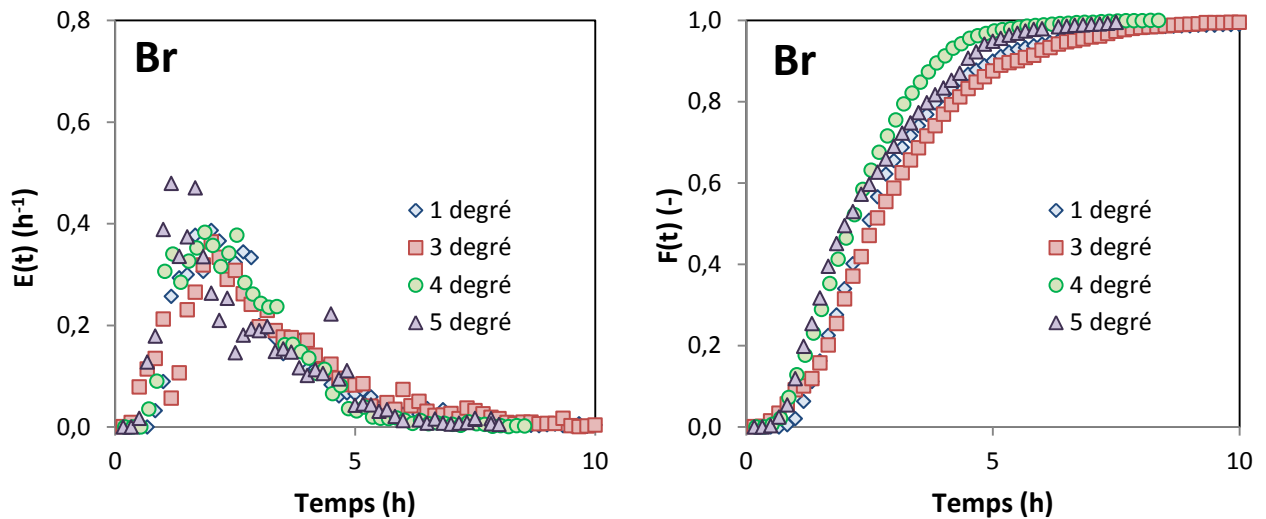


Figure 26 : Influence de l'angle d'inclinaison sur les fonctions DTS et DTS cumulée pour un traçage avec le bromure de potassium.

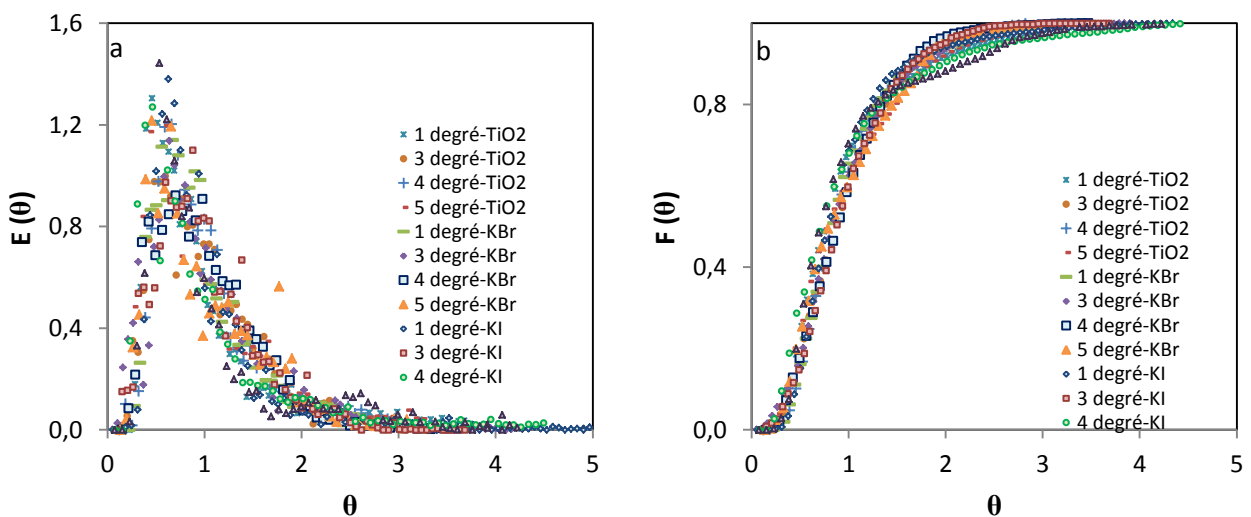


Figure 27 : Influence de l'angle d'inclinaison sur les fonctions adimensionnelles DTS (a) et DTS cumulée (b) pour un traçage avec 3 traceurs différents.

Le calcul du moment d'ordre 1 et du moment centré d'ordre 2 (cf. **Tableau 16**) confirme les observations pour les petits angles d'inclinaison (1 à 3°). Pour les plus grands angles (4 à 5°), l'incertitude élevée sur le temps de séjour ne permet pas de conclure quant à l'influence de l'angle d'inclinaison sur le moment d'ordre 1. Par contre, le calcul du moment centré d'ordre 2 confirme que sa valeur augmente lorsque l'angle d'inclinaison augmente.

Tableau 16 : Influence de l'angle d'inclinaison sur les moments caractéristiques et la variance centrée de la DTS.

Angle (°)	Traceur	t_s (h)	σ^2 (h ²)	VarC (-)
1	I	2,31	1,10	0,21
	Br	2,69	1,55	0,21
	Ti	2,39	1,59	0,28
	Moyenne	2,46 ± 0,20	1,41 ± 0,27	0,23 ± 0,04
3	I	2,90	1,89	0,22
	Br	2,90	2,05	0,24
	Cl	2,82	1,80	0,23
	Moyenne	2,87 ± 0,05	1,91 ± 0,13	0,23 ± 0,01
4	I	1,79	1,14	0,36
	Br	2,37	1,29	0,23
	Ti	2,43	1,02	0,17
	Moyenne	2,20 ± 0,35	1,15 ± 0,14	0,25 ± 0,10
5	I	2,28	1,96	0,38
	Br	2,63	1,76	0,25
	Ti	1,97	1,36	0,35
	Moyenne	2,29 ± 0,33	1,69 ± 0,31	0,33 ± 0,07

5.3. Conclusion sur l'hydrodynamique du sécheur à palettes de laboratoire

La **Figure 28** présente les fonctions de distributions cumulées et normalisées de différentes technologies rotatives (extrudeuse, mélangeur continu à vis, tambour rotatif et convoyeur à vis). Les données expérimentales obtenues dans le cadre de ce travail y ont été ajoutées, tout comme les fonctions de distribution cumulées des deux réacteurs de référence, le réacteur à écoulement piston et le réacteur continu parfaitement agité.

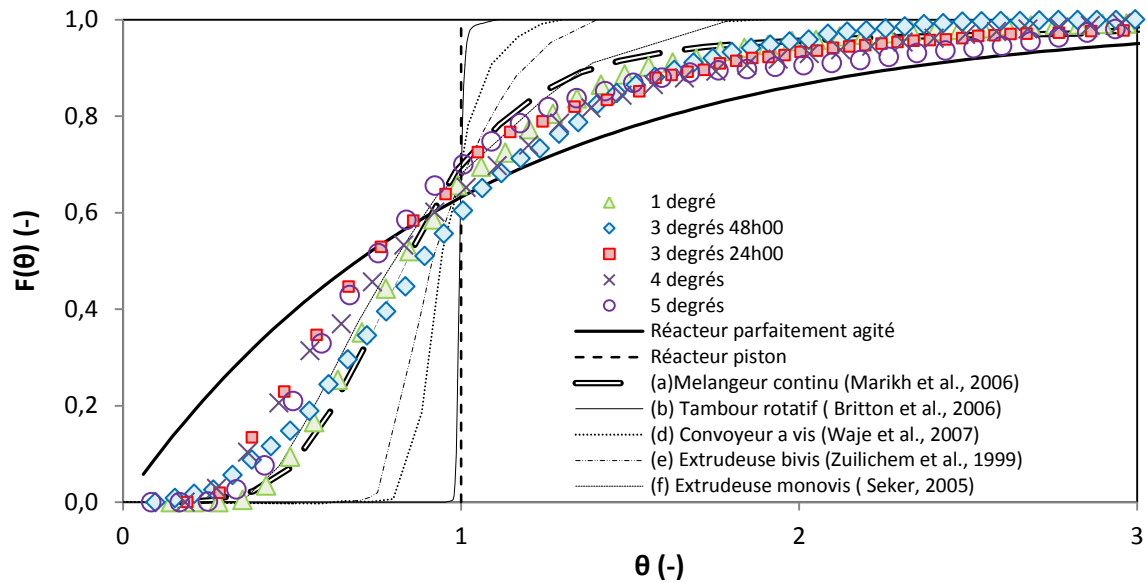


Figure 28 : Comparaison des DTS adimensionnelles cumulées de différentes technologies rotatives.

Les sécheurs à tambour rotatif sont fréquemment utilisés pour le traitement des boues résiduaire. Le produit séché est recirculé dans l'installation, mélangé à la boue humide avant d'être introduit dans le tambour. Dans les technologies à tambour rotatif, le régime dit « de roulement » est privilégié par les industriels pour garantir un bon mélange de la charge. Il en résulte que l'écoulement est à faible dispersion axiale et donc, la plupart du temps, assimilé à un écoulement piston [5]. La masse de solides retenus dans le tambour est principalement fixée par le débit d'alimentation alors que la vitesse de rotation du tambour et l'angle d'inclinaison contrôlent le temps de séjour moyen [5-9]. À titre d'exemple, à débit d'alimentation et vitesse de rotation constants, Abouzeid et al. [5] observent que le temps de séjour dans l'installation double lorsque l'angle d'inclinaison diminue de 3°. La même observation est faite par Chen et al. [9] qui ajoutent que ce phénomène est amplifié lorsque la vitesse de rotation du tambour augmente. Dans notre cas, les résultats démontrent que l'écoulement ne peut pas être assimilé à un écoulement piston et qu'une diminution de l'angle d'inclinaison du sécheur, à faible débit d'alimentation et vitesse de rotation, tend à augmenter le temps de séjour moyen de la boue dans le procédé. Néanmoins, la variation observée n'est pas du tout du même ordre de grandeur que celle rapportée par Abouzeid et al [5]. Au regard des premiers résultats établis, rappelons-le, sur une installation pilote de laboratoire, on peut conclure que les sécheurs à tambour rotatif

répondent a priori mieux aux exigences de flexibilité attendue sur les installations de séchage de boue pour ajuster la teneur en matière sèche finale de la boue à la filière de valorisation.

La phase granulaire n'apparaît dans les sécheurs à palettes que dans le dernier tiers du sécheur, contrairement aux technologies à tambour rotatif dans lesquelles le matériau granulaire est disponible dès l'entrée du tambour (grâce à la recirculation du produit séché pour les boues). La structure pâteuse du matériau, et la présence de la phase « plastique » qui en découle, perturbent l'hydrodynamique du sécheur. En effet, dans les expériences réalisées, le temps de passage théorique est systématiquement plus grand que le temps de séjour moyen (**Tableau 17**). Le ratio est généralement compris entre 1,3 et 1,9. Ceci traduit la présence de défauts géométriques dans l'installation, comme des volumes morts [10,11]. Expérimentalement, nous avons pu observer par endroit et, notamment au niveau de la phase plastique, une agglomération de la boue au-dessus du mobile d'agitation, sur les racleurs. Ces agglomérats ne participent pas à l'écoulement dans le sécheur. Pourtant, ils sont pris en compte dans la masse de matière sèche retenue dans l'installation, ce qui peut expliquer le temps de passage plus élevé.

Le **Tableau 18** classe les différentes technologies en fonction des valeurs de variance centrées observées. Dans les sécheurs à tambour rotatif, la variance centrée est très faible [12] du fait d'une dispersion axiale très faible et de l'écoulement piston. Au contraire, les variances centrées obtenues dans le cadre de ce travail sont comprises entre 0,20 et 0,40. Au regard de nos résultats, établis, rappelons-le, sur une installation pilote de laboratoire, on pourrait conclure que les sécheurs à tambour rotatif répondent a priori mieux aux exigences d'uniformité de traitement que le sécheur à palettes. Néanmoins, la littérature montre que cette affirmation ne doit pas être généralisée trop rapidement.

Tableau 17 : Récapitulatif des résultats obtenus sur l'ensemble des expériences réalisées.

t_{stockage} (h)	Θ (°)	N (tr/min)	\dot{m}_{MS} (kg/h)	t_s (h)	VarC (-)	τ (h)
>48	1	27	0,35	2,46 ± 0,20	0,23 ± 0,04	3,4
>48	2	7	1,00	2,56 ± 0,2	0,20 ± 0,04	3,7
>48	3	27	0,32	2,87 ± 0,05	0,23 ± 0,01	3,6
24	3	27	0,32	1,62 ± 0,07	0,40 ± 0,01	3,1
>48	4	27	0,40	2,20 ± 0,35	0,25 ± 0,10	2,7
>48	5	27	0,34	2,29 ± 0,33	0,33 ± 0,07	3,4

t_{stockage} : temps de stockage en chambre froide, Θ : angle d'inclinaison du sécheur,
 N : vitesse de rotation du mobile d'agitation, \dot{m}_{MS} : débit de matière sèche
 circulant dans le sécheur.

Pour le convoyage de solides divisés, la vis sans fin est exclusivement dimensionnée pour déplacer le produit : l'écoulement est donc de type piston, comme on peut le voir sur la **Figure 28**, et la variance centrée doit tendre vers zéro [13]. Au contraire dans un mélangeur continu de solides divisés, l'objectif est d'obtenir un produit de composition homogène en sortie. Le mélangeur doit tendre vers un réacteur parfaitement agité, ce qui correspond à une variance de un [14]. Dans les technologies d'extrusion, le choix des mobiles permet de choisir le type d'écoulement. Citons, par exemple, les travaux de Zuilichem et al [15] sur des produits alimentaires. Les auteurs démontrent que l'utilisation d'éléments de malaxage augmente la dispersion axiale et donc l'effet de mélange mais au détriment du convoyage. Au contraire, si ces éléments sont supprimés, l'écoulement tend vers un écoulement piston. Ainsi, la conception du mobile d'agitation est cruciale. Pour le séchage des boues résiduaires dans un sécheur à palettes, l'écoulement idéal devrait être :

- de type parfaitement agité au voisinage de chaque palette, de façon à assurer un renouvellement permanent du contact de la boue à la paroi et donc un transfert de chaleur et de matière efficace,
- et macroscopiquement de type piston, de façon à obtenir une variance centrée proche de zéro et promouvoir un traitement homogène de la boue.

Les palettes induisent une dispersion de l'écoulement, ce qui conduit à une variance centrée élevée. L'introduction d'éléments de convoyage, éventuellement en substitution à quelques palettes, pourrait permettre d'obtenir un bon compromis entre un transfert de chaleur et de matière efficace et une faible dispersion des temps de séjour.

Tableau 18 : Variances centrées observées dans la littérature pour différents procédés.

Auteurs	Type de Procédés	VarC
	Réacteur piston	0
Abouzeid et al (1974) [5]	Tambour rotatif	0,005-0,03
Zuilichem et al (2011) [15]	Extrudeuse bi-vis	0,015-0,058
Waje et al (2007) [13]	Sécheur-convoyeur à vis	0,01-0,04
Seker (2005) [16]	Extrudeuse mono-vis	0,05-0,09
Résultats obtenus sur le sécheur à palette dans cette étude		0,20-0,40
Marikh et al (2011) [14]	Mélangeur continu	0,09-0,41
Harris et al (2002) [17]	Lit fluidisé	0,15-0,7
	Réacteur continu parfaitement agité	1
La variance a été calculée à partir des données observées dans le document.		

6. Conclusion

Un protocole opératoire a été développé pour caractériser l'écoulement d'une boue résiduaire urbaine dans un sécheur par contact avec agitation à l'aide d'une approche systémique. La notion de Distribution des Temps de Séjour (DTS) a été utilisée pour caractériser l'écoulement du solide anhydre, par injection Dirac d'oxyde de titane, et l'écoulement du produit humide, par injection Dirac de traceurs solubles (iodure de potassium, bromure de potassium et chlorure de sodium). Deux méthodes de détection ont été utilisées et comparées. La première utilise la spectrométrie de fluorescence X et nécessite de broyer finement la boue avant de la quarter pour obtenir un échantillon représentatif de 7 g. La seconde, basée sur des mesures de conductivité, requiert une lixiviation. Les deux méthodes donnent des résultats similaires, même si la fluorescence X s'avère plus précise aux faibles concentrations de traceurs.

La représentativité et la répétabilité des mesures ont été discutées et démontrées. La nature et la quantité de traceur ajoutée dans la boue ne modifient pas la DTS ni les valeurs des moments caractéristiques. Nous avons également montré que le solide anhydre et la boue humide s'écoulent de la même manière. Le temps de stockage de la boue en chambre froide a une grande influence sur l'hydrodynamique du sécheur. Lorsque la durée de stockage passe de 24 h à 48 h, le temps de séjour moyen dans le sécheur augmente de 78 % et l'écoulement s'écarte fortement de l'écoulement piston. L'angle d'inclinaison affecte modestement l'hydrodynamique du sécheur. Compte tenu des modifications techniques qui ont été apportées sur le poste de déshydratation mécanique à la station d'épuration pendant cette étude, il est difficile de conclure précisément quant à l'influence de ce paramètre. Il semble que le temps de séjour diminue de 16 % lorsque l'angle d'inclinaison augmente de 1 à 3°. Pour des angles plus élevés (de 4 et 5°), les variations observées ne sont pas significatives.

Aux dires des équipementiers, l'écoulement dans le sécheur devrait être majoritairement gravitaire. Il semble, à ce stade de nos connaissances, que la gravité joue un rôle mineur. Visuellement, la boue pâteuse semble être soit entraînée par le mobile d'agitation, soit poussée par la boue introduite dans le sécheur. Ce travail mériterait donc d'être complété par une étude de l'effet de la vitesse de rotation et du débit d'alimentation sur l'écoulement. L'optimisation du

mobile d'agitation semble être également une voie à explorer. En effet, alterner des éléments de convoyage et des palettes devrait permettre de trouver un juste compromis entre un transfert de chaleur efficace et un écoulement avec une faible dispersion des temps de séjour.

7. Bibliographie

1. Milieu Ltd, W.a.R., **Environmental, economic and social impacts of the use of sewage sludge on land**. European Commission, 2010 (DG ENV.G.4/ETU/2008/0076r).
2. Phillippe, G., **Techniques spectroscopiques d'analyse / Spectrométrie de fluorescence atomique**, Mesure Physique. 2011. Annecy.
3. Ferrasse, J.H., **Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement de procédés de séchage conductif avec agitation : application à des boues de station d'épuration urbaines**. 2000, Université de Paul Sabatier de Toulouse III. Toulouse.
4. Fraikin, L., T. Salmon, B. Herbreteau, J.P. Levasseur, F. Nicol, M. Crine, and A. Léonard, **Impact of storage duration on the gaseous emissions during convective drying of urban residual sludges**. *Chemical Engineering & Technology*, 2011. **34** (7): p. 1172-1176.
5. Abouzeid, A., T. Mika, K. Sastry, and D. Fuerstenau, **The influence of operating variables on the residence time distribution for material transport in a continuous rotary drum**. *Powder Technology*, 1974. **10** (6): p. 273-288.
6. Sudah, O.S., A.W. Chester, J.A. Kowalski, J.W. Beeckman, and F.J. Muzzio, **Quantitative characterization of mixing processes in rotary calciners**. *Powder Technology*, 2002. **126** (2): p. 166-173.
7. Sai, P.S.T., G.D. Surender, A.D. Damodaran, V. Suresh, Z.G. Philip, and K. Sankaran, **Residence time distribution and material flow studies in a rotary kiln**. *Metallurgical Transactions B*, 1990. **21** (6): p. 1005-1011.
8. Liu, X.Y. and E. Specht, **Mean residence time and hold-up of solids in rotary kilns**. *Chemical Engineering Science*, 2006. **61** (15): p. 5176-5181.
9. Chen, W.Z., C.H. Wang, T. Liu, C.Y. Zuo, Y.H. Tian, and T.T. Gao, **Residence time and mass flow rate of particles in carbon rotary kilns**. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 2009. **48** (4): p. 955-960.
10. Levenspiel, O., **Chemical reaction engineering**. 1999. Hardcover. 688.
11. Danckwerts, P.V., **Continuous flow systems : distribution of residence times**. *Chemical Engineering Science*, 1953. **50** (24): p. 3855.

12. Britton, P.F., M.E. Sheehan, and P.A. Schneider, **A physical description of solids transport in flighted rotary dryers**. Powder Technology, 2006. **165** (3): p. 153-160.
13. Waje, S., B. Thorat, and A. Mujumdar, **Hydrodynamic characteristics of a pilot-scale screw conveyor dryer**. Drying Technology, 2007. **25** (4): p. 609-616.
14. Marikh, K., H. Berthiaux, V. Mizonov, E. Barantseva, and D. Ponomarev, **Flow analysis and markov chain modelling to quantify the agitation effect in a continuous powder mixer**. Chemical Engineering Research and Design, 2006. **84** (11): p. 1059-1074.
15. Zuilichem, D.J., E. Kuiper, W. Stolp, and T. Jager, **Mixing effects of constituting elements of mixing screws in single and twin screw extruders**. Powder Technology, 1999. **106** (3): p. 147-159.
16. Seker, M., **Residence time distributions of starch with high moisture content in a single-screw extruder**. Journal of Food Engineering, 2005. **67** (3): p. 317-324.
17. Harris, A.T., R.B. Thorpe, and J.F. Davidson, **Stochastic modelling of the particle residence time distribution in circulating fluidised bed risers**. Chemical Engineering Science, 2002. **57** (22-23): p. 4779-4796.

○ Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

Contenu

1. Introduction	170
2. Structure du modèle Markovien	170
2.1. Modèle physique simplifié - Hypothèses.....	170
2.2. Formulation mathématique.	173
2.3. Calcul de la DTS et de ses moments caractéristiques.....	175
3. Etude de sensibilité de la DTS aux paramètres d'entrée du modèle.	176
3.1. Influence de la durée de transition, Δt , sur la DTS.	177
3.2. Influence de ξ et de R sur la DTS.....	178
4. Confrontation aux données expérimentales.	180
4.1. Corrélations utilisées pour le calcul du coefficient de recirculation R	181
4.2. Identification de la masse de solides retenus – Critère de minimisation.....	182
4.3. Résultats	182
5. Comparaison aux modèles conventionnels.	185
6. Conclusion.	188
7. Bibliographie	191

1. Introduction

Un objectif de la thèse est de parvenir à une meilleure connaissance de l'écoulement de la boue au sein d'un procédé de séchage par contact avec agitation. L'écoulement du solide dans le sécheur ayant été caractérisé expérimentalement, il s'agit maintenant de proposer un modèle stochastique, basé sur les chaînes de Markov, pour décrire simplement cet écoulement puis de le confronter aux données expérimentales. Dans un premier temps, le modèle physique et les principales hypothèses de travail sont présentées. La formulation mathématique du problème est ensuite détaillée. La troisième partie de ce chapitre est consacrée aux résultats numériques avec une étude de sensibilité de la réponse du modèle aux variables d'entrée suivie d'une comparaison avec les résultats expérimentaux présentés au chapitre précédent. Enfin, une comparaison avec les modèles de réacteurs parfaitement agités en série et de réacteur piston à dispersion axiale est proposée.

2. Structure du modèle Markovien

2.1. Modèle physique simplifié - Hypothèses

Dans ce travail, nous nous intéressons exclusivement à l'écoulement du solide dans un sécheur continu à pâlettes fonctionnant en régime permanent. Ce sécheur ne contient qu'un seul rotor, sur lequel sont fixées des pâlettes en forme d'enclume. Macroscopiquement, la matière s'écoule de l'amont vers l'aval. Néanmoins, les pâlettes interagissent avec des stators fixés le long de l'auge pour cisailer fortement la boue et casser les agrégats de boues en formation au cours de la phase plastique. Lorsqu'un agrégat est cassé, nous pouvons imaginer qu'une partie du flux va poursuivre son parcours vers l'aval alors que l'autre partie peut rester au voisinage de la palette ou, au contraire, remonter vers l'amont par effet de cascade ou de rebond. De la même manière, nous pouvons imaginer que, dans la phase granulaire, les particules vont avancer majoritairement dans le sens de l'écoulement principal mais que certaines d'entre elles peuvent remonter vers l'amont sous l'effet de collisions inter particulaires. Ces phénomènes de recirculation ont été rapportés par Tazaki et al [1].

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

Le principe des modèles Markoviens consiste à décomposer le système étudié en un nombre fini de cellules entre lesquelles la matière peut transiter et à observer l'évolution de la propriété d'intérêt, par exemple la masse, entre deux instants. Le choix du nombre de cellules peut être dicté par de multiples raisons et doit être discuté au cas par cas. Dans une situation où les pâlettes transporteraient le solide (cas d'un convoyeur par exemple), le nombre de cellules serait égal au nombre de pâlettes. En présence de phénomènes de recirculation, les cellules sont reliées entre elles par des débits internes, qui représentent la circulation de la matière dans le sens principal du transport (d'une cellule i vers la cellule $i+1$ située en aval) et la recirculation dans le sens inverse (d'une cellule i vers la cellule précédente $i-1$ située en amont).

Ainsi, dans la suite de ce chapitre, nous supposerons que le système possède la propriété de Markov et nous modéliserons le transport du solide par une chaîne 1D de $n-1$ cellules actives, reliées entre elles par des débits internes de circulation dans le sens de l'écoulement principal et de recirculation dans le sens inverse, plus un état absorbant ($n^{\text{ième}}$ cellule) représentant la sortie du système. Aucune transition vers l'amont de la chaîne ne sera possible depuis cet état absorbant. Par défaut, le nombre $n-1$ correspondra au nombre de pâlettes fixées sur le rotor. Toutes les cellules seront supposées parfaitement agitées et de même longueur. L'intervalle de temps entre deux observations sera supposé suffisamment faible pour que la matière ne puisse transiter que vers les cellules, amont ou aval, immédiatement adjacentes. Un schéma de principe est proposé sur la **Figure 1**. Enfin, nous supposerons que la masse de matière sèche retenue est la même dans toutes les cellules.

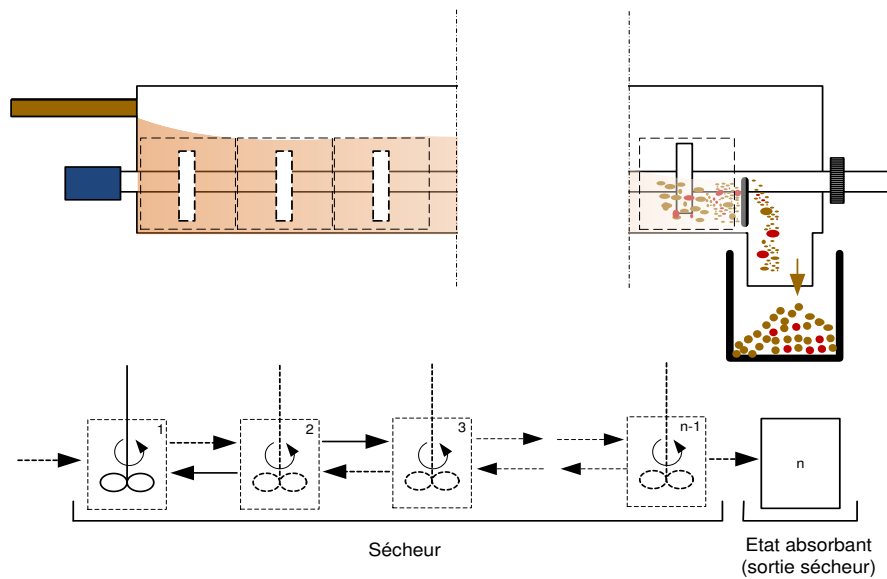


Figure 1 : Schéma de principe du modèle Markovien appliqué au sécheur continu.

Le schéma détaillé, utilisé pour formaliser les bilans de matière, est explicité sur la **Figure 2**. On voit apparaître, sur cette représentation, un coefficient de recirculation, R_i , défini comme le rapport entre le débit massique recyclé de la cellule i vers la cellule $i-1$ et le débit massique total entrant. Dans la suite de cette étude, nous supposons que ce coefficient est identique pour toutes les cellules.

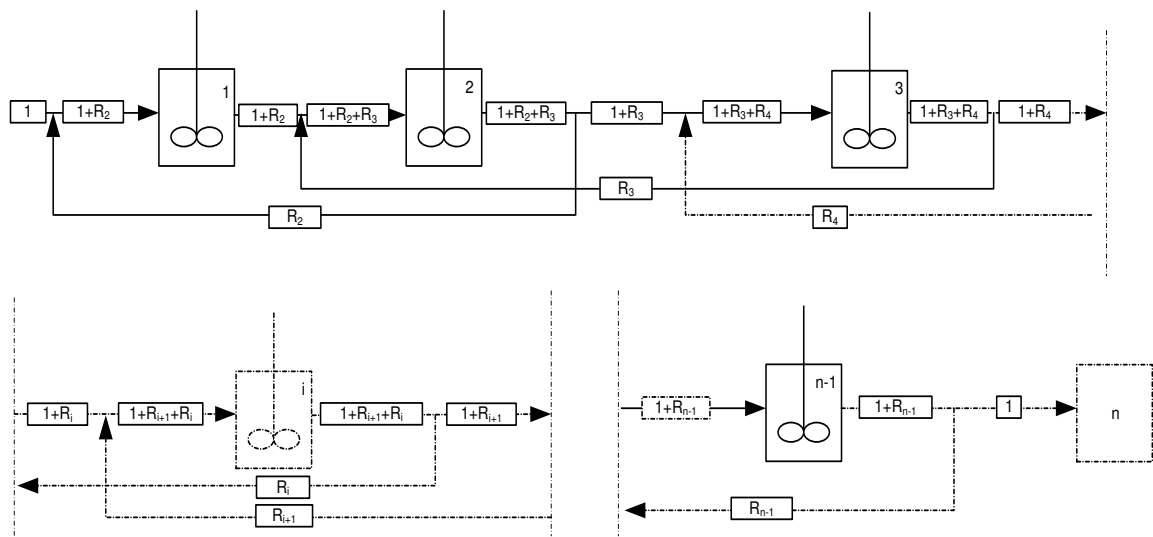


Figure 2 : Modèle Markovien détaillé décrivant le transport de la matière solide le long du sécheur.

2.2. Formulation mathématique

La modélisation Markovienne consiste à prédire l'évolution spatiale d'une propriété donnée du système, la masse dans notre cas, en observant l'état du système à intervalles de temps réguliers, Δt . Entre deux observations, autrement dit pour une transition de durée Δt , le solide initialement présent dans la cellule i peut :

- s'être déplacé en avant vers la cellule suivante, $i+1$,
- s'être déplacé en arrière vers la cellule précédente, $i-1$,
- ou simplement être resté dans la cellule i .

Ainsi, l'état de chaque cellule dépend de trois probabilités de transition : la probabilité de rester dans la cellule, la probabilité d'avancer (dans le sens de l'écoulement principal) vers la cellule suivante et la probabilité de reculer vers la cellule précédente. Toutes les probabilités de transition sont déterminées à partir des mêmes formules générales, à l'exception de celles relatives à la première et à la dernière cellule.

Considérons une cellule i telle que $2 \leq i \leq n-2$.

La probabilité $P_{i,i}$ de rester dans la cellule i , pendant une transition de durée Δt , est définie comme suit [2,3] :

$$P_{i,i} = e^{-\frac{\Delta t}{\tau}} \quad \text{Equation 1}$$

où τ est le temps de passage du solide dans la cellule considérée, soit :

$$\tau = \frac{MS}{(1 + 2R) * Q_{MS}}$$

Dans cette relation, MS est la masse de solide anhydre retenue dans la cellule et Q_{MS} le débit massique de matière anhydre.

La probabilité $P_{j,i}$ de transiter de la cellule i vers une cellule j située en amont ou en aval de la cellule i est donnée par :

$$P_{j,i} = a_{j,i}(1 - P_{ii}) \quad \text{Equation 2}$$

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

où $a_{j,i}$ est le coefficient de débit. Il correspond au rapport entre le débit portant le solide de la cellule i vers la cellule j et le débit total sortant de la cellule i . Il est aisé de démontrer que :

$$a_{i+1,i} = \frac{1 + R}{1 + 2R}$$

$$a_{i-1,i} = \frac{R}{1 + 2R}$$

Pour la première cellule, la probabilité de rester dans la cellule s'écrit :

$$P_{1,1} = e^{-\frac{\Delta t}{\tau_1}} \quad \text{Equation 3}$$

Avec $\tau_1 = \frac{MS}{(1+R)Q_{MS}}$.

La probabilité de transiter de la première cellule vers la seconde cellule s'écrit :

$$P_{2,1} = 1 - P_{1,1} \quad \text{Equation 4}$$

Pour l'avant dernière cellule de la chaîne, la probabilité de rester dans cette cellule s'écrit :

$$P_{n-1,n-1} = e^{-\frac{\Delta t}{\tau_{n-1}}} \quad \text{Equation 5}$$

avec $\tau_{n-1} = \frac{MS}{(1+R)Q_{MS}}$.

La probabilité de transiter vers la cellule précédente s'écrit :

$$P_{n-2,n-1} = \frac{R}{1 + R} (1 - P_{n-1,n-1}) \quad \text{Equation 6}$$

et la probabilité de transiter vers l'état absorbant :

$$P_{n,n-1} = \frac{1}{1 + R} (1 - P_{n-1,n-1}) \quad \text{Equation 7}$$

Enfin, aucune transition vers une autre cellule n'est possible depuis l'état absorbant. On a ainsi : $P_{n-1,n}=0$ et $P_{n,n}=1$.

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

Toutes ces probabilités peuvent être regroupées dans une matrice carrée \mathbf{P} de dimension $(n \times n)$. Si les probabilités de transitions sont indépendantes des transitions, la matrice est constante, le processus est linéaire et la chaîne de Markov est homogène. Le système étant supposé Markovien, il n'est pas nécessaire de connaître tous les états antérieurs occupés par le système pour prédire son évolution après $(t+1)$ transitions, la connaissance de l'état t est suffisante. Ainsi, connaissant l'état actuel de la chaîne $\mathbf{S}_{(t)}$, il est possible de connaître son état futur $\mathbf{S}_{(t+\Delta t)}$ à partir de l'Equation 8 :

$$\mathbf{S}_{(t+\Delta t)} = \mathbf{P} * \mathbf{S}_{(t)} \quad \text{Equation 8}$$

Où \mathbf{S} est le vecteur colonne d'état, donnant la distribution de la propriété suivie, ici la masse, le long du sécheur. La matrice des probabilités \mathbf{P} s'écrit :

$$\mathbf{P} = \begin{bmatrix} P_{1,1} & P_{1,2} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ P_{2,1} & P_{2,2} & P_{2,3} & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & P_{3,2} & P_{3,3} & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & P_{4,3} & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \dots & P_{i-1,i} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \dots & P_{i,i} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & P_{i+1,i} & \dots & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & P_{n-2,n-1} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & P_{n-1,n-1} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & P_{n,n-1} & P_{n,n} \end{bmatrix}$$

La somme des probabilités de chaque colonne doit être égale à 1 pour respecter la condition de normalisation :

$$\sum_{j=1}^{j=n} P_{j,i} = 1 \quad \text{Equation 9}$$

2.3. Calcul de la DTS et de ses moments caractéristiques

Les données expérimentales disponibles pour décrire l'écoulement de la boue dans le sécheur sont la courbe de DTS, la courbe de DTS cumulée, le moment d'ordre 1, le moment centré d'ordre 2 et la variance centrée. Ces données ont été obtenues à partir d'une injection Dirac de traceur. Ainsi, si l'on veut accéder numériquement à la courbe de DTS pour une alimentation instantanée de la première cellule (injection Dirac), l'état initial du système s'écrit comme suit :

$$S_{t=0} = [1 \ 0 \ 0 \ \dots \ 0]^t \quad \text{Equation 10}$$

La fonction de distribution des temps de séjour $E(t)$ se déduit alors de la variation, entre deux observations consécutives, de la propriété suivie dans l'état absorbant (cellule n) :

$$E(t) = S(n)_t - S(n)_{t-\Delta t} \quad \text{Equation 11}$$

Connaissant la DTS, on peut en déduire le temps de séjour moyen, la variance et la variance centrée:

$$t_s = \sum_{t=0}^{\infty} tE(t) \quad \text{Equation 12}$$

$$\sigma^2 = \sum_{t=0}^{\infty} (t - t_s)^2 E(t) \quad \text{Equation 13}$$

$$VarC = \frac{\sigma^2}{t_s^2} \quad \text{Equation 14}$$

3. Etude de sensibilité de la DTS aux paramètres d'entrée du modèle.

Trois paramètres d'entrée interviennent dans le modèle décrit ci-dessus. Il s'agit :

- de l'intervalle de temps entre deux observations successives appelé durée de transition, Δt ;
- du ratio ξ entre le débit de solide anhydre et la masse de solide anhydre retenue dans chaque cellule, soit $\xi = \frac{Q_{MS}}{MS}$;
- du coefficient de recirculation, R .

Une étude de sensibilité a été réalisée pour caractériser l'influence de chacun de ces paramètres sur la réponse du modèle. Une chaîne comprenant 20 cellules, correspondant aux 19 pâles plus un état absorbant, a été modélisée.

3.1. Influence de la durée de transition, Δt , sur la DTS

Le choix de la durée de transition est une étape importante. De nombreux auteurs insistent sur le fait que ce paramètre doit être le plus petit possible [3,4]. Harris et al [5] expliquent qu'il faut prendre en compte deux facteurs dans le choix de Δt . Plus le temps de discrétisation sera faible et plus le modèle sera précis. Mais ceci est obtenu au détriment du temps de calcul. Il faut donc trouver un juste milieu entre précision et temps de calcul.

Pour réaliser l'étude de sensibilité, nous avons fait varier la durée de transition entre 0,1 et 120 s, en maintenant les deux autres paramètres, R et ξ , constants. Par défaut, nous avons retenu R=4 et $\xi=0,1 \text{ s}^{-1}$. Les DTS obtenues pour quatre valeurs données de Δt sont présentées sur la **Figure 3**. Comme on peut le voir, la réponse du modèle dépend de la valeur de Δt tant que cette durée de transition est supérieure à 3 secondes. La durée de transition a une influence sur l'étalement de la courbe et sur le temps d'apparition des premières particules de traceur dans l'état absorbant. Ce temps d'apparition est d'autant plus grand que Δt est grand. En effet, le nombre de cellules étant fixé à 20 et les particules ne pouvant au mieux qu'atteindre la cellule adjacente, il ne peut y avoir de sortie de traceurs avant 19 transitions, soit 38 min pour $\Delta t=120 \text{ s}$ et 9,5 min pour $\Delta t=30 \text{ s}$. Pour $\Delta t < 3 \text{ s}$, l'influence de Δt sur la DTS semble mineure. Le temps de calcul est inférieur à la seconde pour une durée de transition de 3 secondes. Par contre, pour une durée de transition de 0,1 s, le même calcul prend 54 minutes et 49 secondes.

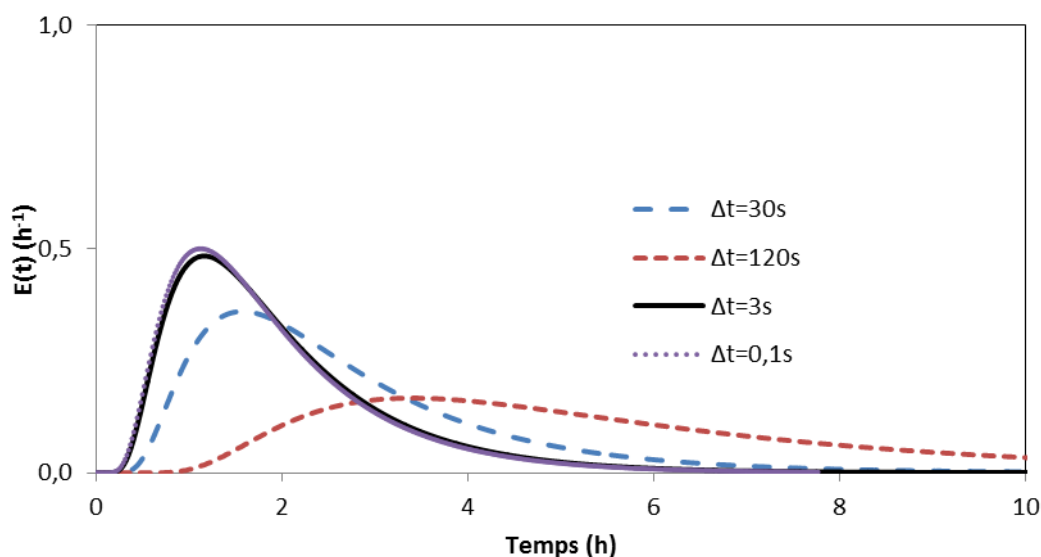


Figure 3 : Influence de la durée de transition Δt sur la DTS ($R=4$ et $\xi=0,1 \text{ s}^{-1}$).

Pour observer plus clairement l'influence de Δt sur la DTS, le temps de séjour ainsi que la variance centrée ont été calculés à partir des équations présentées ci-dessus pour deux couples de paramètres : $R=1,9$ et $\xi=0,19 \text{ s}^{-1}$, puis $R=4,6$ et $\xi=0,16 \text{ s}^{-1}$. Le temps de séjour moyen et la variance centrée ont ensuite été normalisés en utilisant les résultats obtenus avec la durée de transition la plus faible ($\Delta t=0,5 \text{ s}$). Les évolutions de ces deux grandeurs en fonction de Δt sont représentées sur la **Figure 4**. Pour $\Delta t > 3,6 \text{ s}$, le temps de séjour et la variance centrée normalisés dépendent fortement de la durée de transition. En-dessous de ce seuil, ils tendent progressivement vers une valeur constante. Pour $\Delta t=2 \text{ s}$, les deux grandeurs se situent dans l'intervalle de confiance à 99 %. Ainsi, dans la suite de ce document, nous avons choisi de fixer la durée de transition à 2 secondes pour garder un temps de calcul raisonnable.

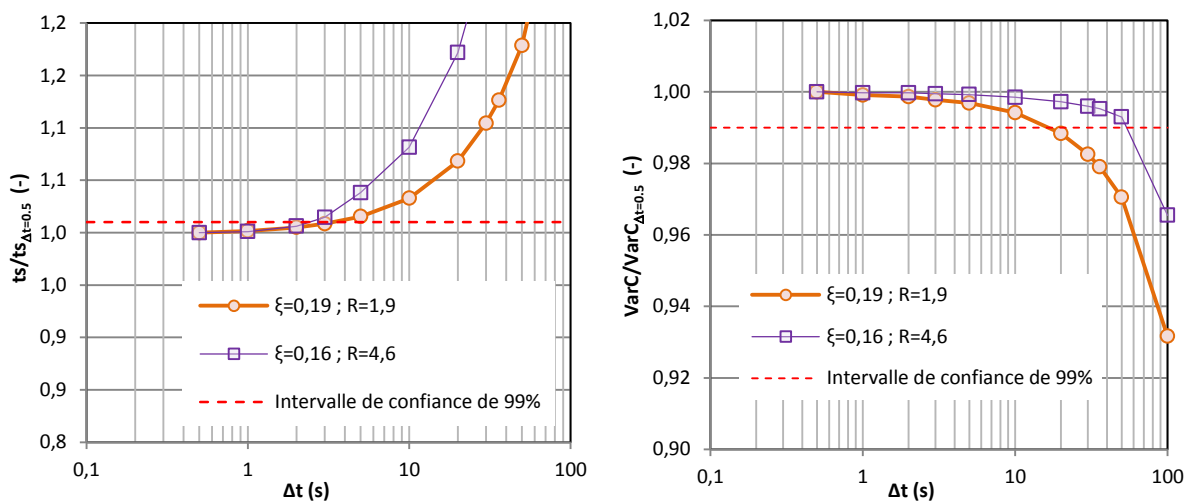


Figure 4 : Influence de Δt sur le temps de séjour et la variance centrée normalisés par les résultats obtenus pour $\Delta t=0,5 \text{ s}$.

3.2. Influence de ξ et de R sur la DTS.

Une fois le temps de discrétisation Δt fixé, une étude a été réalisée pour caractériser l'influence de ξ et de R sur la DTS. Dans un premier temps, nous avons fait varier ξ entre 0,025 et 0,16 s^{-1} . Les DTS obtenues pour $R=4$ et $\Delta t=2 \text{ s}$ sont présentées sur la **Figure 5**. Le paramètre ξ a ensuite été fixé à 0,1 s^{-1} et nous avons fait varier R entre 0 et 10. Les DTS correspondantes sont présentées sur la **Figure 6**.

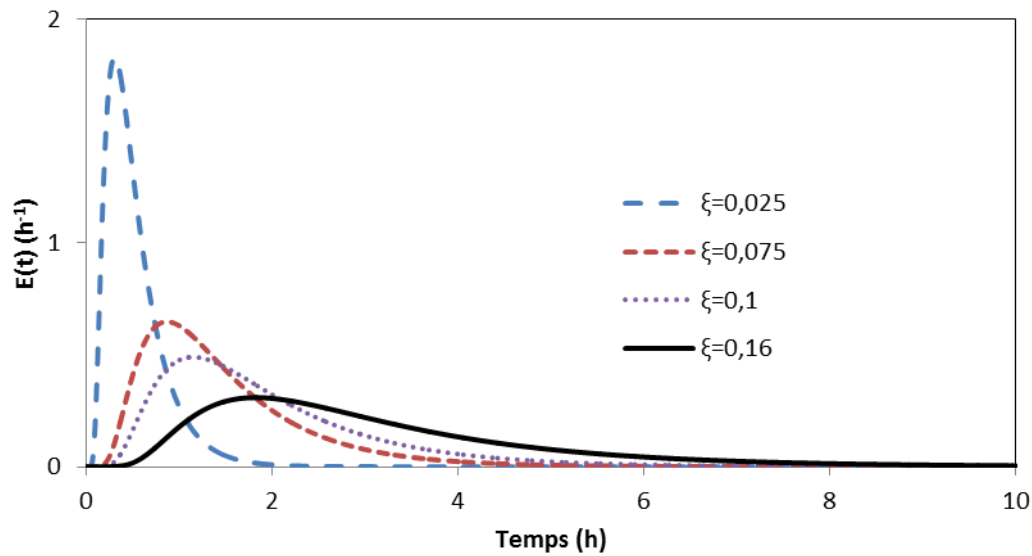


Figure 5 : Influence de ξ sur la DTS ($R=4$, $\Delta t=2$ s).

Les dernières particules de traceur sortent plus tôt du système lorsque la valeur de ξ décroît, ce qui entraîne une diminution du temps de séjour moyen. L'étude de sensibilité sur le paramètre R montre que, lorsque R est petit, le système se comporte comme une série de réacteurs continus parfaitement agités. À l'inverse, lorsque R est grand, le système tend vers un seul réacteur continu parfaitement agité. Qualitativement, on devine que le temps de séjour moyen varie peu et que le coefficient de recirculation affecte principalement l'étalement de la courbe et donc la variance centrée.

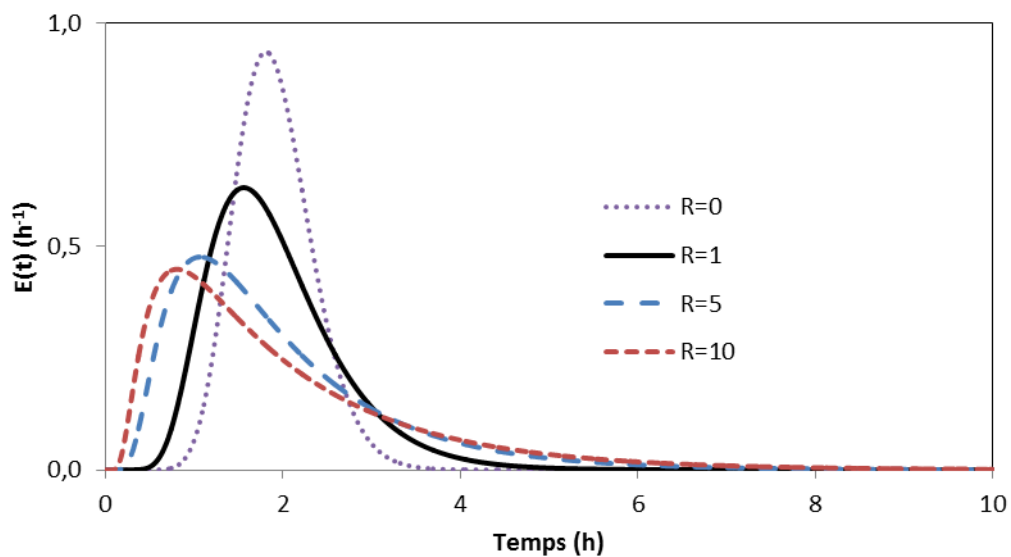


Figure 6 : Influence de R sur la DTS ($\xi=0,1$ s⁻¹, $\Delta t=2$ s).

Pour mieux interpréter ces résultats, le temps de séjour moyen et la variance centrée ont été calculés à partir des équations présentées au paragraphe 2.3. La **Figure 7** illustre l'effet des deux paramètres R et ξ sur ces deux grandeurs.

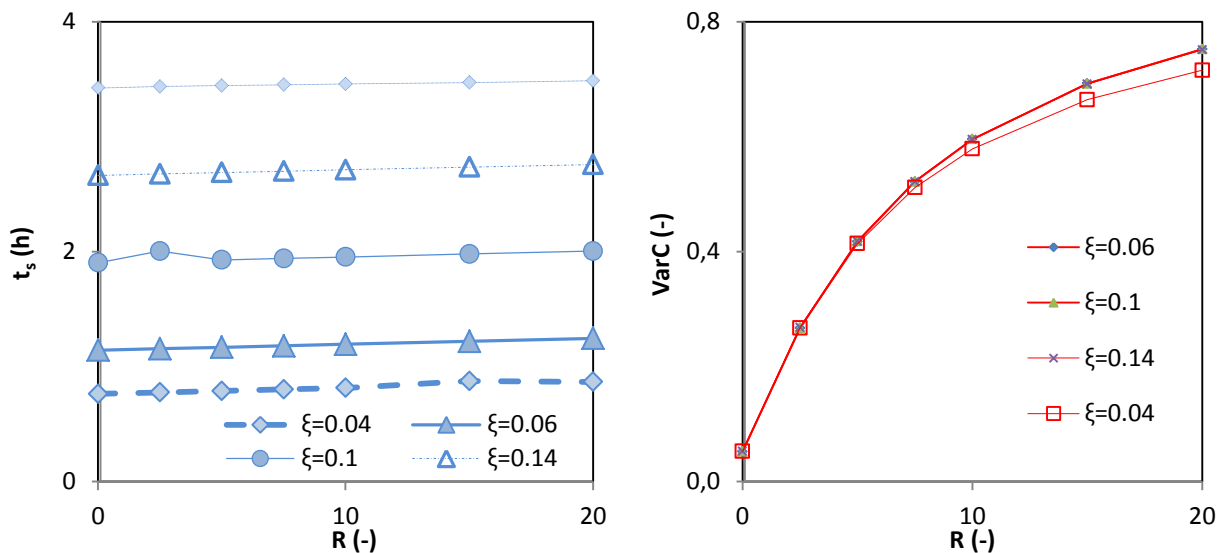


Figure 7 : Influence de R et de ξ sur le temps de séjour moyen et la variance centrée.

Le temps de séjour moyen est presque indépendant du coefficient de recirculation R et varie linéairement avec ξ . La variance centrée est indépendante de ξ , tant que le coefficient de recirculation reste inférieur à 7,5. Au-delà, elle reste peu sensible au paramètre ξ . Son évolution en fonction du paramètre R est non linéaire.

4. Confrontation aux données expérimentales.

Nous avons souhaité évaluer l'aptitude de ce modèle à décrire l'écoulement dans le pilote de laboratoire. Expérimentalement, le débit de matière entrant dans le sécheur est connu, puisqu'un étalonnage de la pompe est réalisé au début de chaque expérience, et il est maintenu constant au cours de l'essai. La masse totale de solides retenus dans le sécheur est également mesurée en fin de manipulation (cf. chapitre 4). Initialement au nombre de trois, les paramètres d'entrée du modèle (Δt , R et ξ) pourraient être réduits à 1, c'est-à-dire au coefficient de recirculation R . Néanmoins, la formation d'agglomérats de boue au-dessus du mobile d'agitation, qui ne participent pas à l'écoulement, a été évoquée au chapitre 4. La masse de solides retenus dans l'installation ne représente probablement pas celle qui participe

à l'écoulement et intervient dans le modèle développé. À défaut de pouvoir la prédire à partir d'une corrélation de la littérature, nous avons choisi de calculer le coefficient de recirculation R à l'aide des données expérimentales puis d'identifier la masse de solides retenus par minimisation de l'écart quadratique entre la DTS expérimentale et la DTS calculée numériquement. Les résultats obtenus par identification de la masse retenue sont comparés, dans la suite de ce paragraphe, à ceux prédits par le modèle à partir de la masse de solides retenus mesurée expérimentalement. Cette comparaison est précédée par la présentation de la corrélation utilisée pour le calcul du coefficient de recirculation R .

4.1. Corrélation utilisée pour le calcul du coefficient de recirculation R

Selon Marikh et al [3], il est possible de déterminer analytiquement le coefficient de recirculation interne R en fonction de la variance centrée expérimentale et du nombre de cellules actives à partir de la relation de Van der Laan [6] :

$$VarC = \frac{1 + 2R}{N - 1} - \frac{2R(1 + R)}{(N - 1)^2} \left[1 - \left(\frac{R}{1 + R} \right)^{N-1} \right] \quad \text{Equation 15}$$

La variance centrée calculée à partir de la DTS calculée numériquement, en supposant R connu, et la variance centrée calculée à partir de l'Equation 15 sont représentées sur la Figure 8. Comme attendu, les résultats obtenus sont identiques. L'Equation 15 peut donc être utilisée pour calculer le coefficient de recirculation R à partir de la variance centrée expérimentale.

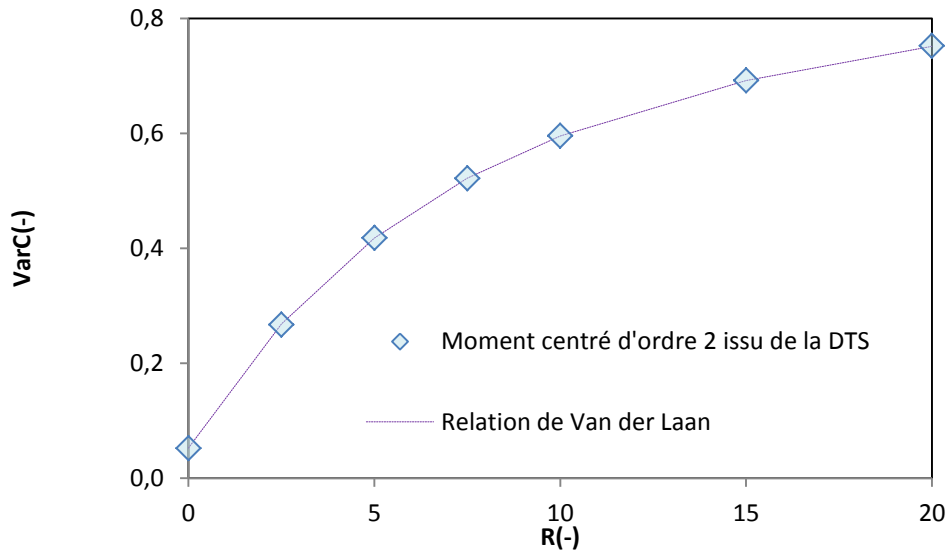


Figure 8 : Comparaison de la variance centrée calculée à partir de la relation de Van der Laan et à partir de la courbe de DTS.

4.2. Identification de la masse de solides retenus – Critère de minimisation.

Comme pour de nombreux auteurs [7-9], la DTS est calculée par minimisation de l'écart quadratique (cf. Equation 16) à l'aide du logiciel MATLAB, connaissant R , Δt et Q_{MS} . Une tolérance de 10^{-4} a été imposée pour la variation du résidu ΔE entre deux itérations.

$$\Delta E = \sum (E_{exp} - E_{cal})^2 \quad \text{Equation 16}$$

On identifie ainsi la quantité de matière sèche retenue dans chaque cellule active et on peut en déduire (cf. Equation 17) la masse totale de solides retenus dans le système, $M_{ret,cal}$.

$$M_{ret,cal} = \sum_{N-1} Q_{MS} * \xi \quad \text{Equation 17}$$

4.3. Résultats

Les DTS expérimentales et calculées, soit à partir de la masse de solides retenus mesurée, $M_{ret,exp}$, soit à partir de la masse de solides retenus identifiée par le modèle, $M_{ret,cal}$, sont comparées sur la Figure 9 pour les expériences 3 et 4 présentées au chapitre 4 lors de l'étude de l'influence du temps de stockage en chambre froide (cf. Tableau 17). Les moments caractéristiques de la DTS et les variances centrées calculées sont reportés dans le Tableau 1. On peut noter que les valeurs des coefficients de recirculation interne R , calculées à partir de

l'Equation 15, sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par Marikh et al [3] dans un mélangeur continu et pour une vitesse d'agitation proche. En outre, R est deux fois plus petit lorsque la boue a été stockée pendant 48h en chambre froide.

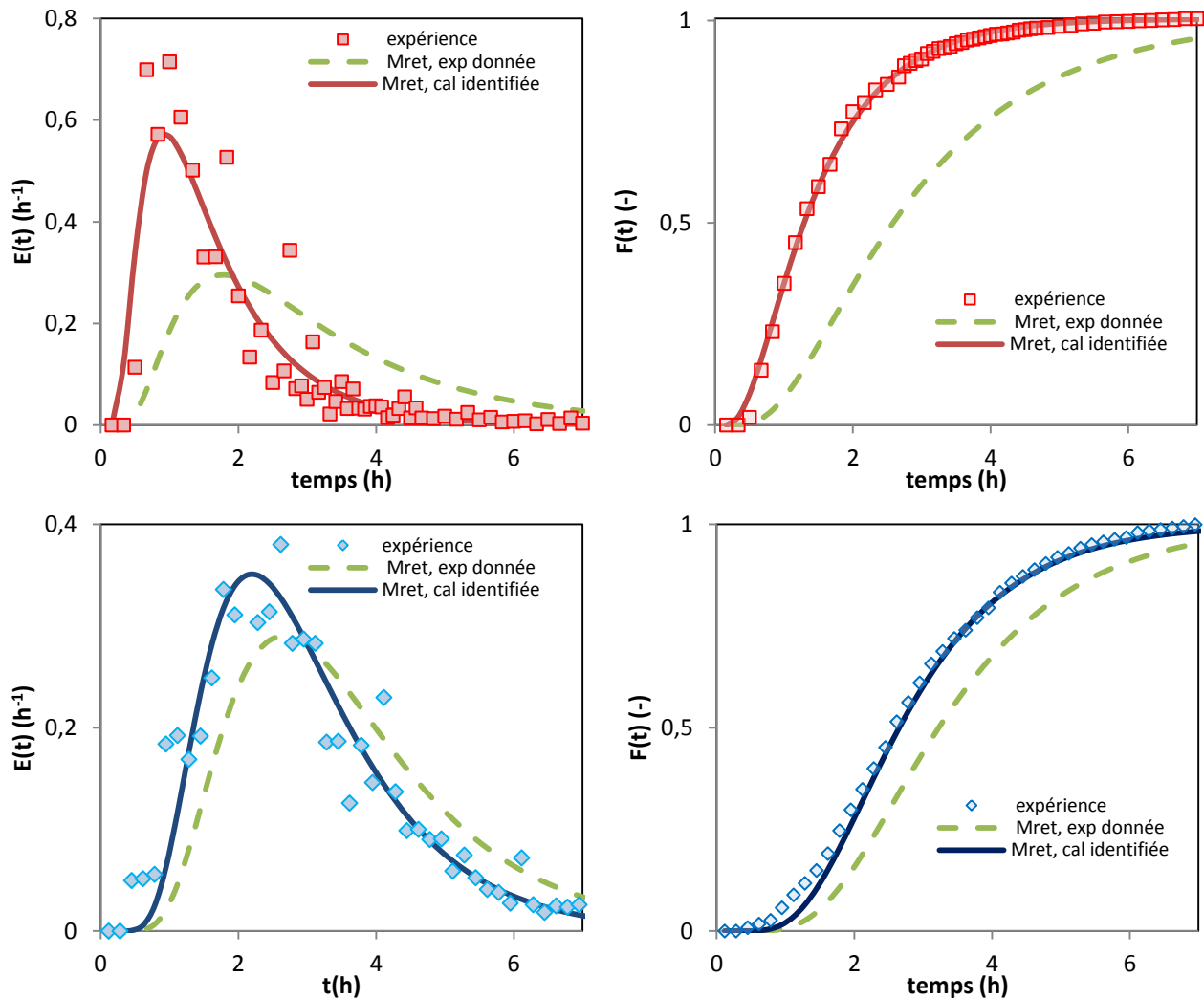


Figure 9 : Aptitude du modèle Markovien à représenter les DTS expérimentales.

Comme on peut le voir, la DTS calculée à partir de $M_{ret,exp}$ ne représente pas de manière satisfaisante les données expérimentales pour l'essai 4 (qui correspond à un temps de stockage de 24 h). L'écart relatif entre le temps de séjour moyen obtenu par traçage et celui calculé par le modèle est de 70 % et la variance varie du simple au double. La masse de solides retenus identifiée par le modèle est ainsi 2 fois plus petite que celle mesurée à la fin de l'expérience de séchage. Pour l'essai 3 (qui correspond au temps de stockage de 48 h), l'écart entre la DTS expérimentale et celle calculée à partir de $M_{ret,exp}$ est plus faible. Ainsi, l'écart

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

relatif entre le temps de séjour moyen obtenu par traçage et celui calculé par le modèle est de 13,2 %. Néanmoins, pour la variance, cet écart relatif atteint 36 %. L'identification paramétrique de la masse de solides retenus conduit à une valeur sensiblement identique à celle mesurée expérimentalement (écart relatif de 7 %). Ces résultats tendraient à confirmer que la masse déterminée expérimentalement ne peut pas être utilisée pour prédire l'écoulement dans le sécheur. Pour aller plus loin, il conviendrait d'établir une corrélation empirique entre les paramètres opératoires du sécheur (angle d'inclinaison, hauteur de la surverse, ...) et cette masse.

Tableau 1 : Moments caractéristiques des DTS, coefficients de recirculation et masses de solides retenus.

		Expérience			M _{ret,exp} donnée			M _{ret,cal} identifiée			
		t _s (h)	σ ² (h ⁻²)	R (-)	t _s (h)	σ ² (h ⁻²)	M _{ret,exp} (kg)	t _s (h)	σ ² (h ⁻²)	ΔE (h ⁻²)	M _{ret,cal} (kg)
24 h	I	1,68	1,12	4,65	2,71	2,05	1,33	1,63	1,01	0,27	0,51
	Br	1,56	1,01	4,93	2,70	2,09		1,51	0,91	0,11	0,47
	Ti	1,64	1,07	4,65	2,72	2,09		1,71	1,10	0,83	0,53
		1,62	1,07	4,75	2,71	2,08		1,62	1,01		0,50
		±0,06	±0,06	±0,16	±0,01	±0,02		±0,1	±0,10		±0,03
48 h	I	2,90	1,89	1,93	3,27	1,79	1,00	3,19	1,96	0,06	1,10
	Br	2,90	2,05	2,18	3,20	1,80		2,89	1,63	0,08	1,11
	Ti	2,82	1,80	1,95	3,27	1,79		2,72	1,45	0,07	1,01
		2,87	1,91	2,02	3,25	1,79		2,93	1,68		1,07
		±0,05	±0,13	±0,14	±0,04	±0,01		±0,24	±0,26		±0,05

La différence entre les deux masses retenues (mesurée et modélisée) confirme celle déjà constatée au chapitre précédent, puisque le temps de séjour moyen est toujours plus faible que le temps de passage. Comme nous l'avons évoqué, ceci traduit la présence de défauts géométriques dans l'installation, comme des volumes morts. Deux observations expérimentales semblent pouvoir expliquer la présence de ces volumes morts.

La première est l'agglomération de la boue au-dessus du mobile d'agitation, sur les racleurs. En effet, ces agglomérats ne participent pas à l'écoulement dans le sécheur, mais sont pris en compte dans la masse de matière sèche retenue dans l'installation après les essais.

La deuxième concerne l'écoulement au sein du sécheur. Seul l'écoulement axial du produit, de l'entrée vers la sortie du sécheur, a été considéré dans ce travail et l'existence éventuelle

d'autres régimes d'écoulement a été jusqu'à présent négligée. La **Figure 10** représente une vue de dessus du pilote de séchage. Sur cette représentation, le sécheur est alimenté par le côté inférieur gauche et les granulés de boue sèche peuvent sortir par le côté droit. Or, expérimentalement, nous avons observé que peu de granulés sortent par le coté inférieur droit. Ceci est dû à la rotation du rotor. On pourrait ainsi imaginer un écoulement principal, correspondant à la circulation de la boue près de la paroi supérieure (cf. écoulement 1 sur la Figure), et un écoulement secondaire, plus lent, près de la paroi inférieure (cf. écoulement 2 sur la Figure). Des échanges de matière seraient possibles entre ces deux écoulements, par le biais des pâles. L'écoulement principal expliquerait la majeure partie du pic de DTS tandis que l'écoulement secondaire justifierait la longue traînée observée sur les signaux de DTS, l'ensemble pouvant être confondu en un seul signal de DTS dans lequel la masse active dans le sécheur serait en moyenne plus faible que la masse récupérée en fin d'expérience.

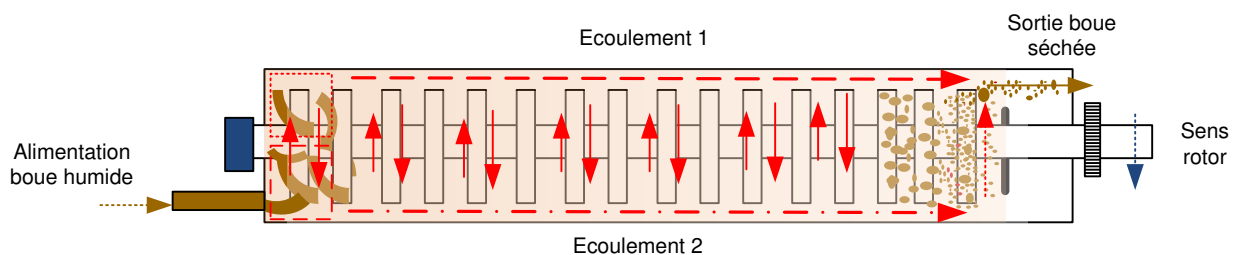


Figure 10 : Modèle à deux régimes d'écoulement.

5. Comparaison aux modèles conventionnels

Les modèles classiques de DTS, à savoir le modèle de réacteurs continus parfaitement agités en série (nRCPA) et le modèle du réacteur piston à dispersion axiale (RPDA), ont été appliqués aux mêmes données expérimentales avec le même critère de minimisation et la même tolérance. Les DTS obtenues et celles calculées par le modèle de Markov, en identifiant la masse de solides retenus, sont comparées sur la **Figure 11** pour les essais 3 et 4. Pour les deux expériences, le modèle nRCPA ainsi que le modèle markovien offrent une meilleure représentation de la DTS que le modèle RPDA, comme l'indiquent les valeurs des résidus ΔE dans le **Tableau 2**. Ce résultat était attendu puisque le modèle du RDPA est habituellement utilisé lorsque l'écoulement se rapproche d'un écoulement piston.

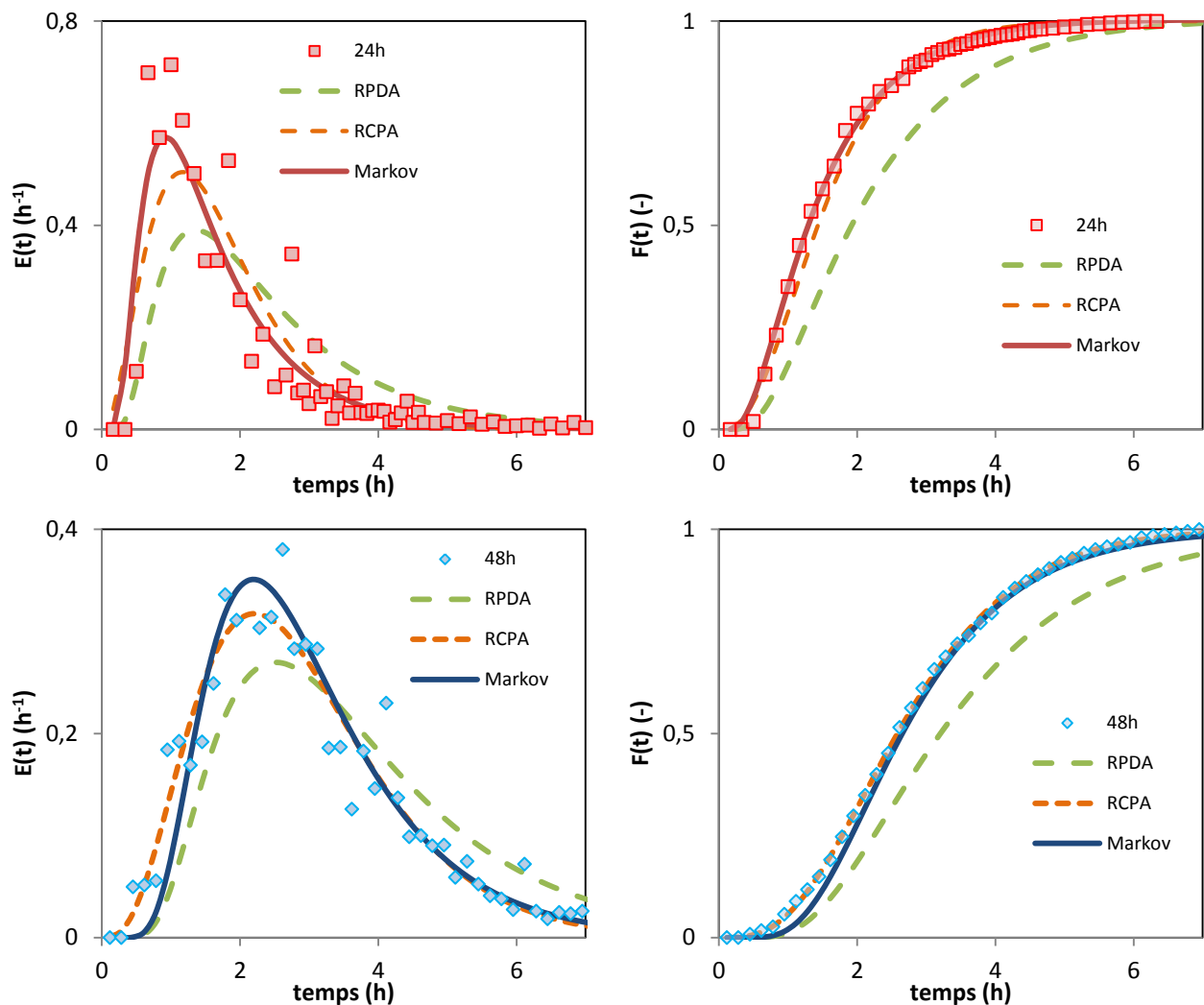


Figure 11 : Confrontation du modèle Markovien aux modèles nRCPA et RPDA.

Les valeurs du nombre de Peclet, de RCPA et du résidu ΔE sont regroupées dans le **Tableau 2** avec les moments caractéristiques de la DTS. Les nombres de Peclet et de réacteurs parfaitement agités en série identifiés sont respectivement inférieurs à 10 et à 5. Ils sont donc bien plus faibles que les valeurs habituellement rapportées dans la littérature pour les tambours rotatifs (>100). Zuilichem et al. [10] rapportent des valeurs de n comprises entre 17 et 38, selon la forme et l'inclinaison des pâles, pour des procédés d'extrusion. On voit également que les nombres de Peclet et de réacteurs parfaitement agités en série identifiés augmentent avec le temps de stockage.

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

Les moments calculés à partir du modèle nRCPA et du modèle markovien sont très proches. Néanmoins, comme on peut le voir sur la **Figure 11**, le modèle de Markov décrit mieux l'amplitude du pic de DTS. Contrairement au modèle de Markov, dans lequel le nombre de cellules est indépendant de l'expérience et surtout est lié au nombre de pâles dans le sécheur, on ne peut pas donner un sens physique au nombre de réacteurs parfaitement agités en série identifié.

Tableau 2 : Tableau récapitulatif des résultats obtenus avec les trois modèles.

		Expérimental		RPDA				nRCPA				Markov		
		t_s	σ^2	t_s	σ^2	Pe	ΔE	t_s	σ^2	NRCPA	ΔE	t_s	σ^2	ΔE
		(h)	(h ⁻²)	(h)	(h ⁻²)		(h ⁻²)	(h)	(h ⁻²)		(h ⁻²)	(h)	(h ⁻²)	(h ⁻²)
24h	I	1,68	1,12	2,25	1,64	5	0,80	1,66	0,82	2	0,39	1,83	1,01	0,27
	Br	1,56	1,01	2,20	1,79	4	0,55	1,54	0,90	2	0,15	1,51	0,91	0,11
	Ti	1,64	1,07	2,10	1,15	7	1,48	1,64	0,58	2	0,76	1,70	1,10	0,83
		1,62	1,07	2,18	1,53			1,62	0,77			1,61	1,01	
	±0,06	±0,06	±0,08	±0,33			±0,06	±0,16			±0,10	±0,09		
48h	I	2,90	1,89	3,19	1,96	7	0,13	2,81	1,69	4	0,04	3,19	1,96	0,06
	Br	2,90	2,05	3,14	1,95	7	0,14	2,78	1,75	3	0,06	2,89	1,63	0,08
	Ti	2,82	1,80	3,09	2,09	6	1,33	2,72	1,75	4	0,04	2,72	1,45	0,07
		2,87	1,91	3,14	2,00			2,77	±1,73			2,93	1,68	
	±0,05	±0,13	±0,05	±0,08			±0,04	±0,03			±0,24	±0,26		

6. Conclusion

Un modèle permettant de décrire l'écoulement du solide anhydre dans le sécheur a été construit. Basé sur une chaîne de Markov unidimensionnelle et homogène, ce modèle repose sur trois paramètres d'entrée : la durée de transition Δt , le coefficient de recirculation interne R et le ratio ξ , défini comme le débit de solide anhydre entrant dans la chaîne Markovienne sur la masse de solide anhydre retenu dans chaque cellule. Si une faible valeur de la durée de transition Δt est choisie, la réponse du modèle est indépendante de Δt . Pour garantir un temps de calcul raisonnable, une valeur de 2 secondes a été retenue pour cette étude. La sensibilité de la DTS à une variation de R et de ξ a ensuite été analysée. Le temps de séjour moyen est presque indépendant du coefficient de recirculation R et varie linéairement avec ξ . La variance centrée est indépendante de ξ , tant que le coefficient de recirculation reste inférieur à 7,5. Au-delà, elle reste peu sensible au paramètre ξ .

Le modèle a ensuite été testé en utilisant les résultats expérimentaux présentés au chapitre 4 sur l'influence du temps de stockage. Nous avons choisi de calculer le coefficient de recirculation R à l'aide des données expérimentales puis d'identifier la masse de solides retenus dans le sécheur par minimisation de l'écart quadratique entre la DTS expérimentale et la DTS calculée numériquement. La masse identifiée a ensuite été comparée à celle mesurée. Nous avons pu observer qu'il y avait des différences notables (atteignant parfois 100 %). Lorsque la masse de solides retenus est identifiée, le modèle est apte à décrire la DTS expérimentale. Les performances du modèle de réacteurs continus parfaitement agités en série, également testé sur nos données expérimentales, sont très proches de celle du modèle de Markov. Mais, cette approche ne permettra pas d'atteindre les objectifs ultimes des travaux menés au laboratoire, à savoir relier les propriétés d'écoulement à la teneur en eau du matériau.

Les bases du modèle Markovien sont validées. Néanmoins, ce travail préliminaire a des limites. Plusieurs possibilités sont à explorer :

- Nous avons mis en évidence que les quantités de solides anhydres retenus dans le sécheur calculée par le modèle et déterminée expérimentalement sont différentes. Cette grandeur est normalement une donnée d'entrée du modèle. Faute de corrélation disponible dans la

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

littérature pour les sécheurs à palettes, nous avons choisi d'identifier ce paramètre. Il conviendrait d'établir une corrélation empirique entre cette grandeur et les paramètres opératoires du sécheur (angle d'inclinaison, hauteur de la surverse, ...).

- Nous considérons ici uniquement l'écoulement axial du produit, de l'entrée vers la sortie du sécheur. Or, il n'est pas impossible qu'un échange radial existe aussi, comme dans les travaux de Marikh [3] sur le mélange en continu de poudres. Il faudrait alors utiliser un modèle de Markov à deux chaînes parallèles, la première décrivant l'écoulement de la boue dans le côté droit du sécheur et une autre chaîne considérant le côté gauche (cf. **Figure 13**). Ces deux chaînes seraient interconnectées.

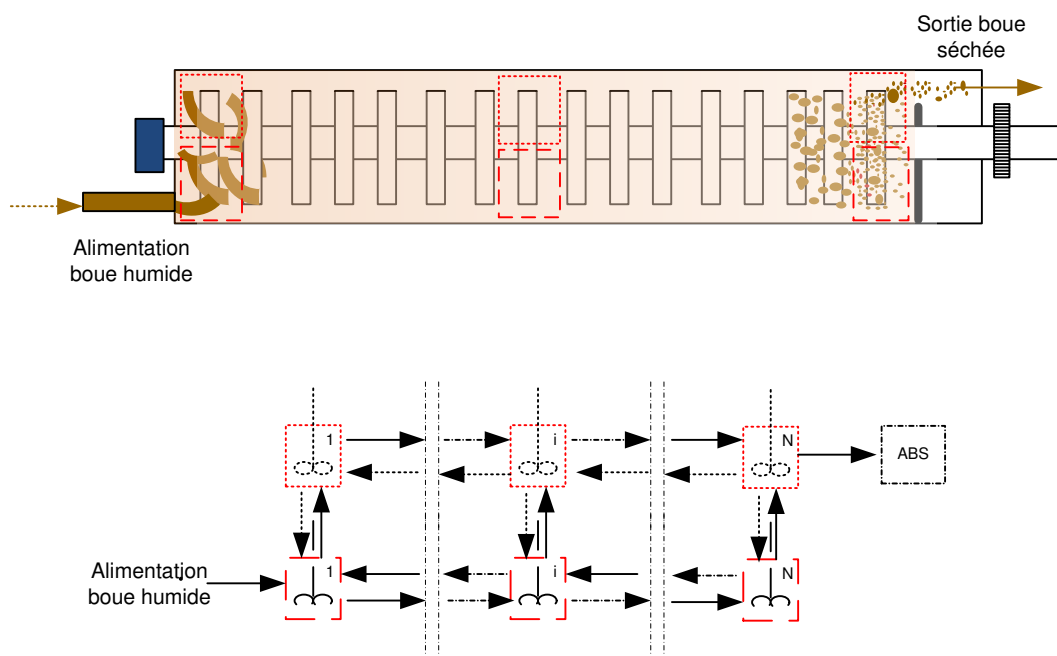


Figure 12 : Structure du modèle de Markov suggérée pour décrire l'écoulement du solide anhydre.

- Nous n'avons considéré dans ce chapitre que l'écoulement du solide anhydre. Or la boue rentre à l'état pâteux dans le sécheur et ressort sous forme de granulés plus ou moins secs. Le modèle développé ici ne prend pas en compte la présence d'eau, le changement de structure du produit ni l'évolution des propriétés rhéologiques qui en résulte. Il est évident que la boue ne s'écoule pas de la même manière en fonction de son état. Il est donc probable que les coefficients de recirculation évoluent le long du sécheur, notamment quand le produit entre dans la phase plastique, bien connue pour générer des problèmes de transport. Djerroud [11]

Chapitre 5 : Approche Markovienne pour la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire dans un sécheur à palettes

avait proposé un modèle markovien pour décrire l'écoulement et le séchage des boues dans un sécheur par contact avec agitation (**Figure 13**). Il faudrait reprendre ce travail purement théorique, au regard des observations expérimentales et des informations acquises lors de cette étude, modifier la structure du modèle comme suggéré ci-dessus avant de le confronter aux données expérimentales.

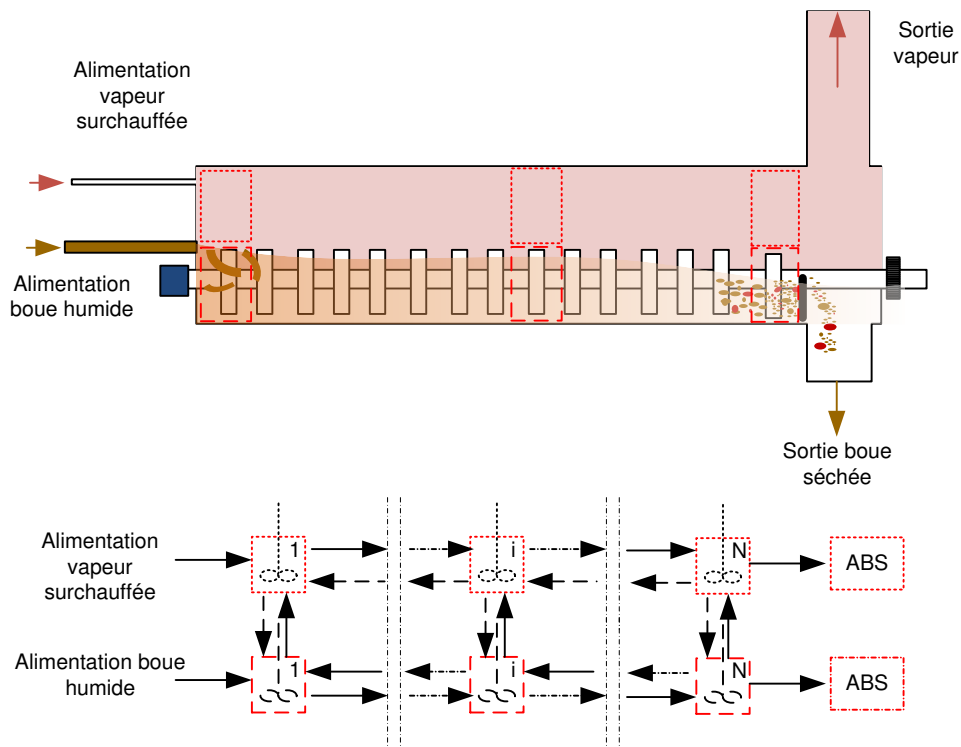


Figure 13 : Modèle développé dans la thèse de Djerroud [11].

7. Bibliographie

1. Tazaki, M., H. Tsuno, M. Takaoka, and K. Shimizu, **Modeling of sludge behavior in a steam dryer**. Drying Technology, 2011. **29** (14): p. 1748-1757.
2. Tamir, A., **Chapter 2 - Fundamentals of Markov chains**, Applications of Markov Chains in Chemical Engineering. 1998, Elsevier Science B.V. Amsterdam. p. 11-185.
3. Marikh, K., H. Berthiaux, V. Mizonov, E. Barantseva, and D. Ponomarev, **Flow analysis and markov chain modelling to quantify the agitation effect in a continuous powder mixer**. Chemical Engineering Research and Design, 2006. **84** (11): p. 1059-1074.
4. Mizonov, V., H. Berthiaux, P. Arlabosse, and D. Djerroud, **Application of the theory of Markov chains to model heat and mass transfer between stochastically moving particulate and gas flows**. Granular Matter, 2008. **10** (4): p. 335-340.
5. Harris, A.T., R.B. Thorpe, and J.F. Davidson, **Stochastic modelling of the particle residence time distribution in circulating fluidised bed risers**. Chemical Engineering Science, 2002. **57** (22-23): p. 4779-4796.
6. Roemer, M.H. and L.D. Durbin, **Transient Response and Moments Analysis of Backflow Cell Model for Flow Systems with Longitudinal Mixing**. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 1967. **6** (1): p. 120-129.
7. Duchesne, C., J. Thibault, and C. Bazin, **Modeling of the solids transportation within an Industrial rotary dryer : a simple model**. Industrial & Engineering Chemistry Research, 1996. **35** (7): p. 2334-2341.
8. Renaud, M., J. Thibault, and P.I. Alvarez, **Influence of solids moisture content on the average residence time in a rotary dryer**. Drying Technology, 2001. **19** (9): p. 2131-2150.
9. Daud, W.R.B.W. and W.D. Armstrong, **Residence time distribution of the drum dryer**. Chemical Engineering Science, 1988. **43** (9): p. 2399-2405.
10. Zuilichem, D.J., E. Kuiper, W. Stolp, and T. Jager, **Mixing effects of constituting elements of mixing screws in single and twin screw extruders**. Powder Technology, 1999. **106** (3): p. 147-159.
11. Djerroud, D., **Modélisation markovienne du séchage continu par contact avec agitation**. 2010, Institut National Polytechnique de Toulouse

o Chapitre 6 : Conclusion générale et perspectives

1. Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés à la caractérisation et à la modélisation de l'écoulement d'une boue résiduaire urbaine dans un sécheur à palettes. Cette étude a été motivée par la nécessité d'améliorer la durabilité de l'opération de séchage des boues résiduaires. Traditionnellement moins énergivore que le séchage convectif, le séchage par contact présente aussi l'avantage de générer une quantité d'effluent gazeux bien plus faible. Mais force est de constater que, dans plus de deux tiers des installations en service, la siccité du produit sec excède 90 %. Au regard des seuils techniques requis pour les filières de valorisation actuelles et futures, le produit est généralement plus sec que nécessaire. Ainsi, maîtriser l'écoulement du produit dans le procédé et les transferts de chaleur pour adapter la siccité du matériau à la filière de valorisation est indispensable.

La littérature s'est avérée, pour le moins, très peu documentée. Si un consensus apparaît sur l'existence d'une phase plastique entre 20 et 60 % selon les sources, l'origine des matériaux et les protocoles utilisés, l'impact de cette phase sur l'écoulement et l'homogénéité du traitement n'a été exploré que par Tazaki et al. (2010). Le concept de distribution des temps de séjour, mis en œuvre par ces auteurs, semble l'outil le plus approprié pour caractériser l'écoulement des boues fortement concentrées, la rhéométrie ne permettant pas d'accéder aux propriétés d'écoulement de ces matériaux.

Dans la première partie de ce travail, nous nous sommes focalisés sur la caractérisation de la structure du matériau. Pour modifier cette structure, nous avons procédé par floculation, avec différentes doses de floculant cationique, puis par centrifugation pour faire varier la siccité de la boue. Par concours de circonstances (le digesteur ayant été mis en service 1 an après le début de la thèse), nous avons également eu la possibilité de caractériser les boues d'aération prolongée puis ces mêmes boues digérées. Néanmoins, le conditionnement des boues digérées étant différent de celui des boues d'aération prolongée, il est difficile de conclure quant à l'influence de la digestion anaérobie (et donc de la matière organique) sur la structure du matériau. Cette structure a été caractérisée par granulométrie laser en voie humide, par zétamétrie et rhéométrie. Comme attendu, la formation d'un réseau par floculation, de plus en plus structuré au fur et à mesure que la concentration en floculant augmente, accroît la résistance à la déformation. Les modules de conservation et visqueux augmentent jusqu'à une concentration en floculant critique, au-delà de laquelle ils n'évoluent plus. Les mesures dynamiques ont également

Chapitre 6 : Conclusion générale et perspectives

mis en évidence le caractère fortement élastique des boues centrifugées. De la même manière, la distribution en taille des particules est décalée vers les diamètres plus élevés lorsque la concentration en flocculant augmente. Au-delà de cette concentration en flocculant critique, la distribution en taille des particules n'évolue plus. Bien que permettant d'accéder à des informations différentes, il est intéressant de constater que les trois techniques d'analyse conduisent à la même conclusion. Cette concentration critique correspond aussi à celle pour laquelle le potentiel zêta s'annule. Une fois la dose optimale de flocculant déterminée, l'influence de la siccité a été étudiée. Nous avons ainsi pu relier les propriétés viscoélastiques des boues à la siccité par une loi puissance et ainsi trancher par rapport aux incertitudes relevées dans la littérature scientifique. Enfin, le cisaillement étant un facteur clé pour le bon fonctionnement du sécheur, son effet sur la structure a également été analysé. Par l'analyse granulométrique et rhéologique, nous avons montré que ce cisaillement déstructure la boue, qui devient moins cohésive et plus adhésive. Son effet dépend de l'énergie apportée et un abaissement des propriétés visco-élastiques jusqu'à 40 % a pu être mesuré. Pour autant, ce pré-cisaillement n'a aucune influence sur le comportement au séchage du matériau.

Dans la seconde partie de ce travail, un protocole opératoire, basé sur le concept de Distribution des Temps de Séjour (DTS), a été développé pour caractériser l'écoulement d'une boue résiduaire urbaine dans un sécheur par contact avec agitation. Le solide anhydre a été tracé, par injection Dirac, d'oxyde de titane. Pour le produit humide, nous avons procédé par injection Dirac de traceurs solubles (iodure de potassium, bromure de potassium et chlorure de sodium). Deux méthodes de détection, la spectrométrie de fluorescence X et la conductimétrie, ont été utilisées et comparées. Les deux méthodes donnent des résultats similaires, même si la fluorescence X s'avère plus précise aux faibles concentrations de traceurs. Elle présente l'intérêt de pouvoir injecter et suivre en parallèle plusieurs traceurs introduits en faible concentration. Après avoir démontré la répétabilité et la représentation des mesures, nous avons montré que le solide anhydre et la boue humide s'écoulent de la même manière et que le temps de stockage de la boue en chambre froide a une grande influence sur l'hydrodynamique du sécheur. Compte tenu des modifications techniques qui ont été apportées sur le poste de déshydratation mécanique à la station d'épuration pendant l'étude, il est difficile de conclure quant à l'influence de l'angle d'inclinaison sur l'hydrodynamique. Les résultats préliminaires obtenus dans le cadre de ce travail devront être vérifiés.

Dans la troisième et dernière partie de ce travail, un modèle, basé sur une chaîne de Markov unidimensionnelle et homogène, a été développé pour décrire l'écoulement du solide anhydre dans un sécheur par contact avec agitation. Le sécheur est décomposé en une chaîne de $N-1$ cellules actives (chaque cellule correspondant à une pâle) et un état absorbant. Les cellules sont reliées entre elles par des probabilités de transition et un coefficient de recirculation pour représenter le rétro-mélange. L'intervalle de temps entre deux observations successives (appelé durée de transition dans le jargon des chaînes de Markov) a été fixé suite à une étude de sensibilité. Cette étude a révélé que le temps de séjour moyen est presque indépendant du coefficient de recirculation R et varie linéairement avec ξ , défini comme le débit de solide anhydre entrant dans la chaîne Markovienne sur la masse de solide anhydre retenu dans chaque cellule. La variance centrée est quasiment indépendante de ξ . Le modèle a ensuite été testé en utilisant les résultats expérimentaux. Pour cette étude, le coefficient de recirculation R a été calculé à l'aide des données expérimentales, via la relation de Van der Laan. La masse de solides retenus dans le sécheur a été identifiée, par minimisation de l'écart quadratique entre la DTS expérimentale et la DTS calculée numériquement, et comparée à celle mesurée sur l'installation. Nous avons pu observer qu'il y avait des différences notables (atteignant parfois 100 %). Lorsque la masse de solides retenus est identifiée, le modèle s'est avéré apte à décrire la DTS expérimentale.

2. Perspectives

Les perspectives de ce travail sont nombreuses. Nous les déclinons, comme précédemment, autour de trois thèmes suivants : la caractérisation de la structure, la caractérisation expérimentale de la DTS et la modélisation de l'écoulement.

2.1. Caractérisation de la structure

Les aliments sont des produits biologiques donc l'élasticité varie en fonction de l'âge et de diverses causes physiologiques. Les méthodes rhéologiques (rhéométrie, viscosimétrie, ...) sont donc couramment utilisées pour évaluer les propriétés mécaniques de ces matériaux. Les méthodes de mesure de paramètres texturaux relèvent aussi de la rhéologie. L'analyse instrumentale du profil de texture (TPA) est une voie à explorer. Elle permet d'obtenir, au cours d'un même essai, des informations sur l'adhésivité, la cohésion, l'élasticité, la rigidité ou encore la dureté du matériau. Pour caractériser l'évolution de ces paramètres texturaux en fonction de la

siccité, il faudra développer une procédure de conditionnement des boues pour éviter la présence d'un gradient de teneur en eau dans le produit puis, comme pour les mesures conventionnelles, un protocole pour la mise en forme de l'échantillon pour obtenir des résultats répétables et représentatifs du matériau étudié. L'une des solutions pourrait être d'utiliser un système automatisé (presse ou extrudeuse) dans lequel la pression utilisée pour la mise en forme du produit serait contrôlée avec précision.

2.2. Caractérisation de l'hydrodynamique du sécheur

La mise au point du protocole opératoire a été longue. Le changement de structure et de texture de la boue, après mise en service du digesteur, nous a contraints à reprendre une partie des études de caractérisation. Au final, nous n'avons pas réussi, dans le temps imparti à cette étude, à caractériser l'influence des paramètres opératoires du sécheur (vitesse d'agitation, hauteur de la surverse, débit d'alimentation, température de paroi, ...) sur la masse de solides retenus et sur l'hydrodynamique. Un plan d'expérience permettrait d'accéder rapidement à ces informations. Un premier objectif serait d'établir des corrélations reliant les paramètres opératoires à la masse de solides retenus, au temps de passage et à la teneur en eau de la boue en sortie de sécheur. Ce travail devrait ensuite être généralisé pour étudier l'influence de l'origine de la boue sur l'écoulement et le séchage, dans la continuité des travaux de S. Chavez (2004).

La présence de rétro-mélange a été observée sur ce pilote de laboratoire, comme sur le procédé industriel utilisé par Tazaki et al. (2010). Pour évaluer l'intensité de ces phénomènes de rétro-mélange et les relier à la teneur en eau du matériau, il serait intéressant d'injecter des traceurs à différents endroits le long du sécheur. Ce travail permettrait, a minima, de caractériser la contribution de chaque phase (pâteuse, plastique et granulaire) à l'écoulement global du produit dans le sécheur. Bien que de prime abord simple, la mise en œuvre de cette idée est délicate. L'injection du traceur doit en effet être maîtrisée. Il faudra donc réfléchir à une méthode de préparation et d'injection, spécifique à l'état de la boue à la position étudiée.

Développer une méthode de traçage en continu permettrait de supprimer l'étape de préparation des échantillons avant analyse hors ligne et de gagner un temps précieux. Pour cela, une idée pourrait être de détourner de leur usage les détecteurs de métaux, généralement utilisés dans l'industrie pour aider à séparer les impuretés métalliques dans des produits et déchets divers. Le montage serait composé d'une bande transporteuse et d'un détecteur de métaux, qui permettrait

de mesure la quantité de traceurs (poudre d'aluminium ou de nickel, par exemple) dans les granulés séchés. Cette méthode de détection en continu développée, il serait intéressant de caractériser l'hydrodynamique de sècheurs, comprenant deux voire quatre rotors, pour analyser l'influence du design du mobile d'agitation sur l'hydrodynamique et l'homogénéité du traitement. En fonction des résultats, et notamment si les mesures confirment que l'écoulement observé n'est pas piston, cette étude pourrait être avantageusement complétée par un travail sur le design des pâles.

2.3. Modélisation de l'hydrodynamique du sécheur et du processus de séchage

Une première version d'un modèle d'écoulement basé sur l'approche Markovienne a été proposée dans le cadre de ce travail de thèse. Ce modèle pourrait être très largement amélioré pour mieux décrire l'hydrodynamique dans le sécheur, voire étendu pour peut-être à terme le prédire.

Nous avons déjà évoqué la nécessité d'établir une corrélation empirique reliant la masse de solides retenus aux conditions opératoires. Cette corrélation serait utilisée dans le modèle et le coefficient de recirculation redeviendrait le paramètre d'ajustement (contrairement à la démarche qui a été suivie dans ce travail).

Les observations visuelles laissent à penser qu'une partie de la boue ne s'écoule pas de la même manière que le reste de la masse. Le design du pilote, avec un seul arbre d'agitation et une pale de convoyage à l'extrémité du rotor, semble être la cause de cet écoulement à deux vitesses. Si ces observations sont confirmées (par exemple par l'injection locale de traceur dans le sécheur), un modèle de Markov à deux chaînes parallèles, qui échangeraient de la matière, serait indispensable. Il pourrait ensuite être étendu pour modéliser l'hydrodynamique de sècheurs industriels comprenant systématiquement deux voire quatre rotors.

Nous n'avons considéré dans ce travail que l'écoulement du solide anhydre. Il semble évident que la boue ne s'écoule pas de la même manière en fonction de son état. Il faudrait donc prendre en compte, dans le modèle, la phase liquide, l'évaporation de l'eau et des coefficients de recirculation fonction de la teneur en eau. La chaîne associée au produit serait alors composée de

Chapitre 6 : Conclusion générale et perspectives

cellules de volumes différents. Pour connaître le volume des cellules, il serait indispensable de caractériser le retrait volumique de la boue dans le sécheur.

Caractérisation et modélisation de l'écoulement de boues résiduaires dans un sécheur à palettes

Résumé :

Le séchage est une opération incontournable pour la valorisation énergétique des boues résiduaires. La flexibilité pour ajuster la teneur en matière sèche finale de la boue est un critère important pour le choix d'une technologie. Cet objectif est difficile à atteindre pour les sécheurs à palettes. La modélisation du processus est alors essentielle. Malheureusement, le comportement rhéologique des boues est complexe et la mécanique des fluides numérique est hors de portée. La notion de Distribution des Temps de Séjour est employée ici pour caractériser l'écoulement. Un protocole fiable et reproductible a été établi et mis en œuvre sur un pilote de laboratoire. Des injections Dirac d'oxyde de titane et de sels métalliques, avec la spectrométrie de fluorescence X comme méthode de détection, ont été employées pour caractériser les DTS du solide anhydre et de la boue humide. Pré-mélanger la boue pâteuse, pour disperser le traceur par exemple, modifie la structure du matériau. Ceci a été mis en évidence par des mesures de distribution en taille des particules et par des caractérisations rhéologiques. Cependant, des expériences de séchage en batch ont montré que ce pré-mélange n'a aucune influence sur la cinétique et sur la phase plastique. Nous avons montré que le solide anhydre et le solide humide s'écoulent de la même manière. Une seconde méthode, basée sur une détection par conductimétrie, a alors été développée. Plus facile à mettre en œuvre et moins onéreuse, cette méthode s'avère tout aussi fiable que la première. L'influence de la durée de stockage de la boue, avant séchage, a été évaluée. Le temps de séjour de la boue dans le sécheur double quand la durée de stockage passe de 24h à 48h. Finalement, un modèle d'écoulement, basé sur la théorie de chaînes de Markov, a été développé. L'écoulement du solide anhydre est décrit par une chaîne de n cellules parfaitement mélangées, n correspondant au nombre de palettes. Les probabilités de transition entre les cellules sont régies par deux paramètres : le ratio de recyclage interne, R , et la masse de solides retenus, MS . R est déterminé par la relation de Van der Laan et MS est identifié par ajustement du modèle aux données expérimentales. Le modèle décrit de manière satisfaisante les DTS. La masse de solides retenus identifiée est toujours plus faible que la quantité mesurée expérimentalement. Une partie de la boue, collée aux parois du sécheur et au rotor, agit comme un volume mort.

Mots clés : DTS, Rhéologie, Chaîne de Markov, Séchage par contact, Pilote continu.

Characterization and modeling of the flow pattern of sewage sludge in a paddle dryer

Abstract :

Drying is an unavoidable operation prior to sludge valorization in incineration, pyrolysis or gasification. The flexibility to adapt the solid content of the dried sludge to the demand is a major requirement of any drying system. This objective is difficult to reach for paddle dryers. Modeling the process is thus essential. Unfortunately, sludge rheological behavior is complex and computational fluid dynamics is out of reach for the time being. The concept of Residence Time Distribution (RTD) is used here to investigate sludge flow pattern in a paddle dryer. A reliable and reproducible protocol was established and implemented on a lab-scale continuous dryer. Pulse injections of titanium oxide and of salt metals, with X-ray fluorescence spectroscopy as detection method, were used to characterize the RTD of anhydrous solid and wet sludge, respectively. Premixing the pasty sludge, for tracer powder dispersion for instance, changes the structure of the material. This was highlighted through the measurements of particle size distributions and characterization of rheological properties. However, drying experiments performed in batch emphasized that premixing does not have any influence on the kinetic and the sticky phase. The RTD curves of the anhydrous solid are superimposed on those of the moist sludge. Consequently, a simpler protocol, based on pulse injection of chloride sodium and offline conductivity measurements, was established. Easier to implement in industry and cheaper, this method proves to be as reliable as the first one. The influence of storage duration prior to drying was assessed. The mean residence time doubles when the storage duration changes from 24h to 48h. Finally, a model based on the theory of Markov chains has been developed to represent the RTD. The flow of anhydrous solids is described by a chain of n perfectly mixed cells, n corresponding to the number of paddles. The transition probabilities between the cells are governed by two parameters: the ratio of internal recirculation, R , and the solids hold-up, MS . R is determined from the Van der Laan's relation and MS is identified by fitting the model to the experimental RTD. The model describes the flow pattern with a good accuracy. The computed hold-up is lower than the experimental one. Part of the sludge is stuck to the walls of the dryer, acting as dead volumes in the process.

Keywords: RTD, Rheology, Markov Chain, Contact drying, Continuous lab-scale pilot.