



HAL
open science

Complémentarité des propriétés électriques et rhéologiques pour une caractérisation des boues résiduaires

Christophe Segalen

► **To cite this version:**

Christophe Segalen. Complémentarité des propriétés électriques et rhéologiques pour une caractérisation des boues résiduaires. Autre. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2014. Français. NNT : 2014CLF22529 . tel-01164375

HAL Id: tel-01164375

<https://theses.hal.science/tel-01164375v1>

Submitted on 16 Jun 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.

N° d'ordre : D. U : 2529
E D S P I C : 677

UNIVERSITE BLAISE PASCAL - CLERMONT II
ECOLE DOCTORALE
SCIENCES POUR L'INGENIEUR DE CLERMONT-FERRAND

THESE
Présentée par
CHRISTOPHE SEGALEN
pour obtenir le grade de
DOCTEUR D'UNIVERSITE
SPECIALITE : Génie des procédés

Titre de la thèse :

Complémentarité des propriétés électriques et rhéologiques pour une caractérisation des boues résiduaire

Soutenue publiquement le 15 décembre 2014 devant le jury :

Christelle Wisniewski,
Professeur, Université Montpellier 1, Présidente
Alain Ponton,
Directeur de Recherche, Université Paris Diderot-Paris 7, Rapporteur
Jean-Michel Roger,
Ingénieur en Chef des Ponts, des Eaux et des Forêts, Irstea, Rapporteur
Pierre Buffière,
Professeur, INSA de Lyon, Examineur
Christian Carrot,
Professeur, Université Jean-Monnet, Examineur
Aurélien Talon,
Maître de Conférences, Polytech' Clermont-Ferrand, Examineur
Jean-Christophe Baudez,
Ingénieur Divisionnaire de l'Agriculture et de l'Environnement, Irstea, Directeur de thèse
Emilie Dieudé-Fauvel,
Ingénieur de Recherche, Irstea, Encadrant de thèse

Pour Anna et Jean,

qui, s'ils ne sont plus, le seront toujours pour moi.

REMERCIEMENTS

Comme à mon habitude je serai bref, le tout tiendra en un mot, pourquoi en dire plus ?

Aux membres du jury, Alain Ponton, Jean-Michel Roger, Pierre Buffière, Christian Carrot, Aurélie Talon et Christelle Wisniewski d'avoir accepté de prêter une partie de leur temps à l'évaluation de mon travail.

A l'ADEME et Irstea d'avoir cofinancé ce projet.

A Emilie et Jean-Christophe, pas seulement pour leur encadrement, mais également pour leur participation et sans qui cette thèse n'aurait jamais abouti.

A Jean-Michel Roger pour sa disponibilité et ses invitations à Montpellier qui m'ont à chaque fois redonné l'élan nécessaire.

A Jean-Claude pour ses blagues.

A Phiphi et Jacky pour m'avoir réveillé certains matins.

A Evelyne, Irène, Gégé et Dan pour leur bonne humeur.

A Johann, Didier, Vivien et Guitou pour les bons moments passés à l'atelier, la bise à la Véro ! Hein ??

A Denis, Bruno, Tony et Martine, pour les soirées musicales, la bise au chat !

A Philippe et Jean-Christophe pour la petite chansonnette du matin, les chambrages du midi, la pause café de l'après-midi et le foot du soir.

A Guéba, Sérigne, Bobby et Marion pour avoir partagé nos journées, pour les discussions sur l'usage de Facebook au bureau et pour les débats sur la pluie ~~et le beau temps~~ en Bretagne.

A Marily je te promets que la prochaine fois sera la bonne, je comprendrai TOUTE ta soutenance.

A Mr et Mme Tosoni, le plus facile est derrière vous, plus qu'un an, courage. Je serai là avec les tomates !

A mes parents, ma famille, pour leur soutien.

A Fleur...

Merci

RESUME

La gestion durable des boues résiduaires est l'un des grands enjeux du 21^{ème} siècle. Si toutes les eaux usées produites par la population urbaine mondiale étaient traitées, ce qui est l'objectif ultime de l'OMS, 83 millions de tonnes de matières sèches seraient produites annuellement à l'horizon 2017. Pour réduire les coûts du traitement et de la valorisation des boues qui représentent la moitié de la facture de l'assainissement collectif, l'optimisation des procédés est nécessaire. Les ingénieurs ont donc besoin d'outils permettant d'adapter le fonctionnement des technologies de traitement aux caractéristiques des matériaux.

Concrètement, les technologues ont besoin de connaître ou d'estimer le comportement en écoulement des boues, c'est-à-dire leurs propriétés rhéologiques, à chaque étape du traitement. Celles-ci ne pouvant être déterminées en continu, l'objectif de cette thèse est de démontrer la faisabilité d'utilisation des propriétés électriques pour prédire les écoulements des boues.

Au cours de ce travail de thèse, les comportements rhéologique et électrique d'une boue type ont été établis : ainsi les propriétés d'écoulement d'une boue résiduaire peuvent être décrites par un modèle d'Herschel-Bulkley modifié (de façon à prendre en compte les cisaillements très élevés) tandis que sa signature électrique pourra être représentée par un circuit équivalent de Maxwell. L'impact de paramètres majeurs comme la température et la teneur en matières sèches sur les propriétés rhéologiques et électriques des boues et sur leur corrélation a été étudié. Les résultats obtenus nous ont également permis de montrer comment la structure du matériau est liée à ces caractéristiques. Enfin, des outils spécifiques ont été mis au point, pour la mesure simultanée des propriétés électriques et rhéologiques des fluides organiques complexes. L'ensemble des résultats obtenus ouvre de nombreuses perspectives, opérationnelles et fondamentales.

ABSTRACT

Sludge management is one of the 21st century's main issues. If the whole wastewater produced by worldwide urban population was treated, which is the ultimate goal of WHO, 83 million tons of dry matter could be annually produced until 2017. In order to reduce the costs of sludge treatment and reuse, which represent half of the collective sanitation bill, process optimization is needed. Engineers are in need of tools allowing them to adapt treatment technologies to material characteristics.

More specifically, technologists need to know or to estimate sludge flow behavior, i.e. their rheological properties, at each step of the process. However, these properties can't be continuously acquired. The purpose of this thesis is then to demonstrate the feasibility of the usage of sludge electrical properties to predict their flow.

During this work, rheological and electrical behavior of one sludge type had been established: so flow properties of sludge can be described by means of a modified Herschel-Bulkley model (so that high shear rates are taken into account), whereas electrical properties can be represented by Maxwell's equivalent circuit. Major parameters impacts, as temperature and dry matter content on sludge rheological and electrical properties and their correlation have been studied. The results we obtained allowed us to highlight the way the structure of the material is related to these properties. Finally, specific tools have been developed for simultaneous measurement of rheological and electrical properties of complex organic fluids. All the obtained results open many operational and fundamental prospects.

SOMMAIRE

Remerciements	4
Résumé.....	6
Abstract.....	7
Sommaire	8
Nomenclature.....	13
Chapitre 1. Introduction.....	14
Chapitre 2. Etude bibliographique – A propos de la caractérisation des boues résiduaires.....	18
1. Origine et traitement des boues résiduaires	20
1.1. Traitement des eaux usées	20
1.2. Filière boues.....	21
1.2.1. Epaissement.....	22
1.2.2. Conditionnement.....	22
1.2.3. Déshydratation.....	23
Filtres à bandes	23
Centrifugation.....	23
Filtre-presse.....	24
1.2.4. Stabilisation.....	24
Stabilisation aérobie.....	25
Digestion anaérobie	25
Stabilisation chimique : le chaulage	25
Séchage	26
Compostage.....	26
2. Composition et structure.....	26
2.1. Composition	27
2.1.1. L'eau dans les boues.....	27
2.1.2. Matières solides.....	28
2.2. Structure	28
2.2.1. Structure des floes.....	28
2.2.2. Les différentes interactions.....	29
Mouvement brownien et gravité	29

Forces d'interaction interparticulaires.....	29
Liaison hydrogène.....	30
Interactions hydrophobes	30
3. Propriétés physiques des boues résiduaires	30
3.1. Comportement rhéologique des boues résiduaires.....	32
3.1.1. Définitions	32
3.1.2. Le comportement liquide des boues résiduaires.....	34
3.1.3. Comportement rhéologique des boues en régime solide.....	36
3.1.4. Effets des paramètres externes.....	37
Concentration solide	37
Température	37
3.2. Caractéristiques électriques des boues résiduaires	38
3.3. Couplage rhéologie/mesures électriques	39
3.3.1. Analogies entre rhéologie et mesures diélectriques	39
3.3.2. Travaux antérieurs.....	42
Complémentarité des propriétés rhéologiques et électriques des matériaux complexes	42
Etude de la relation entre propriétés rhéologiques et électriques des matériaux.....	44
3.3.3. Cas des boues résiduaires	45
4. Conclusion	45
Chapitre 3. Approche expérimentale.....	48
1. Préparation de échantillons	49
2. Rhéologie	50
2.1. Principes de mesure.....	50
Rhéomètre à plans parallèles	50
Rhéomètre à cylindres coaxiaux.....	51
Phénomènes perturbateurs	52
2.2. Matériels et méthodes.....	52
2.2.1. Matériels.....	52
2.2.2. Protocoles.....	53
Détermination des propriétés visqueuses	54
Détermination des propriétés viscoélastiques	54
2.2.3. Impact de la température.....	54
3. Mesures électriques.....	57

3.1. Généralités.....	57
3.1.1. Principales grandeurs et formules.....	57
Conductivité et résistivité.....	57
Impédance et admittance.....	57
Permittivité.....	58
3.1.2. Méthodes d'analyse des données (circuits modèles).....	59
3.2. Modélisation.....	59
3.3. Matériels et méthodes.....	62
3.3.1. Matériels.....	62
3.3.2. Protocoles.....	62
3.3.3. Acquisition des données.....	63
3.3.4. Post-traitement des données.....	64
Chapitre 4. Résultats.....	66
1. Caractéristiques électriques et rhéologiques d'une boue.....	67
1.1. Caractérisation rhéologique.....	67
1.2. Caractérisation électrique.....	69
1.2.1. Cellule câblée en 4 fils.....	69
1.2.2. Cellule câblée en 2 fils.....	73
1.2.3. Bilan des mesures électriques.....	75
1.3. Conclusion.....	75
2. Impact de la température.....	76
2.1. Contexte.....	76
2.2. Résultats et discussion.....	77
2.2.1. Analyse rhéologique.....	77
2.2.2. Analyse électrique.....	81
2.2.3. Discussion.....	86
2.3. Conclusion.....	87
3. Impact de la teneur en matières sèches.....	87
3.1. Introduction.....	87
3.2. Impact du diluant.....	88
3.2.1. Analyse rhéologique.....	88
3.2.2. Analyse électrique.....	89
3.3. Impact de la siccité.....	90
3.3.1. Analyse rhéologique.....	91

Propriétés viscoélastiques	91
Régime liquide	92
3.3.2. Analyse électrique	94
3.3.3. Structure.....	100
Boue non structurée	103
Boue structurée.....	103
4. Discussion.....	104
4.1. Impact croisé de la température et de la concentration.....	106
4.2. Synthèse.....	110
Chapitre 5. Développement d'outils de mesure spécifiques.....	114
1. Cellule de mesures diélectriques adaptée à un rhéomètre.....	115
1.1. Analyse de l'existant.....	115
1.1.1. Présentation du montage expérimental.....	115
1.1.2. Définition du problème.....	116
1.2. Géométrie de mesure	117
1.2.1. Effets de bord.....	117
1.2.2. Anneau de garde.....	120
Principe et plus-value.....	120
Dimensionnement de la géométrie.....	123
1.2.3. Conclusion	126
2. Banc de mesure en continu	126
2.1. Développement expérimental.....	127
2.2. Développement d'un analyseur d'impédance	128
Amplificateur d'instrumentation.....	129
Bootstrap.....	130
2.3. Montage avec réservoir.....	131
2.4. Montage en continu avec des systèmes de contrôle séparés	132
2.5. Conclusion.....	133
Chapitre 6. Conclusions et perspectives.....	136
Bibliographie.....	140
Sites internet.....	148
Annexes.....	150
1. Compensation des câbles.....	150
2. Réalisation des mesures d'impédance.....	151

Table des illustrations	154
1. Figures.....	154
2. Tableaux	158
Communications et articles associés	160

NOMENCLATURE

Principales grandeurs rhéologiques

τ	Contrainte
τ_c	Seuil d'écoulement
γ	Cisaillement
$\dot{\gamma}$	Déformation
η	Viscosité
μ	Viscosité infinie de Bingham
K	Consistance
G^*	Module viscoélastique
G'	Module élastique
G''	Module visqueux
δ	Déphasage

Principales grandeurs électriques

U	Tension
I	Courant
R	Résistance
C	Capacité
C_0	Capacité du vide
ρ	Résistivité
σ	Conductivité
ε	Permittivité absolue
ε_0	Permittivité du vide
ε_R	Permittivité relative
α	Polarisabilité
ω	Pulsation

Chapitre 1. INTRODUCTION

« Savoir c'est facile. C'est dire les choses qui est difficile. »

TOM BOOKER – L'HOMME QUI MURMURAIT A L'OREILLE DES CHEVAUX – 1998

Dans le contexte actuel du développement durable, la valorisation des déchets est au cœur des préoccupations environnementales. Cela vaut non seulement pour les ordures ménagères ou les déchets industriels, mais aussi pour les boues issues du traitement des eaux usées. En effet, celles-ci subissent des transformations physiques de leur production jusqu'à leur valorisation, agricole et/ou énergétique. Depuis les opérations rudimentaires d'homogénéisation jusqu'aux opérations plus sophistiquées de séchage et de pelletisation, les caractéristiques rhéologiques sont des paramètres essentiels pour la conduite des procédés et le dimensionnement des installations (pompage, malaxage, transport, écoulement, retournement, etc.).

Cependant, les boues résiduairees sont délicates à appréhender tant leur composition fluctue, notamment à cause des phénomènes de fermentation. Il est donc impossible d'essayer d'établir une corrélation directe entre composition et comportement rhéologique. De plus, à l'heure actuelle, il n'est pas possible d'avoir accès en temps réel aux caractéristiques rhéologiques des boues. La seule méthode fiable consiste à prélever un échantillon, le transporter (voire le stocker) et l'étudier au laboratoire : l'information n'est donc obtenue qu'*a posteriori* et non pas *a priori*. Enfin, du fait de la forte variabilité des produits et de leur complexité chimique, construire une gigantesque banque de données dans laquelle on relierait la composition de tous les produits à un comportement rhéologique particulier, s'avère à ce jour un objectif impossible à atteindre tant les interactions entre les différents constituants des boues sont complexes. Néanmoins, il reste nécessaire de quantifier ces propriétés rhéologiques pour régler ou dimensionner les outils et installations liés au traitement et à la valorisation des boues.

Dès lors, il apparaît opportun de définir une méthodologie fiable, permettant d'avoir une image instantanée de la composition des boues et que l'on pourrait corréliser à l'état de leur structure. Ainsi, à travers des descripteurs simples à mesurer, corrélables avec les caractéristiques rhéologiques, on s'affranchirait de l'analyse de la composition. Pour faire un parallèle avec les mathématiques, la composition définirait une matrice pour laquelle le(s) descripteur(s) serai(en)t le déterminant ou les valeurs propres.

Dans le cas des boues résiduairees, Forster (1982, 1983, 2002) a montré que la digestion anaérobie entraînait une évolution de la force ionique, alors qu'on observe dans le même temps une diminution des caractéristiques rhéologiques (Monteiro, 1997). De plus, la force ionique intervient directement dans le calcul des grandeurs diélectriques telles que la résistivité, qui peuvent être obtenues rapidement par des mesures non-destructives. Aussi, en dehors de toute sollicitation extérieure, les évolutions naturelles de la matière organique affectent les propriétés diélectriques. Elles peuvent donc apparaître comme représentatives de la composition et de la structure des matériaux.

Par ailleurs, sur des matériaux stables du point de vue biogéochimique, le cisaillement induit une variation des caractéristiques diélectriques avec de fortes similitudes dans les signaux rhéologiques et diélectriques (Bose, 2009 ; Abbasi, 2010 ; Lebœuf 2010) : la conductivité et la déformation de polymères ont des variations similaires pendant des essais de fluage. De manière plus générale, à composition constante, le cisaillement induit des modifications des propriétés rhéologiques (macrostructure) et diélectriques (microstructure).

Parallèlement, Dieudé-Fauvel et al. (2009) ont montré qu'il existait une relation univoque entre résistivité et viscosité lors du vieillissement des boues résiduaires. Les propriétés diélectriques sont donc modifiées à la fois par le vieillissement de la matière organique, mais également par le cisaillement engendré par l'application d'une sollicitation extérieure. Elles apparaissent donc comme un paramètre pertinent, complémentaire à la caractérisation rhéologique, permettant de s'affranchir de la caractérisation chimique.

En se basant sur ces travaux antérieurs et en les approfondissant, peut-on établir une matrice de corrélation, indépendamment de la nature, de la composition ou du degré de fermentation entre caractéristiques rhéologiques et diélectriques des matériaux ?

L'objectif de ce travail de recherche est d'approfondir les liens entre caractéristiques rhéologiques et diélectriques, et d'en déterminer les domaines de validité, en relation notamment avec la consistance de la boue (du liquide au solide cohésif).

Ce mémoire se divisera en quatre grandes parties. Dans un premier temps, une présentation de l'état de l'art sera faite : après avoir défini ce qu'est une boue résiduaire, cette partie reprendra les données antérieures concernant la caractérisation rhéologique des boues résiduaires, leurs propriétés électriques et leur corrélation. La deuxième partie sera consacrée aux matériels et méthodes utilisés lors de ce travail de thèse. La troisième partie présentera l'ensemble des résultats obtenus. Après avoir présenté les caractéristiques électriques et rhéologiques générales d'une boue, l'impact de la température et de la concentration solide sera plus particulièrement abordé. Enfin, le quatrième chapitre présentera des outils développés spécifiquement pour permettre de mesurer simultanément les propriétés électriques et rhéologiques des fluides complexes et qui sont également un des aboutissements de ces travaux.

Chapitre 2. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE – A PROPOS DE LA CARACTERISATION DES BOUES RESIDUAIRES

*« Mais qu'est-ce que c'est... Qu'est-ce que c'est que cette
matière ? »*

LE PHARMACIEN – LE PERE-NOËL EST UNE ORDURE – 1982

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

A l'heure actuelle, entre les toilettes, les douches, les vaisselles et autres lessives, chaque Français génère environ 150 litres d'eau usée qui une fois traités deviennent 10 litres par jour de boue liquide, à environ 4 grammes de matières sèches. Ramenée à l'ensemble de la population, la production dépasse les 60 000 mètres cubes par jour (l'équivalent de 670 semi-remorques). Les solutions d'élimination d'hier ne sont plus adaptées au contexte d'aujourd'hui, d'autant que les réglementations européennes imposent des traitements de plus en plus poussés, ce qui augmente d'autant les volumes de boues. La question de la gestion des boues devient de plus en plus prégnante.

Aujourd'hui, l'économie circulaire pousse à la valorisation des déchets parmi lesquels les boues d'épuration. Le corollaire de cette valorisation est l'augmentation des coûts d'exploitation et de fonctionnement des stations d'épuration : pour pérenniser les débouchés, il faut nécessairement optimiser les procédés, notamment en adaptant leur pilotage aux caractéristiques des matériaux.

Ainsi, de l'état de résidu sans valeur, les boues résiduaires ont désormais le statut potentiel de ressource potentiellement "à valeur ajoutée" et sont au centre d'attentions particulières pour lesquelles le besoin de méthodes de caractérisation se fait croissant. En effet, quelle que soit la filière de valorisation retenue (agricole ou énergétique), une succession de traitements, tels que brassage, pompage, transport, mélangeage, pressage sont mis en œuvre et nécessitent d'intégrer les caractéristiques des boues dans le dimensionnement et le pilotage des procédés. Cependant, la boue est un matériau difficile à appréhender tant sa composition, micro et macroscopique, est variable. Il n'en demeure pas moins que les gestionnaires de station d'épuration attendent des méthodes simples, rapides, faciles à implémenter sur site pour piloter les outils de traitement.

En pratique, la mise en œuvre des procédés de traitement fait fréquemment appel à la mécanique des fluides et aux propriétés d'écoulement des effluents. Dimensionnement et pilotage des installations s'appuient sur le comportement mécanique et notamment rhéologique des boues qu'il faut déterminer ou estimer rapidement. Cependant, la littérature démontre que la caractérisation rhéologique des boues est complexe, dépendant de nombreux facteurs micro et macroscopiques : il n'existe à l'heure actuelle aucune relation claire entre les paramètres rhéologiques et des caractéristiques propres à la boue, faciles à mesurer, permettant d'estimer les propriétés rhéologiques du matériau considéré. Pour combler ce manque, il apparaît indispensable de mieux connaître le matériau, notamment les propriétés physiques qui interviennent lors des procédés de traitement.

Sachant que la structure de la boue est intimement liée à la nature des ingrédients qui la composent, la question est de savoir s'il est possible de définir des indicateurs de la composition sans avoir recours à des analyses chimiques coûteuses et seulement représentatives de l'échantillon prélevé. Puisque les boues sont composées de sels dissous, de graisses, de microorganismes et de polymères, neutres et chargés, nous avons un édifice composé d'éléments électriquement conducteurs et isolants : son empreinte diélectrique pourrait donc être un indicateur de sa composition et donc de sa microstructure (Dieudé-Fauvel, 2007).

Ce premier chapitre, après avoir présenté ce qu'est une boue résiduaire, s'intéressera à la caractérisation des propriétés physiques des boues, et plus particulièrement des propriétés rhéologiques et électriques.

1. ORIGINE ET TRAITEMENT DES BOUES RESIDUAIRES

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

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

C'est donc un milieu vivant très complexe et très évolutif : le processus de fermentation modifie continuellement la composition chimique de la boue (Baudez, 2001).

1.1. TRAITEMENT DES EAUX USEES

La dépollution des eaux usées débute par le prétraitement qui consiste à retirer les éléments de grande taille et à recueillir la majeure partie des matières grasses. Ce sont les opérations de dégrillage, dessablage et déshuilage-dégraissage.

L'étape suivante est le traitement primaire, par décantation : les particules les plus lourdes décantent et sont récupérées par un raclage périodique du fond du bassin. Environ 70 % des particules en suspension sont récupérées.

Ensuite a lieu le traitement secondaire, qui peut se faire soit par voie physico-chimique soit par voie biologique. Le traitement biologique par boues activées est le plus répandu. L'effluent est mis en contact avec des microorganismes grâce à une injection d'air qui induit un brassage dans le bassin d'aération. Ces microorganismes en suspension vont consommer la pollution carbonée pour satisfaire leurs besoins de croissance et énergétique, en libérant majoritairement du dioxyde de carbone et de l'eau.

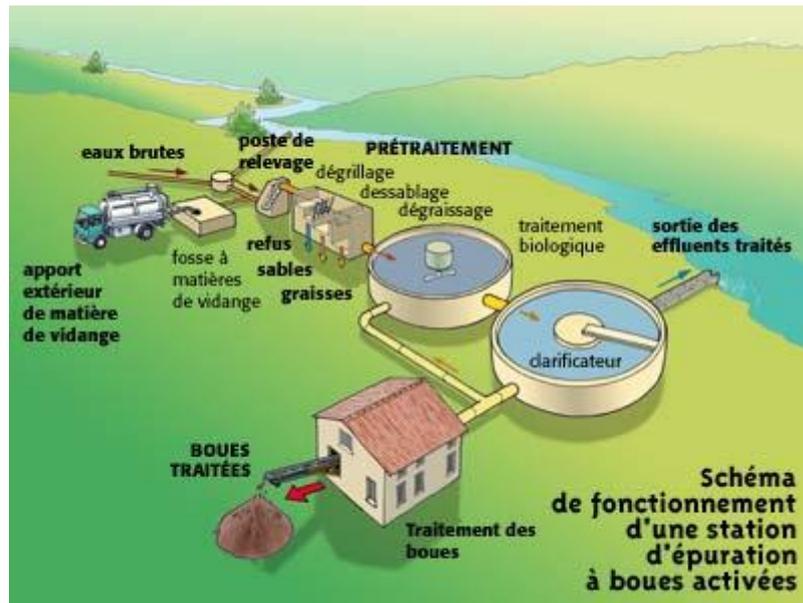


Figure 2-1 Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration (Source ADEME).

A l'issue du traitement biologique l'eau épurée est séparée des agrégats bactériens. La biomasse, formée par ces agrégats est ensuite envoyée dans la filière boue, pour être traitée à son tour.

1.2. FILIERE BOUES

Les filières de traitement des boues ont plusieurs finalités. En premier lieu elles ont pour but une réduction des volumes de boues produits pour permettre leur élimination à moindre coût économique et environnemental. Des étapes de stabilisation (visant à réduire les nuisances olfactives et à produire du biogaz) et d'hygiénisation peuvent ensuite être mises en œuvre.

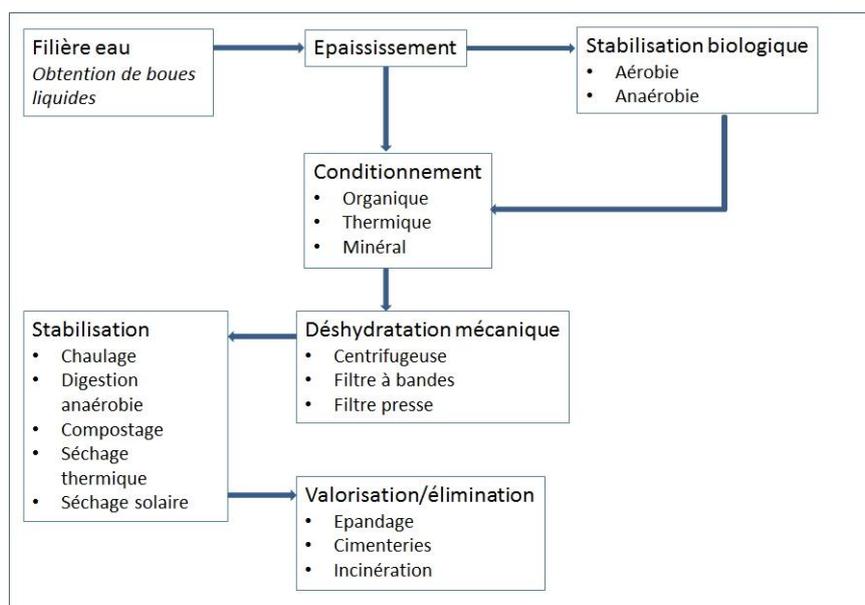


Figure 2-2 Schéma de fonctionnement type de la filière boues.

Ainsi, le traitement des boues vise à atteindre deux objectifs majeurs (Degrémont, 2005) :

- La réduction du pouvoir fermentescible des boues : on parlera de stabilisation
- La réduction des volumes : il s'agira d'éliminer l'eau plus ou moins liée aux matières solides.

1.2.1. Epaissement

Comme son nom l'indique, l'étape d'épaissement permet de commencer à concentrer les matières solides, sachant que les boues issues de la filière eau ont une concentration solide généralement comprise en 2 et 15g/L (Degrémont, 2005). La boue résultante reste fluide, donc pompable, mais suffisamment concentrée pour permettre la réalisation des procédés suivants.

L'épaissement a un impact fort sur la logistique de la station d'épuration puisqu'il permet de réduire la taille des bassins de stabilisation biologique ainsi que la consommation énergétique de l'étape de déshydratation mécanique.

En pratique, deux procédés majeurs peuvent être mis en œuvre : l'épaissement par décantation gravitaire ou épaissement statique, et l'épaissement dynamique, qui s'appuie sur des énergies mécaniques extérieures (filtration, centrifugation, etc.).

1.2.2. Conditionnement

Le conditionnement est un processus qui a recours à des adjuvants chimiques voire physiques. Il consiste à modifier la structure de la boue pour faciliter l'étape de déshydratation mécanique. La réussite de cette dernière, dépend de la facilité à séparer l'eau contenue dans les boues des matières solides en suspension. Le conditionnement sert donc à casser la cohésion colloïdale de la boue de façon à libérer plus facilement l'eau qu'elle contient.

On retrouve trois types de conditionnement :

- Minéral : les réactifs utilisés sont des sels de fer ou d'aluminium, ou encore de la chaux. Ces réactifs sont plus adaptés à la déshydratation par filtre-pressé car ils conduisent à l'obtention de floes fins mais mécaniquement résistants (Degrémont, 2005).
- Organique : il s'agira ici d'utiliser des polyélectrolytes de synthèse, molécules à haut poids moléculaire, permettant d'obtenir des floes volumineux, bien différenciés, plus ou moins résistants aux efforts de cisaillement. Le choix du polymère dépendra du mode de déshydratation choisi et donc du type de floes recherché.
- Conditionnement thermique : cette méthode consiste à chauffer les boues à une température suffisamment élevée (180-200°C) pour détruire la structure colloïdale de la boue. Certaines matières en suspension sont alors solubilisées et d'autres précipitent.

1.2.3. Déshydratation

La déshydratation mécanique des boues est l'étape clé de réduction des volumes. Elle se fait le plus fréquemment via un des trois systèmes suivants : filtre-presse, filtre à bandes, centrifugeuse.

Filtres à bandes

Ce procédé est ancien et tend à être de moins en moins utilisé car moins performant que les deux autres. Pourtant, il reste le moins énergivore des trois.

La filtration par filtre à bandes consiste à compresser la boue entre deux bandes, des toiles filtrantes, qui passent au travers d'une succession de rouleaux, en expulsant l'eau. En sortie, la boue présente une siccité de l'ordre d'une quinzaine de pourcents.

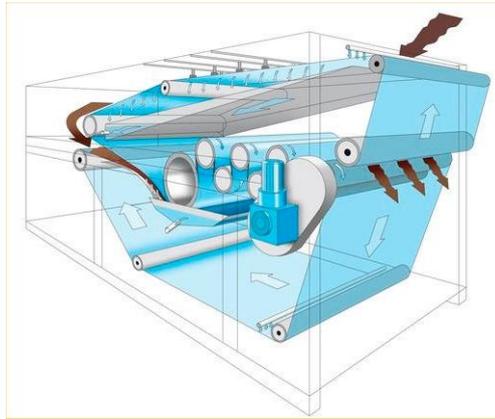


Figure 2-3 Filtre à bandes (www.directindustry.fr).

Centrifugation

Les centrifugeuses utilisables pour le traitement des boues sont des décanteuses continues à bol cylindro-conique d'axe horizontal (Degrémont, 2005).

La boue est introduite dans la centrifugeuse à l'intérieur de laquelle elle est répartie de façon spécifique. Sous l'effet de la force centrifuge, les particules lourdes décantent et se déposent contre la paroi intérieure du bol puis sont raclées par une vis convoyeuse et acheminées vers la partie conique de la machine.

Les centrifugeuses haute-pression sont désormais les plus utilisées pour le traitement des boues. Elles permettent d'obtenir des siccités assez élevées comprises entre 15 et 35% selon la zone de la centrifugeuse (20-25% en moyenne).

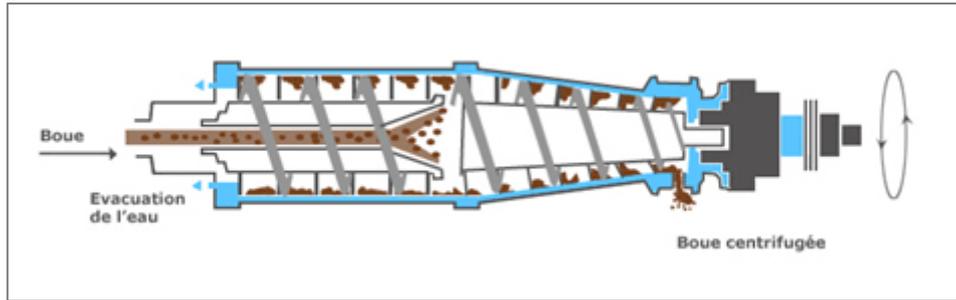


Figure 2-4 Schéma d'une centrifugeuse (www.deshydratation-boues.com).

Filtre-presse

La filtration par filtre-presse est un procédé discontinu qui permet aujourd'hui d'obtenir les siccités les plus élevées en termes de déshydratation mécanique des boues résiduaires (30 à 35%). La filtration s'effectue sous pression, dans des chambres étanches (généralement, des plateaux-membranes). A la fin de chaque cycle, le filtre doit être débâti afin de récupérer les gâteaux de boue déshydratée.

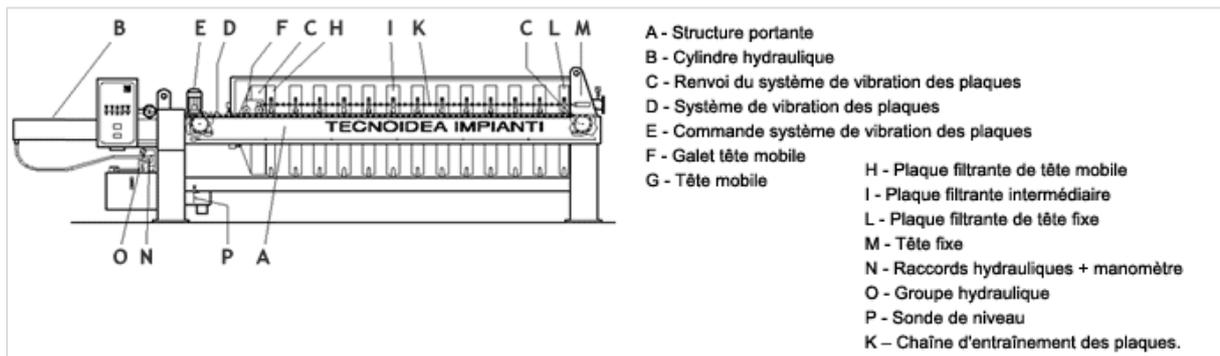


Figure 2-5 Filtre-presse (www.tecnoidea.it).

1.2.4. Stabilisation

L'étape de stabilisation peut survenir à différents moments de la filière boues. La stabilisation biologique ne peut être mise en œuvre que sur des boues dont la teneur en matières biodégradables est importante (au moins la moitié de matières sèches), autrement dit :

- Les boues primaires, issues de la décantation des eaux usées
- Les boues biologiques, boues issues du lavage des biofiltres ou boues de lits bactériens
- Les boues mixtes, mélange de boues primaires et biologiques
- Les boues d'aération prolongée ou boues activées
- Remarque : on parlera de boue fraîche avant stabilisation et de boue stabilisée après traitement, voire de boue digérée après digestion anaérobie.

Stabilisation aérobie

Le stockage aéré des boues n'est pas considéré comme une stabilisation aérobie en tant que telle. Celle-ci se fera dans des conditions plus spécifiques, en condition mésophile ou thermophile.

En présence d'oxygène, les bactéries présentes dans la boue consomment une partie de sa matière organique, ce qui permet d'en réduire partiellement le taux. Les conditions techniques (temps de séjour, besoin en dioxygène), dépendent du type de boue à stabiliser.

La digestion aérobie thermophile (entre 45 et 60°C) est semblable au compostage de matières solides. Elle est souvent couplée à de la digestion anaérobie.

Digestion anaérobie

Dans le contexte économique et environnemental actuel, le procédé de digestion anaérobie, communément appelé méthanisation, est en pleine expansion. En effet, non seulement la fermentation méthanique a un fort pouvoir de destruction cellulaire – ce qui permet l'élimination d'une partie de la matière organique contenue dans les boues – mais elle s'accompagne de la production de biogaz, qui constitue une énergie renouvelable utilisable directement (chauffage) ou pour la cogénération d'électricité. Cette étape de digestion anaérobie pourra se positionner en amont du conditionnement ou après la déshydratation mécanique. La digestion anaérobie se fait en conditions mésophiles, thermophiles, ou en associant les deux modes de fonctionnement, pour optimiser le rendement de biogaz. Des prétraitements peuvent également être envisagés afin d'accroître la rentabilité du processus.

Stabilisation chimique : le chaulage

Le chaulage consiste à ajouter de la chaux à la boue, qui peut être soit liquide soit déshydratée. Dans le cas des boues déshydratées, quand on leur ajoute de la chaux vive, celle-ci réagit avec l'eau contenue dans la boue pour former de la chaux éteinte. La réaction est exothermique. Cette opération permet de réduire la teneur en eau de la boue, d'une part en raison de l'eau consommée pour réagir avec la chaux, d'autre part sous l'action de l'ajout de la chaux en tant que telle. L'opération a un double effet hygiénisant lié à :

- l'augmentation de pH liée au pouvoir alcalinisant de la chaux
- l'augmentation de température liée à la réaction entre l'eau et la chaux.

Ces deux processus permettent d'éliminer les bactéries. Ainsi, au final, la boue est plus structurée, ce qui la rend plus facile à manipuler et stabilisée sur le plan biologique, ce qui permet de la stocker sans reprise de fermentation.

Lorsque les boues sont liquides, le chaulage se fait en amont de l'étape de déshydratation (par filtre-pressé). L'effet stabilisant de la chaux est alors plus limité que pour les boues déshydratées.



Figure 2-6 Stabilisation des boues : boues chaulées (Irstea), séchoir rotatif (Berlie-Falco), digesteur (Graincourt, Apro Industrie), aire de compostage de boues (Valterra).

Séchage

Le séchage thermique constitue également une voie de stabilisation et de réduction des volumes de boues résiduaires. Du fait des limites techniques de la déshydratation mécanique, cette étape est souvent nécessaire à la réduction des volumes de boue produits. Il s'agit d'éliminer l'eau liée par évaporation, ce qui nécessite la création d'un gradient de température entre la surface extérieure des grains ou floccs constituant la boue et le cœur de ceux-ci. Lors de ce processus, la vapeur d'eau formée à cœur diffuse vers la couche superficielle, dite couche limite. L'énergie à mettre en œuvre est la somme de la chaleur latente et de l'énergie de liaison de cette eau (faible devant la précédente) (Degrémont, 2005).

Sur le plan technique, on trouve des sécheurs indirects dans lesquels le transfert de chaleur se fait au travers d'une surface d'échange métallique, des sécheurs directs (transfert via un fluide caloporteur) et des sécheurs mixtes.

En parallèle, le séchage solaire, lui, nécessitera à la fois suffisamment de surface et une météo adaptée, ainsi que des installations spécifiques permettant d'optimiser le procédé.

Compostage

Le compostage est une fermentation contrôlée consistant à transformer les matières organiques par voie aérobie et à former des composés humiques et pré-humiques stables. L'aération ne peut être efficace que si le milieu est perméable à l'air. Les boues déshydratées ayant souvent une très faible porosité, il est indispensable de leur apporter un agent de foisonnement généralement représenté par le support carboné.

Le compostage de boues résiduaires urbaines conduit à la production d'un amendement organique humifié, hygiénisé et commercialisable. Toutefois, vu le coût d'investissement et d'exploitation des plateformes, le compostage des boues reste encore relativement peu développé.

2. COMPOSITION ET STRUCTURE

Comme présenté ci-dessus, il existe différents types de boues résiduaires, en fonction du type de traitement qu'elles ont subi. Leur point commun est qu'elles sont

toutes composées de particules, microorganismes, colloïdes, polymères organiques et cations, (Jorand et al, 1995) dont les proportions varient selon l'origine et l'âge de la boue.

2.1. COMPOSITION

2.1.1. L'eau dans les boues

L'eau est le composé majeur commun à toutes les boues, dont la teneur varie au cours des différentes phases du traitement. D'un point de vue physico-chimique, toute l'eau contenue dans les boues n'a pas les mêmes propriétés. En effet, l'eau interagit avec la matière qui l'entoure, et l'on distingue ainsi différentes classes d'eau en fonction de ces interactions.

Leur définition a fait l'objet de nombreuses recherches (Vesilind, 1994 ; Colin et Gazbar, 1995 ; Smith et Vesilind, 1995 ; Wu et al, 1998 ; Vaxelaire, 2001 ; Yen et Lee, 2001). D'une manière générale, tous s'accordent pour distinguer l'eau « libre » de l'eau non-libre encore appelée eau « liée ». Plusieurs méthodes ont été proposées pour différencier l'eau libre et non-libre dans les boues (dilatométrie, calorimétrie à balayage différentielle, ...). Les résultats obtenus montrent que la notion d'eau liée et les teneurs mesurées sont étroitement dépendantes de la technique employée (d'après Dieudé-Fauvel, 2007 et Raynaud, 2010).

Vesilind (1994) propose une classification plus détaillée des différents types d'eau présents dans les boues :

- Eau libre : c'est la part de l'eau la plus importante dans une boue liquide et est non associée aux particules solides en suspension (pas d'influence de ces dernières). Elle peut être éliminée par drainage, épaissement ou déshydratation mécanique.
- Eau interstitielle : elle est emprisonnée dans les fissures et espaces interstitiels. Elle peut également être retenue dans les floccs, voire dans les structures de cellules microbiennes, et devenir libre si ils sont détruits (par une énergie mécanique suffisante). L'effet des surfaces solides n'est pas clair, mais les résultats suggèrent qu'une partie de cette eau ne se comporte pas physiquement comme de l'eau libre. Elle est également qualifiée par d'autres auteurs d'eau liée mécaniquement.
- Eau vicinale : il s'agit de plusieurs couches de molécules d'eau liées à la surface des particules solides par des ponts hydrogène (ou présentes dans les cellules). Ces forces agiraient sur courte distance, mais seraient très intenses près de la surface, engendrant l'apparence de molécules très structurées. Contrairement à l'eau interstitielle qui est libre de bouger lorsque le confinement physique est éliminé, l'eau vicinale (encore appelée eau liée physiquement) continue d'adhérer à la surface.
- Eau d'hydratation : elle est liée chimiquement aux particules et éliminée uniquement par des dépenses (fortes) d'énergie thermique.

2.1.2. Matières solides

La composition de la phase solide peut être extrêmement variée. Les matières organiques représentent 50 à 70% des matières sèches (ADEME). On distingue des fibres, lipides, protéines, polysaccharides, acides nucléiques. A cela s'ajoutent divers ions et métaux lourds, ainsi qu'une microflore très diversifiée (d'après Dieudé-Fauvel, 2007).

La population microbienne présente dans les boues peut être extrêmement variée, et de nombreuses différences ont été observées selon leur origine (Schmid et al, 2003). Par microscopie, Jorand et al (1995) ont montré qu'il pouvait s'agir notamment de protozoaires et de bactéries. Dans la mesure où les boues sont activées, la population microbienne présente peut être aérobie ou anaérobie.

A partir de souches isolées de boues activées, Jorand et al (1995) ont montré que les bactéries peuvent être Gram négatif aux propriétés de surface hydrophiles, ou Gram positif aux propriétés de surface hydrophobes. On peut donc globalement considérer la majeure partie des microorganismes des boues comme des corps chargés pouvant interagir avec le milieu et en influencer la structure (Dieudé-Fauvel, 2007 et Raynaud, 2010).

2.2. STRUCTURE

2.2.1. Structure des floccs

La structure des boues a été explorée par le biais de diverses techniques, parmi lesquelles : la microscopie (Chu et Lee, 2004 ; Dieudé-Fauvel et Dentel, 2011), la microtomographie (Léonard, 2003), la sonication et la granulométrie laser (Jorand et al., 1995 ; Forster, 2002), la décantation (Chung et Lee, 2003 ; Wu et al. 2002), ou encore la diffusion de la lumière (Wu et al., 2002).

Les floccs sont l'élément de base de l'architecture des boues (Figure 2-7). Ils résultent de l'agrégation des principaux constituants présents dans les boues (microorganismes, particules, polymères et cations). Les différents travaux réalisés aboutissent à la conclusion selon laquelle les floccs présentent plusieurs niveaux de structuration (notion de dimension fractale) (Wu et al., 2002 ; Jorand et al., 1995) :

- Des particules primaires
- Des particules secondaires ou micro-floccs : structure locale
- Une structure tertiaire formée de particules secondaires liées entre-elles par des exopolymères : structure globale (Figure 2-8).

Ainsi, les floccs constituent des réservoirs d'eau, qui s'y trouve sous les différentes formes évoquées précédemment (Vesilind, 1994).

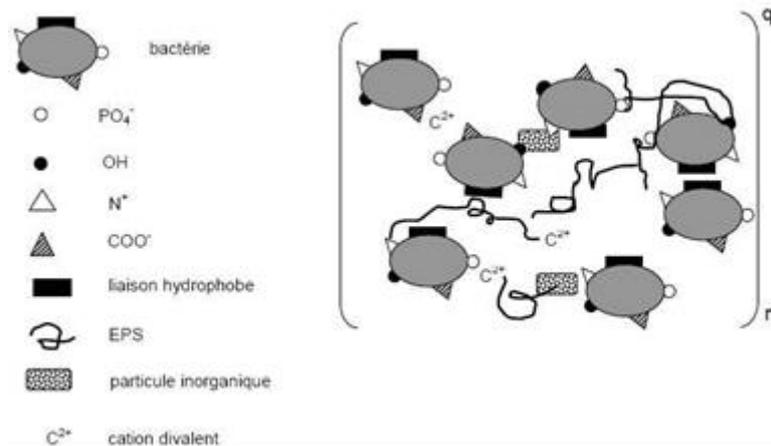


Figure 2-7 Représentation schématique d'un floccule de boue activée (Urbain et al., 1993).

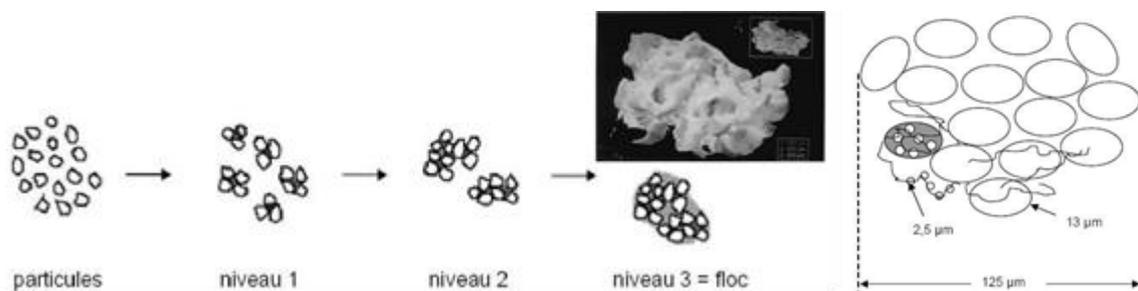


Figure 2-8 Différents niveaux de structure des floccules de boue (Turchiuli et Fargues, 2004 ; Zartarian et al., 1997 ; Raynaud, 2010).

2.2.2. Les différentes interactions

Plusieurs forces interviennent dans les interactions existantes. De nature et d'énergie différentes (mouvement brownien, forces de Van der Waals, interactions électrostatiques, liaisons hydrogène et hydrophobes), elles ont un impact majeur sur le comportement des boues.

Mouvement brownien et gravité

On appelle mouvement brownien, le mouvement incessant de particules microscopiques en suspension dans un liquide ou dans un gaz, dû à l'agitation thermique des molécules du fluide. Il est d'autant plus important que la taille des particules est petite et de ce fait pourrait jouer un rôle non négligeable dans l'étude des boues, notamment par la présence de colloïdes.

Forces d'interaction interparticulaires

- Forces de Van der Waals : ce sont des forces qui résultent de différentes interactions attractives moléculaires. Elles augmentent avec le nombre d'électrons et donc avec la taille des molécules.
- Interactions électrostatiques : ces interactions sont présentes dans les matériaux contenant des ions (solutions d'acides, bases, sels, polyélectrolytes (polymères chargés), suspensions colloïdales avec particules chargées ou

micelles). Elles font intervenir les charges de surface des particules. Ce sont des forces répulsives.

- Théorie DLVO : lorsque la gravité ne joue plus un rôle important, le comportement d'une suspension est contrôlé par des interactions attractives et répulsives. Ainsi, la force totale entre deux surfaces peut être estimée par la somme des forces de Van der Waals et des contributions électrostatiques, aboutissant à la théorie DLVO (Derjaguin et Landau, 1941 ; Verwey et Overbeek, 1948) sur les interactions de surface et la stabilité colloïdale (tendance à l'agrégation ou au contraire, la stabilisation d'une suspension colloïdale).

Liaison hydrogène

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

Interactions hydrophobes

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

Ainsi, les boues constituent un milieu complexe dont la composition et la structure sont difficiles à analyser. Néanmoins, on peut plus simplement les considérer comme de l'eau dans laquelle des matières organiques et des matières minérales sont en suspension, à des concentrations plus ou moins importantes. Lorsque le milieu est très dilué, les interactions hydrodynamiques prédominent et la consistance des boues est directement corrélée à leur concentration solide. Par contre, quand la teneur en matières sèches augmente, la complexification du milieu est telle que la seule teneur en eau (ou matières sèches) ne suffit plus à expliquer leur consistance (Dieudé-Fauvel, 2007 et Raynaud, 2010).

3. PROPRIETES PHYSIQUES DES BOUES RESIDUAIRES

Avant déshydratation, les boues sont majoritairement composées d'eau (plus de 95%) et le reste est constitué de matières organiques et de bactéries qui s'agglomèrent pour former des floes (Vesilind, 1994). Cette courte description pose la classique définition chimique des boues : comme déjà évoqué, il s'agit d'un mélange hétérogène de particules, microorganismes, colloïdes, polymères organiques et cations, en suspension dans un liquide (Jorand et al, 1995).

Cependant, d'un point de vue plus physique, les boues peuvent être considérées comme des particules interactives en suspension : les bactéries sécrètent des polymères extra-cellulaires (PEC) qui leur permettent de s'adsorber à la matière organique (Wingender et al., 1999). Ces PEC sont des polymères fortement chargés qui

interagissent également avec l'eau à la manière des gels (Keiding et al., 2001 ; Sutherland, 2001). De manière générale, les floccs sont essentiellement chargés négativement (Jia et al., 1996 ; Liao et al., 2001), à la manière des suspensions colloïdales.

Ces charges de surface et les interactions induites confèrent aux boues des propriétés mécaniques et rhéologiques spécifiques qu'il convient de maîtriser pour optimiser la conduite des procédés de traitement (O'Neil, 1985).

Cependant, le comportement rhéologique des boues résiduaires est délicat à appréhender tant leur composition fluctue, notamment à cause des phénomènes de fermentation mais aussi en fonction de l'origine de ces biomatériaux. En pratique, cela rend impossible la détermination d'une corrélation directe entre composition et comportement mécanique. De même, la teneur en matières sèches ne permet pas de déduire le comportement rhéologique du matériau.

De plus, à l'heure actuelle, il n'est pas possible d'avoir accès en temps réel aux caractéristiques rhéologiques d'un matériau alors que la pertinence de telles mesures était soulignée dès 1982 par Campbell et Crescuolo. La seule méthode fiable consiste à prélever un échantillon, le transporter (voire le stocker) et l'étudier au laboratoire : l'information n'est donc obtenue qu'a posteriori et non pas a priori. Qui plus est, le matériel nécessaire à la réalisation de ces mesures nécessite un savoir-faire spécifique et est souvent onéreux. Des outils de terrain, comme le slump test (Baudez et al., 2002), ont été développés spécifiquement mais leur potentiel reste limité. Enfin, du fait de la forte variabilité des produits et de leur complexité chimique, construire une gigantesque banque de données dans laquelle on relierait la composition de tous les produits à un comportement rhéologique particulier, s'avère à ce jour un objectif irréalisable. Pourtant, il reste nécessaire de quantifier ces propriétés rhéologiques pour régler ou dimensionner les outils et installations liés à la valorisation des nombreux effluents organiques.

Dès lors, il apparaît opportun de définir une méthodologie fiable, permettant d'avoir une image instantanée de la composition des biomatériaux et que l'on pourrait corréler à l'état de leur structure. Ainsi, à travers de descripteurs simples à mesurer, corrélables avec les caractéristiques rhéologiques, on s'affranchirait de l'analyse de la composition. Pour faire un parallèle avec les mathématiques, la composition définirait une matrice pour laquelle le(s) descripteur(s) serai(en)t le déterminant ou les valeurs propres.

De plus, l'objectif final étant de pouvoir réaliser des mesures in-situ, il faut également prendre en compte les possibilités d'adaptation au terrain de la technique choisie. Des travaux antérieurs (Dieudé-Fauvel, 2007) ont montré que la spectroscopie d'impédance diélectrique répond à ces critères. Comme les mesures rhéologiques, les mesures diélectriques sont sensibles à la teneur en eau, à celle en matières grasses et autres macromolécules. Non destructrices, elles sont également adaptables en ligne lors de la conduite de divers procédés et permettent de réaliser des mesures rapides.

3.1. COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES BOUES RESIDUAIRES

Comme l'énoncent Couarraze et Grossiord (1991), « tout système mécanique obéit à une équation fondamentale qui établit une relation entre les grandeurs dynamiques responsables du mouvement et les grandeurs cinématiques décrivant ce mouvement ».

Concernant les boues résiduaires, les ingénieurs et techniciens ont longtemps eu une approche simplificatrice en considérant le matériau comme étant Newtonien, ce qui reste techniquement acceptable pour des concentrations de l'ordre de quelques grammes par litre (Sanin, 2002).

Cependant, avec l'intensification des traitements et une augmentation de la charge organique dans les boues, cette hypothèse n'est désormais plus valide. La modélisation et le dimensionnement des installations de traitement requièrent aujourd'hui de prédire correctement les paramètres hydrodynamiques à prendre en compte et donc les caractéristiques rhéologiques des boues, d'autant que celles-ci évoluent avec les traitements effectués (Lotito et al., 1997).

Ainsi, depuis les travaux exploratoires de Colin (1970), Bhattacharya (1981), Campbell et Crescuollo (1982), la rhéologie est apparue comme un outil efficace pour estimer la viscosité des boues. Depuis maintenant une quinzaine d'années, les recherches se sont également focalisées sur une définition plus précise des caractéristiques solides et visqueuses. De nombreux travaux ont été publiés sur la rhéologie des boues résiduaires (Baudez, 2001 ; Slatter, 2004 ; Seyssiecq et al., 2003 ; Ratkovich et al., 2013) et tous ces travaux soulignent que le caractère non-Newtonien des boues au-delà de 30g/l est associé à l'existence de structures solides induisant des comportements à la fois visqueux, en régime liquide et viscoélastiques, en régime solide, selon l'intensité du cisaillement appliqué.

3.1.1. Définitions

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

Dans toute la suite, on considèrera le cas simple d'un mouvement laminaire. Dans ce cas de figure, on définira deux grandeurs physiques :

- La déformation définie comme le mouvement relatif de couches infiniment minces les unes par rapport aux autres. Elle sera notée γ
- La contrainte de cisaillement, définie par le rapport des forces appliquées par unité de surface. Elle sera notée τ .

On distinguera également deux grands types de déformation :

- Si le matériau se déforme indéfiniment sous l'action d'une contrainte, même faible, alors c'est un liquide, et on cherchera à relier la contrainte à la vitesse de déformation, notée $\dot{\gamma}$ qui est la dérivée de la déformation par rapport au temps
- Si la déformation est limitée, même sous l'action de contraintes fortes, alors le matériau sera considéré comme solide. Dans ce cas, on cherchera à relier la contrainte à la déformation.

Pour illustrer notre propos, considérons deux surfaces planes, l'une au repos, l'autre animée d'un déplacement parallèle à la première. Sous l'effet de ce cisaillement, le matériau entre les deux surfaces s'écoule en couches planes, parallèles entre elles, animées de vitesses différentes qui varient continûment entre 0 pour la couche au contact de la surface fixe et V pour la surface mobile (d'après Grossiord et Quemada, 2001). Dans ce cas, la vitesse de déformation s'écrira $\dot{\gamma} = V/e$.

La viscosité sera quant à elle définie par $\eta = \tau/\dot{\gamma}$

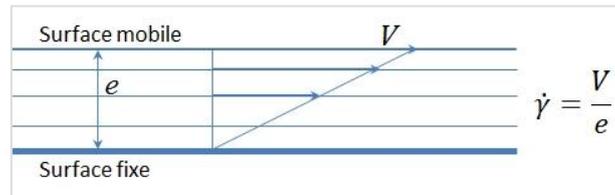


Figure 2-9 Mouvement de cisaillement entre deux surfaces planes.

Dans le cas des matériaux liquides, l'analyse de la viscosité va permettre d'approfondir les propriétés du fluide considéré (Figure 2-10) :

- Si la viscosité est constante et indépendante de la vitesse de cisaillement, le matériau sera Newtonien
- Si la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augmente, le matériau sera rhéofluidifiant (ou pseudoplastique)
- A l'inverse, si la viscosité augmente lorsque la vitesse de cisaillement augmente, le matériau sera rhéopaississant (ou dilatant).

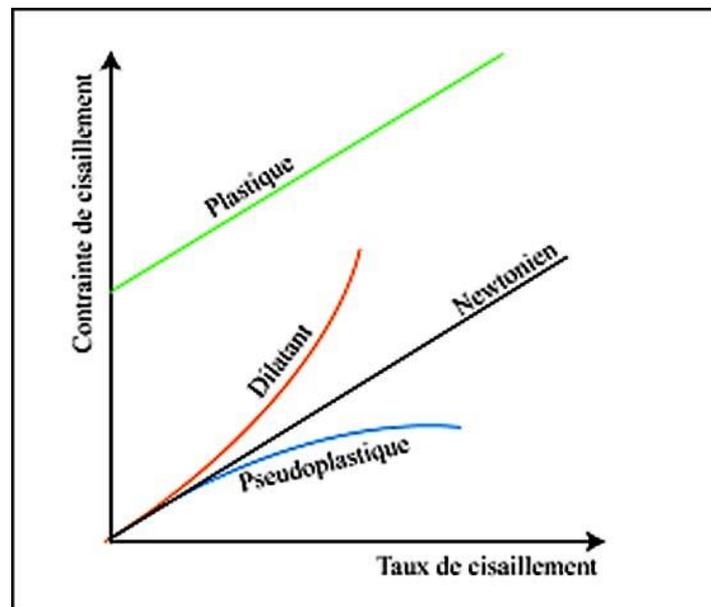


Figure 2-10 Principaux rhéogrammes (d'après Millet et Weiss, 2009).

Dans de nombreux cas, les matériaux ne sont ni toujours liquides, ni toujours solides : ils présentent les deux caractéristiques, selon l'intensité ou la durée de la

contrainte appliquée. On parlera alors de seuil de contrainte, avec un comportement viscoélastique ou plastique sous le seuil et visqueux au-delà.

La viscoélasticité se définit par la coexistence des comportements élastique (solide) et visqueux (liquide) : une partie de l'énergie fournie au système par l'application de la contrainte se dissipe progressivement tandis que l'autre partie est conservée.

Deux grandeurs fondamentales de la rhéologie dynamique sont utilisées pour caractériser la viscoélasticité des matériaux. En référence aux notions d'énergie emmagasinée et dissipée, ces grandeurs seront définies comme étant le module de conservation ou module élastique G' et le module de perte ou module visqueux G'' (Grossiord et Quemada, 2001) :

$$G' = G^* \cos\delta$$

$$G'' = G^* \sin\delta$$

Où δ est le déphasage entre la contrainte et la déformation de cisaillement et $G^* = \tau_0/\gamma_0$, τ_0 et γ_0 étant les amplitudes maximales de la contrainte et de la déformation.

On considère également la tangente de perte $\tan\delta = G''/G'$ pour illustrer le caractère viscoélastique. Lorsque $\tan\delta > 1$, l'énergie reçue est majoritairement dissipée tandis que lorsque $\tan\delta < 1$, l'énergie reçue est majoritairement stockée.

3.1.2. Le comportement liquide des boues résiduaires

Plusieurs modèles issus de la littérature (Tableau 1) ont été utilisés pour décrire l'écoulement non-Newtonien des boues, depuis la simple loi de puissance (Kurath et Larson, 1990 ; Moeller et Torres, 1997 ; Wu et al., 2011) jusqu'au modèle de Herschel-Bulkley (Slatter, 1997 ; Baudez, 2001), en passant par le modèle de Bingham (Sozanski et al., 1997 ; Guibaud et al., 2004 ; Mu et Yu, 2006).

Modèle rhéologique	Equation
Loi de puissance	$\tau = K\dot{\gamma}^n$
Bingham	$\tau = \tau_B + \mu\dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_Y + k\dot{\gamma}^n$

Tableau 1 Equations des principaux modèles rhéologiques utilisés pour décrire l'écoulement des boues résiduaires.

Récemment, Khalili-Garakani et al. (2011) ont utilisé plusieurs modèles pour décrire le comportement rhéologique d'une même boue à différentes concentrations : un modèle de Bingham pour les échantillons les plus dilués et un modèle de Herschel-Bulkley pour les plus concentrés.

De la même manière, Martin et al. (2011) ont montré que le modèle de Bingham était particulièrement adapté pour modéliser le comportement rhéologique des boues aux vitesses de cisaillement élevées, alors que dans ces gammes de vitesse, la loi de puissance aboutit à une incohérence physique puisque la viscosité apparente peut devenir inférieure à celle de l'eau (Baudez et al., 2011). De plus, Baudez (2008) a montré que la structure des boues se reconstruisait aux faibles vitesses de cisaillement, indiquant l'existence d'un seuil, parfois difficilement mesurable, même aux plus faibles concentrations.

Ainsi, les boues semblent présenter une structure solide aux basses contraintes et tendre vers un plateau de viscosité aux contraintes élevées, la transition entre ces deux régimes pouvant se modéliser par une loi de puissance. C'est le constat établi par Baudez et al. (2011) qui ont simplement fusionné les modèles de Herschel-Bulkley et de Bingham en une seule équation permettant de représenter le comportement rhéologique des boues sur une large gamme de contrainte ou de vitesse :

$$\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n + \mu\dot{\gamma}$$

Où τ_c représente le seuil d'écoulement (plus petite contrainte à appliquer pour initier l'écoulement), K la consistance, n l'indice de consistance et μ la viscosité (infinie) de Bingham.

De nombreux auteurs ont ensuite cherché à relier les paramètres des modèles rhéologiques à des caractéristiques intrinsèques à la boue, notamment la concentration solide. On trouve ainsi de nombreuses références (Mori et al., 2006 ; Moreau et al., 2009 ; Grant Allen et Robinson, 1990) qui établissent des corrélations entre respectivement la consistance K ou l'indice de puissance n et la concentration solide.

Cependant, Baudez (2001) et Baudez et al. (2004 ; 2011) ont révélé des similitudes dans les comportements rhéologiques des boues de concentration et d'origine différentes, aboutissant à l'établissement de courbes maîtresses. L'existence d'une courbe maîtresse indique que les courbes d'écoulement ont la même courbure et donc le même indice de puissance et permet également de mettre en évidence que le comportement rhéologique des boues résiduaires, en régime liquide, ne dépend que de deux variables : le seuil de contrainte et la viscosité infinie.

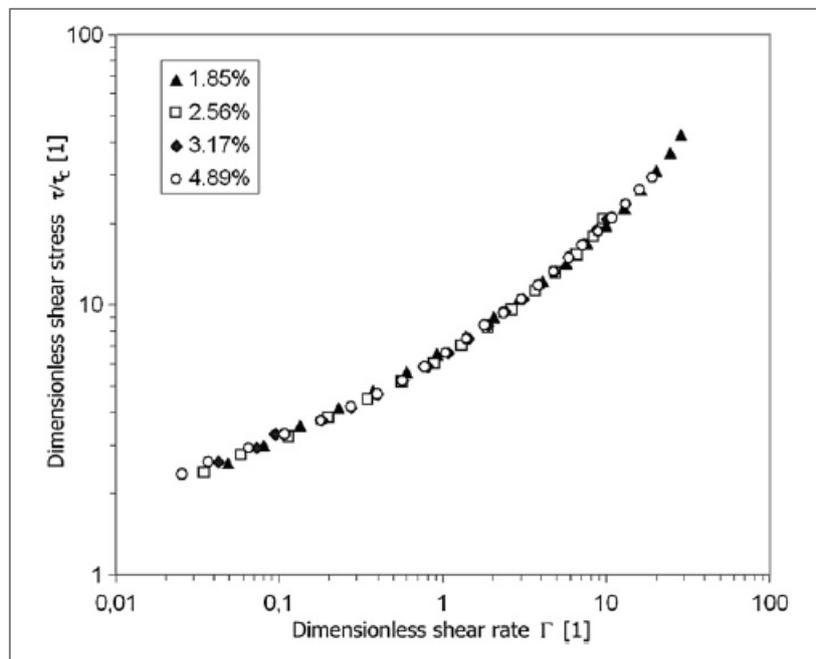


Figure 2-11 Courbe maîtresse illustrant l'écoulement de boues digérées de concentration différente (d'après Baudez et al., 2011).

Cette conclusion fait écho aux résultats de Baudez et Coussot (2001) qui ont suggéré que le comportement rhéologique des boues se définissait comme une compétition entre les interactions hydrodynamiques, de type fluide-particule et les interactions solides, de type particule-particule. Ces dernières gouvernent le régime solide.

3.1.3. Comportement rhéologique des boues en régime solide

En pratique, puisque les praticiens sont confrontés à des difficultés de mélange ou de pompage des boues, ce sont essentiellement les caractéristiques d'écoulement des boues qui retiennent l'attention des chercheurs (Lolito et al., 1997 ; Slatter, 1997 ; Chaari et al., 2003 ; Mori et al., 2006 ; Pevere et al., 2006). Néanmoins, certains auteurs ont porté une attention à leurs caractéristiques solides, notamment parce qu'elles expliquent les zones mortes dans les réacteurs ou les bouchages dans les canalisations.

La connaissance des caractéristiques solides permet également de déterminer l'énergie minimale à fournir au système pour initier un écoulement.

Si la contrainte appliquée aux boues est inférieure au seuil de contrainte, la boue a un comportement viscoélastique solide, qui peut se modéliser par un modèle de Kelvin-Voigt étiré (Baudez et al., 2011), de la forme :

$$\gamma(t) = \tau \cdot \frac{1}{G} \cdot (1 - \exp(-(\lambda t)^m))$$

L'indice de puissance m traduit un large spectre de temps de relaxation lié à la composition hétérogène des boues.

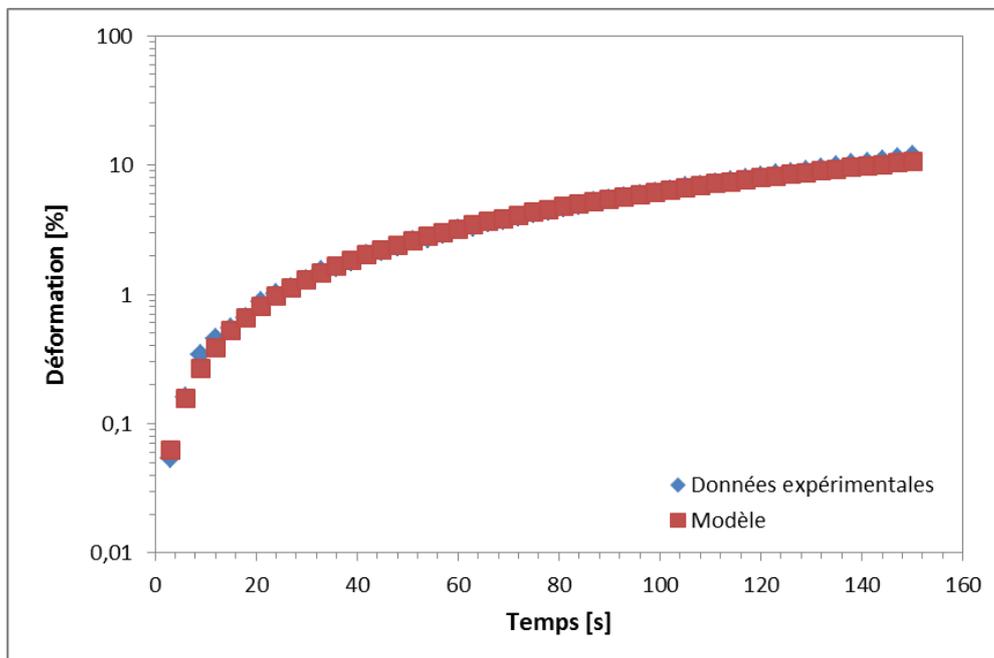


Figure 2-12 Représentation de la déformation en fonction du temps et modèle de Kelvin-Voigt étiré (d'après Baudez et al., 2011, données expérimentales).

Les propriétés viscoélastiques peuvent également se déterminer par des mesures oscillatoires en appliquant un signal sinusoïdal de faible amplitude et en mesurant la réponse du matériau à cette sollicitation (Chhabra et Richardons, 2008).

Cette méthode de caractérisation a été beaucoup utilisée pour évaluer l'impact des polymères de floculation sur la structure des boues (Chen et al., 2005 ; Ayol et al., 2006 ; Chen et al., 2006 ; Wolny et al., 2008 ; Dieudé-Fauvel et Dentel, 2011). Baudez et al. (2013) se sont également intéressés au comportement viscoélastique des boues digérées. Ils montrent ainsi que les modules G' et G'' sont des lois de puissance de la déformation, à l'instar de certains matériaux vitreux.

3.1.4. Effets des paramètres externes

Toutes ces caractéristiques sont influencées par de nombreux paramètres externes : concentration, température, composition ou encore histoire du matériau (traitements subis, vieillissement, présence de polymère, etc.). En réponse aux besoins du terrain, ce sont les effets de la concentration solide et de la température qui ont été les plus étudiés :

Concentration solide

Bien qu'insuffisante pour prédire le comportement rhéologique d'une boue (Spinosa et Wichmann, 2004), la teneur en matières sèches contenues dans la boue en est un paramètre clé. Baudez (2008) montre que les paramètres de la loi de puissance tronquée qu'il utilise pour décrire le comportement en écoulement des boues s'expriment comme une loi de puissance de la concentration ϕ minorée par une concentration critique ϕ_0 :

$$\tau_c = k(\phi - \phi_0)^p \text{ et } \dot{\gamma}_c = \lambda(\phi - \phi_0)^q$$

Avec τ_c la contrainte seuil et $\dot{\gamma}_c$ le gradient de cisaillement critique en-deçà duquel la contrainte est nulle. Cette notion de concentration critique est retrouvée dans plusieurs papiers et correspond à la concentration à partir de laquelle la matière solide est en quantité suffisante pour perdre l'élaboration d'un réseau de particules tel que la boue ne sédimente pas.

Température

Plusieurs auteurs (Manoliadis et Bishop, 1984 ; El Shafei, 2005 ; Mu et Yu, 2006 ; Dieudé-Fauvel et al., 2009 ; Baudez et al., 2013 ; Farno et al., 2014) soulignent l'impact de la température sur le comportement rhéologique des boues.

En particulier, Dieudé-Fauvel et al. (2009) ont montré que la viscosité apparente des boues liquides suit une loi d'Arrhenius alors que celle des boues pâteuses suit une loi de type VTF (Vogel-Tammann-Fulcher). Toutefois, Baudez et al. (2013) ont démontré que la dépendance en température de type non-Arrhenius n'est valide qu'en régime solide alors que la dépendance de type Arrhenius s'applique uniquement en régime liquide. Ainsi, en comparant ces deux articles, on constate que d'un côté la relation de type VTF n'est valable que pour les caractéristiques solides d'une boue modérément concentrée (4%MS) et de l'autre la même relation a été trouvée valide sur les caractéristiques liquides d'une boue assez fortement concentrée (15%MS).

Il demeure donc une ambiguïté à lever concernant la validité du modèle d'Arrhenius et sa relation avec les états de structure de la matière.

3.2. CARACTERISTIQUES ELECTRIQUES DES BOUES RESIDUAIRES

Les propriétés électriques d'un matériau peuvent être mesurées de diverses façons. Cela va des mesures ponctuelles de conductivité/résistivité à une analyse fréquentielle, sur des intervalles de fréquence plus ou moins importants (spectroscopie d'impédance). Cette dernière méthode permet de s'intéresser aux propriétés diélectriques et aux phénomènes de relaxation des systèmes étudiés.

Initialement, le développement de ces méthodes est issu d'une volonté des physiciens et des chimistes de mieux comprendre et caractériser les phénomènes aux interfaces. Dans ce contexte, la spectroscopie d'impédance est apparue à la fin du dix-neuvième siècle, avec les travaux d'Oliver Heaviside. Désormais, deux grandes catégories de données pourront être extraites de spectres obtenus par spectroscopie d'impédance : des propriétés intrinsèques du matériau (conductivité, constante diélectrique, mobilité des charges, etc.) et des informations concernant l'interface électrode/matériau comme la capacitance de l'interface ou les constantes caractérisant les réactions qui se déroulent entre l'électrode et le matériau (d'après Macdonald et Johnson, 2005).

Si environ un millier de citations dans Scopus porte sur l'utilisation de techniques électriques lors du traitement des boues voire sur la production d'électricité à partir des boues, seules quelques-unes abordent leur comportement électrique.

Le comportement électrique des effluents organiques en général et des boues en particulier a peu retenu l'attention des chercheurs. Le plus souvent, les mesures électriques se limitent à des mesures de conductivité et sont davantage considérées à titre indicatif (comme une mesure de pH) que comme une méthode de caractérisation à part entière.

Les boues se composent de matière organique, c'est-à-dire de différentes macromolécules (protéines, polysaccharides, acides gras : molécules présentant toutes des charges locales), de minéraux (ions divers) et d'eau. Par leur nature, ces différents constituants ont des propriétés électriques isolantes ou conductrices. De manière plus spécifique, beaucoup de ces constituants ont des charges locales qui jouent un rôle majeur dans la structuration des boues, notamment lors des interactions avec les agents de conditionnement.

Pour cette raison, les charges de surfaces des polymères présents dans les boues font l'objet de divers articles (Jorand et al., 1995 ; Nielsen et al., 1996 ; Liao et al., 2001). Dans ce contexte, Forster (1983), s'intéresse notamment à la conductivité spécifique des boues, au regard de leurs propriétés rhéologiques et physico-chimiques. De même, Dai et al. (2004) montrent que la boue est un matériau favorable à la mise en place de mesures électriques pour le suivi d'un procédé : à l'aide de mesures par tomographie de résistance électrique, ils déterminent l'évolution du mélange boue/polymère et notamment l'apparition de phénomènes de sédimentation. De tels travaux font écho à une précédente approche, réalisée par Xie et al. (1990) sur des suspensions colloïdales, qui

montrent que les mesures de capacitance constituent un outil pertinent pour le suivi de flux de particules.

L'électro-osmose, procédé relativement récent, s'appuie également sur certaines propriétés électriques des boues (Gazbar et al. 1994 ; Raats, 2002). Pourtant, en pratique, ces propriétés ne sont pas nécessairement mesurées (Smollen et Kafaar, 1994 ; Snyman et al., 2000 ; Curvers et al., 2007).

Enfin, Dieudé-Fauvel et al. (2009) étudient le comportement électrique des boues résiduaire. Par le biais de mesures de spectroscopie d'impédance électrique, l'évolution des boues est caractérisée en fonction de leur siccité, de la température et du temps. Si la conductivité est une loi de puissance de la fraction solide des boues, par contre, son évolution ou celle de la résistivité en fonction de la température ou du temps dépendent de la consistance de la boue. En particulier, la résistivité d'une boue liquide suit une loi d'Arrhenius en fonction de la température, alors qu'une boue pâteuse suit un modèle de type VTF (Vogel-Tammann-Fulcher) modifié (ce qui fait écho à l'ambiguïté rhéologique relevée précédemment).

3.3. COUPLAGE RHEOLOGIE / MESURES ELECTRIQUES

Dans la perspective d'utiliser les mesures électriques comme indicateurs du comportement rhéologique des boues résiduaire, il est nécessaire d'étudier les corrélations existant entre ces deux familles de caractéristiques physiques.

3.3.1. Analogies entre rhéologie et mesures diélectriques

Il existe des analogies formelles entre les domaines physiques : électrique, mécanique, hydraulique, chimique, thermique. Ces similitudes montrent simplement que ce sont les mêmes types d'équations qui décrivent les différents comportements. On ne peut cependant pas en déduire une relation directe entre les propriétés considérées.

L'analogie la plus fréquente est celle établie entre les circuits électriques RLC et les systèmes mécaniques « masse, ressort avec frottement visqueux ». On passe de l'un à l'autre en assimilant :

- Une masse m et une inductance L
- Un frottement visqueux f avec une résistance linéaire R
- La raideur d'un ressort κ avec l'inverse d'une capacité $1/C$
- Une force F avec une différence de potentiels U
- Un déplacement x avec une quantité d'électricité q
- Une vitesse de déplacement v avec une intensité I .

Il sera donc possible d'illustrer un comportement électrique en s'appuyant sur un exemple mécanique. Ces similitudes mathématiques s'appliquent ainsi totalement aux domaines électrique et rhéologique.

On observe le même type d'analogies entre les équations décrivant des circuits RC série et parallèle et les lois de comportement d'un liquide de Maxwell (amortisseur, ressort en série) et d'un solide de Kelvin-Voigt (amortisseur, ressort en parallèle).

Soient un solide parfait de Hooke (ressort) et un liquide visqueux newtonien (amortisseur). Ils ont pour équations respectives :

$$\gamma = J\tau = \frac{\tau}{G} \text{ et } \frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta}$$

Où γ est la déformation, τ la contrainte, η la viscosité, G le module de rigidité et $\dot{\gamma}$ le gradient de vitesse.

Dans le cas d'un liquide de Maxwell, ressort et amortisseur sont placés en série. On a alors :

$$\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 \text{ et } \tau = \text{constante}$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma} = J \frac{d\tau}{dt} + \frac{\tau}{\eta}$$

Pour un solide de Kelvin-Voigt, ils sont placés en parallèle :

$$\tau = \tau_1 + \tau_2 \text{ et } \gamma = \text{constante}$$

$$\tau = G\gamma + \eta\dot{\gamma}$$

De la même manière, on considère une résistance R et un condensateur de capacité C . On a :

$$u = Ri \text{ et } i = C \frac{du}{dt} = \frac{dq}{dt}$$

Dans le cas d'un circuit série, l'intensité est constante :

$$U = Ri + \frac{q}{C} = Ri + \frac{1}{C} \int idt$$

Pour un circuit parallèle, c'est la tension qui reste constante. Par conséquent :

$$I = \frac{u}{R} + C \frac{du}{dt}$$

Par analogie entre les différentes équations, on peut donc assimiler :

- La contrainte τ à une intensité i
- La déformation γ à une tension u
- Une complaisance J à une résistance R
- Une viscosité η à une capacité C .

En pratique, une piste envisageable est de chercher à déterminer quelles peuvent être les correspondances éventuelles entre les caractéristiques électriques et rhéologiques d'un matériau donné.

Le parallèle entre rhéologie et électricité peut être poussé plus loin. En effet, dans les deux cas, s'opposent des mesures conventionnelles (de conductivité et en écoulement) à des mesures en dynamique (spectroscopie et oscillations). Ainsi, les mesures rhéologiques en dynamique et la spectroscopie d'impédance présentent certaines similitudes, dues au principe des mesures et au choix des grandeurs utilisées. En effet, dans les deux cas, on applique un signal sinusoïdal à un échantillon, mécanique dans un cas, électrique dans l'autre, puis on mesure la réponse du système, souvent en fonction de la fréquence.

En rhéologie, sont utilisés les modules élastique et visqueux, G' et G'' , ainsi que la tangente de perte $\tan\delta = \frac{G''}{G'}$. Certains tests se focalisent sur d'autres grandeurs complexes comme la viscosité sous la forme $\eta^* = \eta' + j\eta''$. Parallèlement, en spectroscopie d'impédance, l'analyse des résultats est essentiellement basée sur l'évolution de différentes grandeurs complexes, dépendantes les unes des autres : impédance, admittance, module, permittivité, etc. Par exemple, la permittivité complexe est composée d'une partie réelle, la permittivité relative ε' et d'une partie imaginaire, l'indice de perte ε'' à partir desquels on définit la tangente de l'angle de perte $\tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$.

De plus, pour les matériaux présentant un comportement viscoélastique linéaire, certaines fonctions empiriques sont directement inspirées du domaine électrique. Ainsi, la réponse à des sollicitations dynamiques peut être illustrée via une fonction de Cole-Cole (représentation en arc de cercle $\eta'' = f(\eta')$), initialement utilisée pour la relaxation constante diélectrique ε^* (Figure 2-13) :

$$\eta^*(\omega) = \frac{\eta_0}{1 - (j\omega\lambda_m)^{1-h}}$$

Le graphe correspondant est un arc de cercle. Le maximum de la courbe $\eta'' = f(\omega)$ est obtenu pour $\omega\lambda_m = 1$. Le paramètre h (l'indice de puissance du dénominateur, compris entre 0 et 1) est un indicateur de la largeur de distribution des temps de relaxation. De plus, puisque $h\pi/2$ est l'angle entre l'axe des abscisses et le rayon de l'arc de cercle passant par (0,0), il permet également d'exprimer l'excentricité du cercle par rapport à l'axe des réels. Néanmoins, l'expression analytique de Cole-Cole n'est valide que sur un domaine limité de fréquence : à haute fréquence le module de conservation E est non borné et à basse fréquence, G' et G'' tendent respectivement vers $2 - h$ et 1. On notera que pour un comportement élastique $h = 1$ et pour un comportement visqueux $h = 0$ (remarque : certains documents utilisent le paramètre β tel que $\beta = 1 - h$) (Carrot et Guillet, 1999).

Si l'on se place maintenant dans le cas de mesures de spectroscopie d'impédance aboutissant à un diagramme complexe de type arc de cercle, celui-ci peut être décentré par rapport à l'axe des abscisses (cas idéal). Cet écart à l'idéalité peut s'exprimer par le biais de l'angle entre l'axe des abscisses (axe des réels) et le rayon passant par l'arc de cercle et par l'axe des abscisses (c'est-à-dire pour une impédance imaginaire nulle) (Figure 2-14). On peut alors voir la similitude avec le paramètre rhéologique $h\pi/2$.

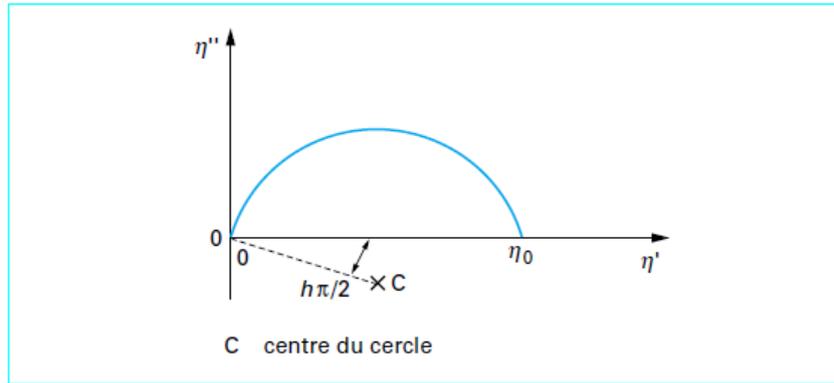


Figure 2-13 Représentation de Cole-Cole pour un polymère thermoplastique à température donnée (Carrot et Guillet, 1999).

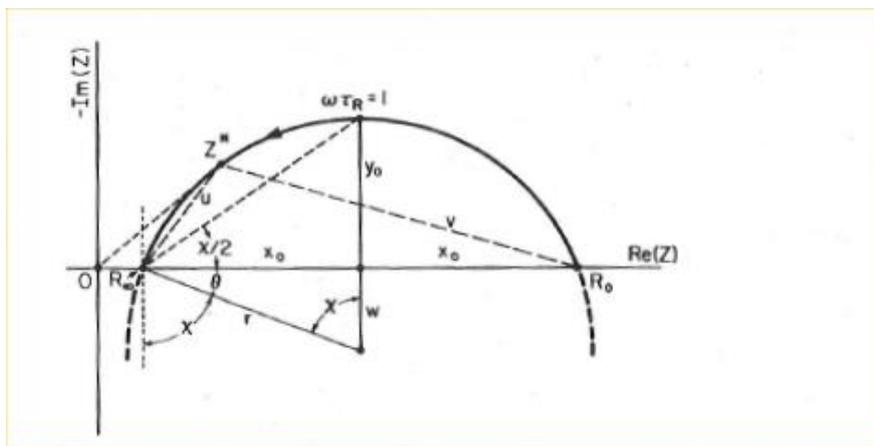


Figure 2-14 Diagramme d'impédance électrique : cercle déprimé et paramètres utilisés pour son analyse (Macdonald et Johnson, 2005).

3.3.2. Travaux antérieurs

Complémentarité des propriétés rhéologiques et électriques des matériaux complexes

Pour caractériser un matériau et/ou son évolution, les chercheurs font souvent appel à la fois à la rhéologie et aux mesures électriques en raison de leur complémentarité.

Bien que cela représente peu d'intérêt dans le cadre de cette étude, les mesures peuvent être réalisées de manière totalement indépendante. Sobolik et al. (2002) mesurent la viscosité et la conductivité électrique d'extraits de café de façon à venir en appui à la conception d'équipements de traitement d'extraits de café très concentrés.

La complémentarité des deux outils permet également de caractériser la structure des matériaux. Ainsi, comme le soulignent Capaccioli et al. (2007), la spectroscopie diélectrique et les mesures mécaniques dynamiques sont souvent utilisées pour étudier le comportement dynamique et viscoélastique des polymères et des systèmes vitreux. Ces auteurs s'inspirent des techniques rhéo-diélectriques (un matériau est soumis à un champ électrique pendant que l'on mesure ses propriétés rhéologiques), pour pouvoir

étudier les phénomènes de relaxation de mélanges nématiques sous l'effet du cisaillement et comprendre l'évolution de la structure du matériau. La même démarche est appliquée à plusieurs reprises dans la littérature, notamment pour l'étude de suspensions de noir de carbone, qui constituent un bon support pour des mesures électriques. Ainsi, Amari et Watanabe (1990) ou encore bien plus tard Lebœuf et al. (2010), utilisent des mesures rhéologiques et électriques couplées pour explorer la structure de ces suspensions.

Craig et al. (1994) puis Tamburic et Craig (1995) déterminent conjointement les caractéristiques rhéologiques et diélectriques de gels de Carbopol. Les premières décrivent les composantes visqueuses et élastiques du matériau, permettant ainsi d'obtenir des informations sur le comportement des chaînes de polymère, alors que les secondes mènent à une meilleure compréhension des phénomènes d'ionisation et de neutralisation au sein du système. Les mesures diélectriques donnent donc des informations sur les mouvements de charges au travers du système et dans le cas présent, permettent de suivre la dispersion de certaines espèces chimiques dans les gels de Carbopol. De façon générale, plusieurs auteurs utilisent le lien entre l'état de la double couche électronique et son impact sur les propriétés électriques et rhéologiques d'un matériau : c'est l'approche développée par Rosin-Paumier et al. (2010) sur des suspensions de bentonite, ou Viota et al. (2004) sur des gels modifiés.

Ainsi, l'utilisation des deux méthodes de caractérisation peut s'avérer un véritable atout pour étudier des phénomènes physiques en lien avec la structure d'un système. Appliquant la même méthode sur des crèmes, Tamburic et al. (1996) que montrent l'analyse diélectrique permet de définir le degré de structuration des crèmes tout en indiquant l'intervalle de fréquence pour lequel la conductivité en courant continu domine le processus de transport de charges, ce qui ne coïncide pas avec la fréquence à laquelle fonctionnent généralement les conductimètres. De la même manière, les auteurs opposent les mesures rhéologiques en écoulement aux mesures en oscillations qui elles permettent de s'intéresser au comportement viscoélastique des matériaux.

Une approche régulièrement développée consiste également à traduire les mesures électriques en circuits modèles représentatifs de la structure du matériau. La rhéologie constitue souvent une information complémentaire pour affiner le modèle. Ainsi, Goggin et al. (1999) mettent en lien un circuit électrique modèle obtenu à partir de mesures de spectroscopie diélectrique avec la tortuosité des mouvements de charges dans des crèmes. Cette démarche est également utilisée sur les bétons et les ciments (Song, 2000 ; Cabeza et al., 2006) pour modéliser l'évolution de la structure des pores. Au contraire, Tumidajski (2004) s'intéresse aux propriétés intrinsèques des mortiers (résistivité) en lien avec leur structure, à l'instar de la loi d'Archie qui relie porosité et résistivité des roches.

Il existe donc une abondante littérature portant que le double usage des mesures rhéologiques et diélectriques. Cette approche est fréquemment utilisée pour caractériser la structure ou le comportement de divers systèmes et se base sur la complémentarité entre les mesures. Pourtant, il est peu fréquent qu'une relation directe soit véritablement établie entre les propriétés mesurées.

Etude de la relation entre propriétés rhéologiques et électriques des matériaux

Certains auteurs, cependant, ont cherché à approfondir la compréhension des relations entre propriétés rhéologiques et électriques. Outre une caractérisation du matériau et de sa structure, l'objectif d'une telle démarche est de mieux appréhender les mécanismes mis en jeu au sein des systèmes étudiés.

Une telle approche concerne de fait les matériaux électro-rhéologiques puisque leurs caractéristiques intrinsèques nécessitent de les soumettre à un courant électrique afin de modifier leur comportement rhéologique. Si ce thème ne sera pas davantage développé ici, il faut néanmoins garder en mémoire le développement d'outils de mesures spécifiques permettant à la fois de mesurer des propriétés rhéologiques et de soumettre le matériau à un courant (Sanchez et al., 2008 ; Sun et al., 2010 ; Peng et al., 2011).

Comme défini par Einstein, pour un électrolyte, il existe une relation directe entre viscosité η et résistivité ρ :

$$\rho \approx 6\pi\eta_0 \left(\frac{1}{Fe}\right) \left(\sum_i \frac{z_i c_i}{r_i}\right)^{-1} \text{ avec } \eta = \eta_0(1 + 2,5\phi) \text{ et } \rho = \frac{\rho_0}{1-\phi}$$

Dans ce cas-là, la résistivité et la viscosité sont liées linéairement.

Porter (1987) propose quant à lui une approche théorique selon laquelle la viscosité est une conséquence de la dissipation diélectrique. La relation s'avère valide pour des fluides monomériques d'eau et de styrène mais pas pour des polymères fondus pour lesquels le poids moléculaire et le gradient de cisaillement ont un impact.

De manière expérimentale cette fois, Assifaoui et al. (2001, 2002) montrent l'évolution conjointe des temps de relaxation diélectrique et de la viscosité de suspensions d'argile kaolinique et l'attribuent à la distribution des charges au sein du matériau : comportements rhéologique et diélectrique dépendraient donc des événements moléculaires. Parallèlement, Gonnet et al. (2003), s'intéressent plus particulièrement à la transition entre les domaines viscoélastiques linéaire et non linéaire des polymères fondus. Par le biais de mesures diélectriques et rhéologiques simultanées, ils montrent que la réponse diélectrique des polymères est constante au cours d'une déformation dans le domaine linéaire. La transition entre les deux domaines, elle, est illustrée par une chute de la conductivité et une modification de la permittivité réelle, toutes deux revenant à leur état initial lorsque le cisaillement s'arrête.

De façon plus spécifique, la relation entre mesures électriques et comportement rhéologique présente un intérêt particulier dans le domaine médical. La bioimpédance est un domaine largement étudié, les mesures d'impédance permettant d'obtenir une image du corps humain par le biais de simples capteurs cutanés. Dans ce contexte, Zeng et Zhao (2011), ont déterminé le lien entre la résistance électrique du sang et sa viscosité apparente ou encore le gradient de cisaillement. Ils ont ainsi mis en évidence une proportionnalité directe entre mesures électriques et rhéologiques qui, sans être totalement expliquée sur le plan physique ou médical, constitue une avancée forte pour les diagnostics médicaux.

3.3.3. Cas des boues résiduaires

Forster établit un lien entre force ionique et viscosité des boues résiduaires (1982, 2002). La viscosité peut être exprimée comme une fonction des charges de surface et de la mobilité électrophorétique des boues. Forster suggère donc que de manière générale, la viscosité apparente des boues et leur conductivité spécifique seraient liées.

Au travers d'une démarche plus globale, Dieudé-Fauvel et al. (2009) se sont focalisés sur la relation entre propriétés rhéologiques et électriques des boues résiduaires. Ils montrent ainsi que la résistivité et la viscosité apparente d'une boue pâteuse ont un comportement similaire (de type VTF modifié). Plus particulièrement, les énergies d'activation intervenant dans les modèles sont identiques, ce qui sous-entend que ce sont les mêmes phénomènes moléculaires qui sont à l'origine des changements rhéologiques et électriques observés. En étudiant l'impact du vieillissement et des sels minéraux, ils mettent en outre en évidence l'existence d'une relation univoque mais complexe entre résistivité ρ et viscosité apparente η_{app} des boues :

$$\rho = p \left(\xi \eta_{app} + \varsigma \frac{\rho}{\eta_{app}} \right) + q$$

Les paramètres de cette relation sont notamment dépendants de la consistance du matériau (liquide, pâteux) et donc de sa concentration. Cela permet d'exprimer la résistivité des boues comme une fonction des charges libres (en lien avec le paramètre ρ/η_{app}) et des charges de surface (illustrées via la viscosité apparente). Bien que les paramètres établis soient empiriques et que cette relation ne soit à ce jour pas totalement expliquée, cela confirme les pistes dégagées par les travaux de Forster et la relation entre macrostructure (via les mesures rhéologiques) et microstructure (en particulier charges de surface et espèces ioniques) des boues résiduaires.

La théorie de Forster est également appuyée par les travaux de Dieudé-Fauvel et al. (2014) sur le suivi de la digestion anaérobie. En effet, à partir d'expérimentations en système batch, ils montrent qu'à tout moment de la digestion anaérobie, la viscosité η et la résistivité ρ de la boue en cours de digestion peuvent s'exprimer comme une pondération des viscosités ou résistivités des intrants (la boue fraîche et inoculum), les coefficients de pondération étant déterminés à l'aide de mesures électriques :

$$\rho_{boue\ digesteur} = a(t) \cdot \rho_{boue\ fraiche} + b(t) \cdot \rho_{inoculum}$$

$$\eta_{boue\ digesteur} = a(t) \cdot \eta_{boue\ fraiche} + b(t) \cdot \eta_{inoculum}$$

Ces travaux montrent qu'à partir d'une caractérisation électrique et rhéologique des intrants et de mesures électriques simples réalisées au cours du procédé, il est possible non seulement d'estimer l'état d'avancement du procédé mais aussi de déterminer la viscosité moyenne de la boue, sans effectuer de mesure rhéologique supplémentaire.

4. CONCLUSION

Les boues résiduaires sont des matériaux organiques complexes et variés dont le comportement rhéologique est un paramètre clé pour le fonctionnement et le dimensionnement des stations d'épuration. Cependant, ces caractéristiques ne peuvent

pas être obtenues à partir de la composition ou de la siccité des boues et s'avèrent difficiles à déterminer in-situ. Dans une telle situation, il est donc pertinent de chercher à déterminer des indicateurs représentatifs du comportement rhéologique des boues et mesurables sur le terrain. Comme illustré dans la littérature, les mesures électriques répondent à ces critères. De premiers travaux sur le sujet ont abouti à des résultats prometteurs, mais il reste encore de nombreuses questions en suspens. Ce travail de thèse vise à en éclaircir une partie en se focalisant sur la question suivante : quel est le lien entre propriétés électriques (échelle microscopique) et rhéologiques (échelle macroscopique) des boues résiduaires ?

Chapitre 3. APPROCHE EXPERIMENTALE

« Comment définir le réel ? Ce que tu ressens, vois, goûtes ou respires, ne sont rien que des impulsions électriques interprétées par ton cerveau. »

MORPHEUS – THE MATRIX – 1999

La caractérisation physique d'un matériau repose avant tout sur un travail expérimental. Ce chapitre présentera donc les principes et définitions nécessaires à la compréhension et la réalisation d'une analyse rhéologique et électrique des boues résiduaire. Les matériels et méthodes utilisés seront présentés, certains ayant été développés spécifiquement pour ce projet.

Avant d'entrer dans les détails, une attention particulière doit être portée à la démarche expérimentale mise en œuvre. En effet, les travaux présentés ici vont permettre d'étudier le lien entre propriétés électriques et rhéologiques des boues résiduaire. Concrètement, puisque le comportement rhéologique des boues a déjà fait l'objet de nombreux travaux – contrairement aux propriétés électriques, moins étudiées – nous nous sommes appuyés sur les mesures rhéologiques pour comprendre le comportement électrique des boues. De plus, puisqu'il n'était pas possible de recueillir de nombreux échantillons suffisamment représentatifs du terrain, nous avons fait varier expérimentalement des paramètres physiques tels que la température ou la teneur en matières sèches, de façon à observer des variations des propriétés électriques et rhéologiques aussi quantifiables et reproductibles que possible.

1. PREPARATION DE ECHANTILLONS

Les différents échantillons de boue utilisés dans ces travaux sont issus de la station d'épuration de Vichy. Ils ont été prélevés en sortie de centrifugeuse, et sont donc dans leur état le plus concentré ($\approx 23\%$ MS soit $\approx 230 \text{ g.L}^{-1}$). A partir de ces boues concentrées, nous pouvons préparer des boues moins concentrées très facilement par simple dilution. En l'occurrence, les échantillons de différentes siccités ont été obtenus par dilution de la boue initiale avec de l'eau déminéralisée (le filtrat de déshydratation a également été testé et nous montrerons plus loin qu'il n'y a pas d'impact sur les résultats) puis la préparation a été mélangée pendant deux heures à 300 tr/min de façon à obtenir un mélange homogène.

Les échantillons sont ensuite laissés au repos à 4°C pendant 30 jours afin de s'assurer de leur invariabilité temporelle. Cette technique a été utilisée par Curvers et al. (2009).

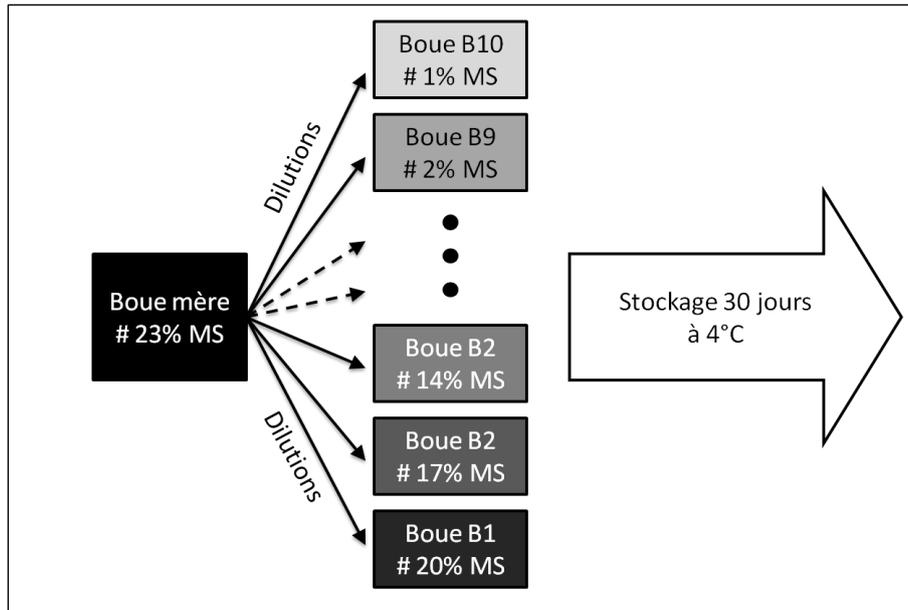


Figure 3-1 Préparation des échantillons de boue.

La teneur en matières sèches effective a été déterminée par séchage à 105°C pendant 24 heures (ASAE standard, 1999). Les différentes séries d'échantillons utilisées seront identifiées par la suite.

2. RHEOLOGIE

2.1. PRINCIPES DE MESURE

Selon la consistance des fluides étudiés, plusieurs géométries peuvent être utilisées. En ce qui nous concerne, nous nous sommes restreints aux géométries à plans parallèles et à cylindres coaxiaux.

Rhéomètre à plans parallèles

Cette géométrie est composée de deux disques coaxiaux, parallèles, en rotation l'un par rapport à l'autre (Figure 3-2).

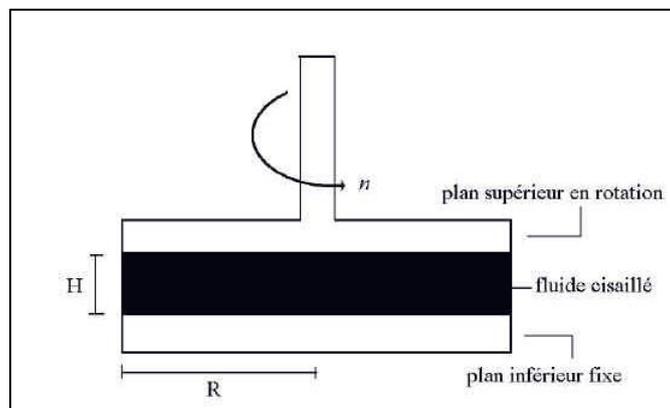


Figure 3-2 Schéma d'un rhéomètre à plans parallèles (d'après Baudez, 2001).

Le plateau supérieur de rayon R est mobile tandis que le plateau inférieur, de même rayon, est immobile. Le matériau est cisailé sur son épaisseur H . Le gradient de vitesse à la périphérie des plateaux $\dot{\gamma}_R$ se calcule à partir de la vitesse de rotation par :

$$\dot{\gamma}_R = \frac{2\pi R}{H} \cdot n$$

Où H est l'entrefer entre les deux plateaux, n la vitesse de rotation relative des deux plateaux en tr/s et R le rayon des plateaux.

La contrainte, elle, dans le cas des matériaux non-Newtoniens comme les boues, s'exprime à partir du couple M sur la base de la relation suivante (Baudez, 2001) :

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3}$$

Rhéomètre à cylindres coaxiaux

La géométrie à cylindres coaxiaux, ou géométrie Couette, est constituée par deux cylindres en rotation l'un par rapport à l'autre. Dans le cas des appareils utilisés, le cylindre intérieur est mobile alors que le cylindre extérieur est fixe.

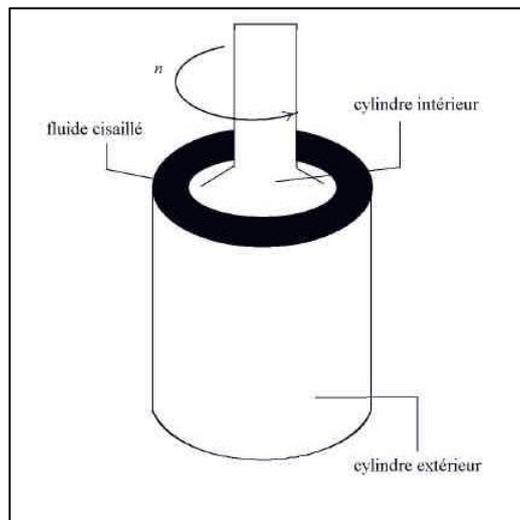


Figure 3-3 Schéma d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux (d'après Baudez, 2001).

Dans le cas d'une géométrie Couette, la contrainte s'exprime par la relation :

$$\tau = \frac{M}{2\pi h R^2}$$

Où M est le couple, h la hauteur d'échantillon et R le rayon du cylindre interne. On notera que certains des logiciels associés au rhéomètre, considèrent que R est le rayon moyen entre les deux cylindres.

La déformation quant à elle se calcule à partir de la mesure de l'angle de rotation d'un mobile par rapport à l'autre par la relation :

$$\gamma = -r \frac{\partial \varphi}{\partial r}$$

En faible entrefer, la dérivée partielle peut être assimilée à un taux d'accroissement et la déformation devient tout simplement :

$$\gamma = -r \frac{\Delta\varphi}{\Delta r}$$

La déformation et le gradient de vitesse se résume alors à :

$$\gamma = \frac{R_1}{R_2 - R_1} \varphi$$

$$\dot{\gamma} = \frac{R_1}{R_2 - R_1} \omega$$

Où ω est la vitesse de rotation en rad/s ($\omega = 2\pi n$), R_1 le rayon du cylindre interne et R_2 le rayon du cylindre externe (Couarraze et Grossiord, 2000).

Phénomènes perturbateurs

On citera également les principaux phénomènes perturbateurs pouvant être rencontrés lors de la réalisation de mesures rhéologiques :

- Glissement aux parois : ce phénomène se produit préférentiellement sur les surfaces lisses, lorsqu'une fine couche d'eau se localise entre l'échantillon et la paroi du mobile (il se produit une diminution locale de la concentration de l'échantillon liée au cisaillement). L'hypothèse de continuité du milieu n'est plus respectée. Pour pallier ce phénomène, on utilise des surfaces rugueuses.
- Fracturation : il y a fracturation lorsque des discontinuités se créent au sein de l'échantillon cisailé. Ce phénomène est généralement observé pour des échantillons assez chargés en matières sèches.
- Creusement : le creusement correspond à des effets de bord se produisant essentiellement avec les géométries à plans parallèles. Dans ce cas-là, le rayon d'échantillon réellement cisailé est inférieur au rayon théorique. Il est donc nécessaire, à la fin de la mesure, de mesurer le rayon réel de cisaillement afin d'intégrer un facteur correctif dans le calcul des grandeurs rhéologiques : $\dot{\gamma} = 2\pi \frac{R-e}{H} \cdot n$ et $\tau = \frac{3M}{2\pi(R-e)^3}$ où e est le creusement mesuré à la périphérie des disques.

Nous nous sommes affranchis de ces biais expérimentaux en utilisant des surfaces rugueuses, pour éviter le glissement, et en n'utilisant les plans parallèles que pour des mesures en dynamique à faibles déformations, pour limiter le creusement.

2.2. MATERIELS ET METHODES

2.2.1. Matériels

Les mesures ont été réalisées avec des rhéomètres à contrainte imposée :

- MCR300 et MCR301, Anton Paar, équipés du logiciel RheoPlus
- Kinexus, Malvern, équipé du logiciel rSpace.

Deux types de géométries ont été utilisés :

- Des cylindres coaxiaux (géométrie Couette) à faible entrefer : $R_1=12.3\text{mm}$, $R_2=13.5\text{mm}$, $h=35\text{mm}$ pour les MCR, $R_1=13\text{mm}$, $R_2=14\text{mm}$, $h=61\text{mm}$ pour le Kinexus
- Des plans parallèles : $R=10\text{mm}$, entrefer= 2mm .

Toutes les géométries présentent des surfaces striées de façon à éviter le glissement.

2.2.2. Protocoles

Préalablement à tous les tests réalisés, les échantillons sont soumis à un précisaillement à 10 tours par seconde pendant 10 minutes, qui permet de mettre le matériau dans un état de référence (Baudez et Coussot, 2001). Ce précisaillement est systématiquement suivi d'un repos de 2 minutes.

De plus, dans le cas des mesures en dynamique, un palier à fréquence et déformation constantes précède l'application de la consigne. Le signal imposé correspond à la déformation et la fréquence imposées au début du protocole de mesure effectif.

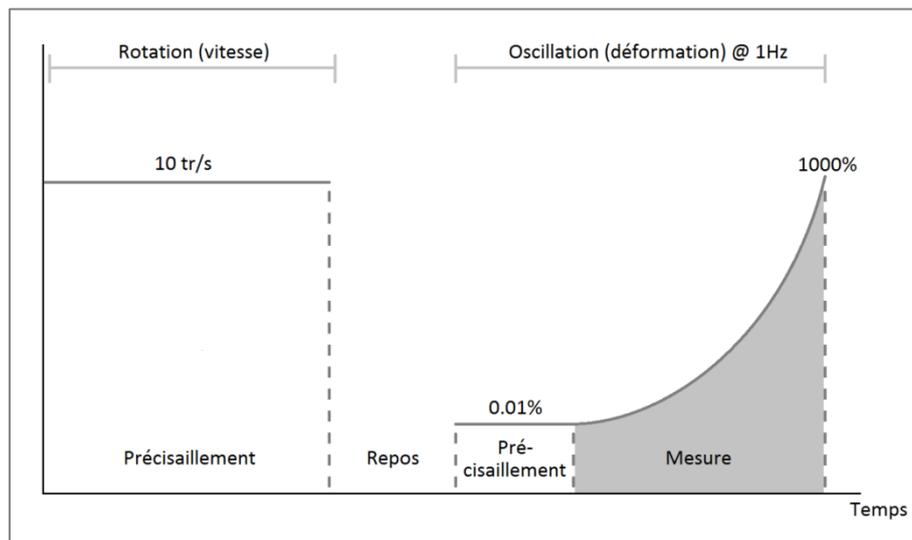


Figure 3-4 Protocole de mesure rhéologique en dynamique.

Sauf cas particulier, la température est fixée à 20°C. Dans le cas des mesures à température contrôlée, les protocoles sont précédés d'un palier de stabilisation. Des tests préalables ont permis de fixer la durée de ce palier à 30 minutes, quelle que soit la géométrie utilisée (cette durée est valable pour les matériels utilisés au laboratoire).

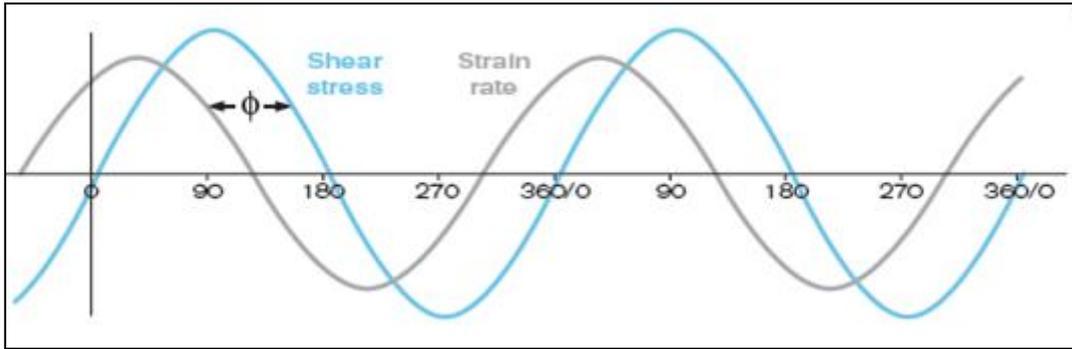


Figure 3-5 Evolution schématique de la contrainte et de la déformation lors de mesures en dynamique.

Détermination des propriétés visqueuses

La détermination de la courbe d'écoulement a consisté à appliquer une simple rampe de contraintes décroissantes, depuis la valeur de contrainte obtenue lors du précisaillement jusqu'à la contrainte seuil.

Pour déterminer la valeur d'arrêt, nous avons appliqué une consigne au rhéomètre stipulant que dès que la vitesse mesurée était inférieure à 0,01 tour par seconde, le test devait s'arrêter.

Détermination des propriétés viscoélastiques

Pour ce test, à l'issue de la phase de repos, nous avons appliqué un balayage en déformation, de 0.1% à 1000%, à la fréquence imposée de 1Hz et nous nous sommes essentiellement focalisés sur la zone viscoélastique linéaire, lorsque la contrainte τ est indépendante de la déformation appliquée γ .

Au-delà de cette zone, les résultats n'étaient pas toujours reproductibles, sans doute à cause d'un creusement qui apparaissait.

2.2.3. Impact de la température

Comme développé dans le premier chapitre, la boue est un milieu vivant, contenant des bactéries. Sous l'effet de la température, l'activité de ces bactéries s'accélère, engendrant un effet de moussage qui semble s'apparenter à un dégagement de CO_2 , à l'instar des levains (Figure 3-6).

Cette expansion du fluide et le caractère triphasique du matériau n'étant pas compatibles avec les principes fondamentaux de la mécanique des fluides tels que nous les avons implicitement considérés, à savoir un fluide non compressible, nous avons dans un premier temps cherché à comprendre quand et comment apparaissait ce phénomène.

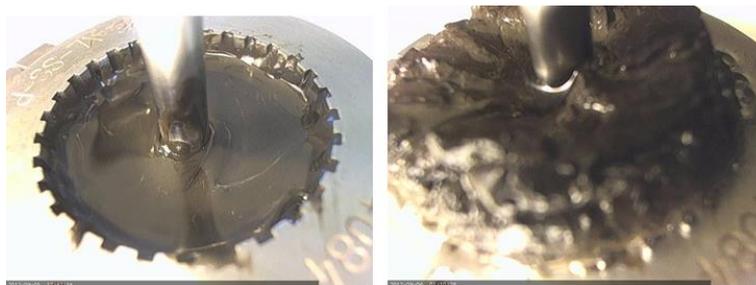


Figure 3-6 Moussage de la boue lors d'un test de fluage réalisé à 70°C.

Les résultats de cette expérience sont détaillés ci-dessous :

Pour cela, la température de la boue a d'abord été stabilisée à 10°C dans la géométrie.

L'échantillon a été recouvert d'une couche de paraffine pour limiter le séchage puis nous avons appliqué une rampe de température de 10 degrés par heure et nous avons appliqué une déformation de 1% à 1Hz pendant toute la durée de l'expérience.

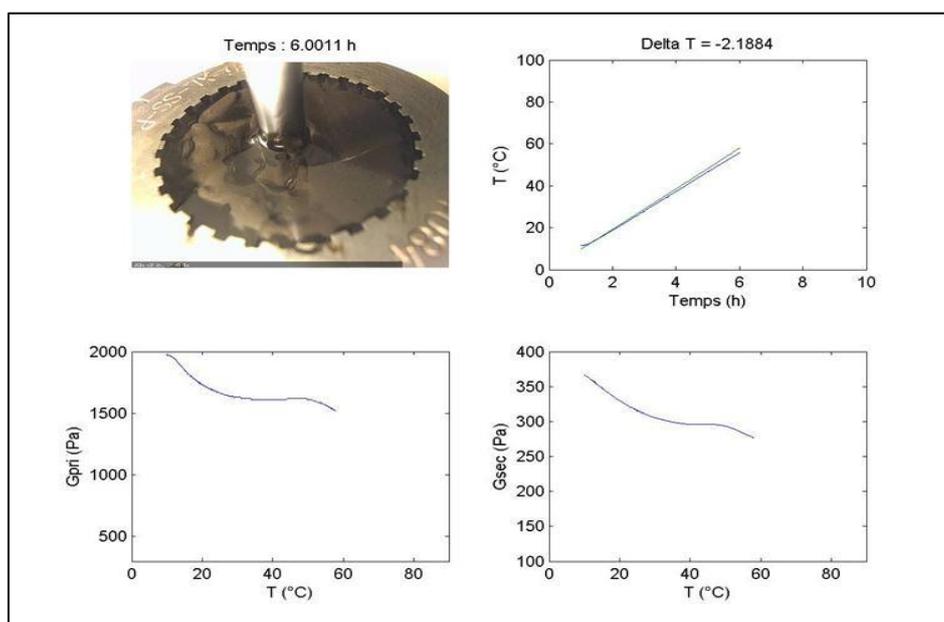


Figure 3-7 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ MS au cours d'une augmentation de température.

Au fur et à mesure de l'augmentation de température, les modules élastique et visqueux diminuent de manière monotone jusqu'à environ 55°C. Après 6h de chauffe et une température de 60°C, une dilatation de la boue est perceptible (Figure 3-7).

A noter que l'on observe un décalage progressif entre la température de consigne et la température mesurée, sans doute à cause des pertes thermiques entre le cryostat, le rhéomètre et la boue.

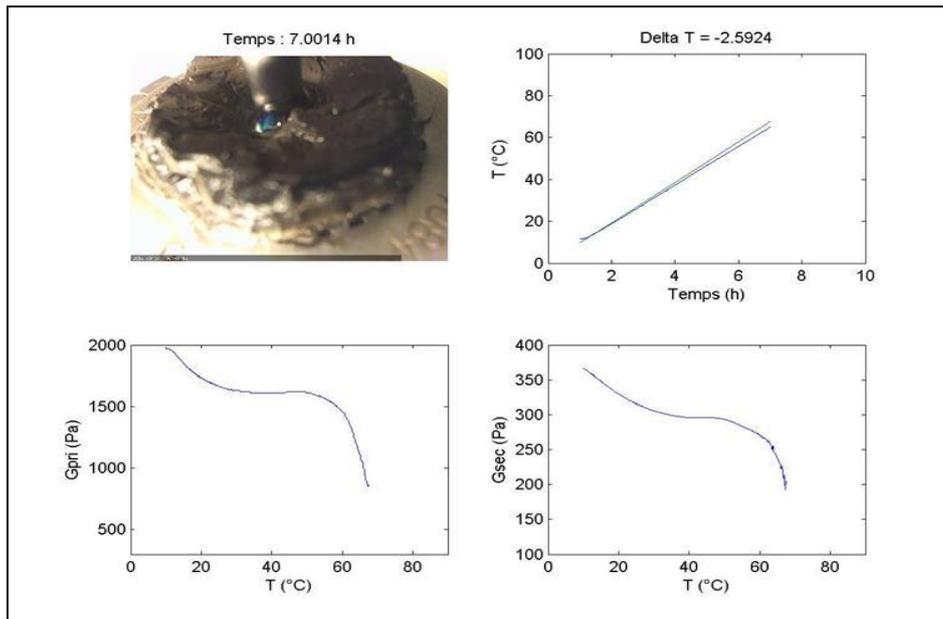


Figure 3-8 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ (à 70°C).

Entre 6 et 7h de chauffe, c'est-à-dire entre 60 et 70°C , les modules élastique et visqueux chutent drastiquement, ce qui correspond au moussage de la boue (Figure 3-8)

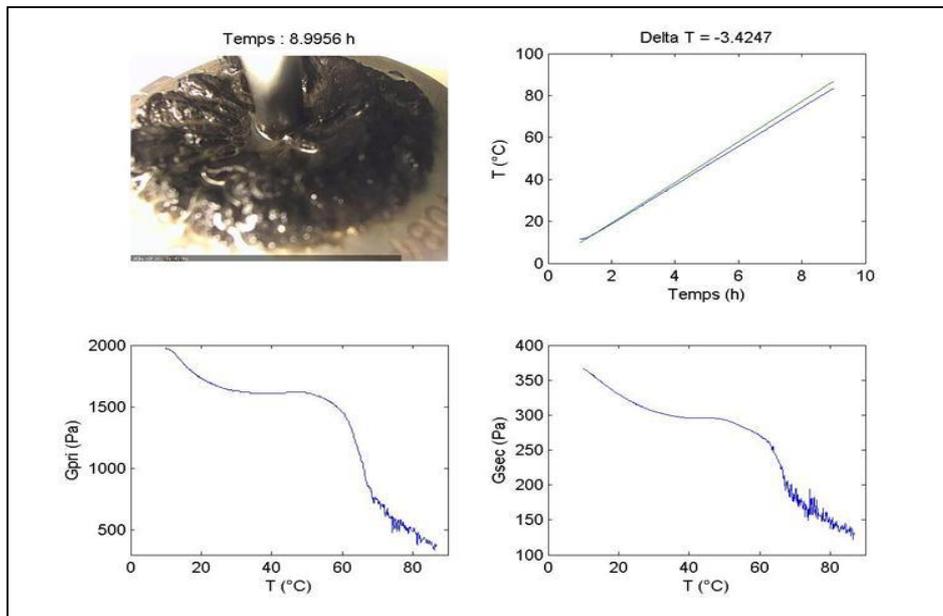


Figure 3-9 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ (Etat final 90°C).

A la fin du protocole, la température de consigne a atteint 90°C et la boue environ 87°C soit une erreur de 5% (Figure 3-9). Les courbes représentant l'évolution des modules présentent un bruit assez élevé lié au caractère très instable de la boue en dégazage. A partir de la vidéo, on voit que la boue a commencé à « dégonfler ». Selon toute probabilité, une partie de l'eau contenue dans le matériau a aussi commencé à s'évaporer.

Cette expérience visuelle apporte beaucoup de renseignements sur la corrélation entre l'état de la boue et les propriétés rhéologiques. On constate que lors d'une élévation en température, la boue passe par des états intermédiaires la rendant hétérogène : elle ne présente plus un état « lisse et lié » mais plutôt un état « mousseux et poreux ». Ces hétérogénéités sont alors des freins à la réalisation des mesures rhéologiques.

Pour étudier l'impact de la température, nous nous limiterons par la suite à une température maximale de 60°C (température de consigne, c'est-à-dire 58°C température de la boue) et nous limiterons également le temps pendant lequel la boue sera soumise à une température élevée, de manière à minimiser l'activité bactérienne.

Aussi, les échantillons seront renouvelés pour chaque palier de température, de sorte que chaque échantillon ne soit pas chauffé pendant plus de 30 minutes.

3. MESURES ELECTRIQUES

3.1. GENERALITES

3.1.1. Principales grandeurs et formules

Conductivité et résistivité

La conductivité électrique σ et la résistivité ρ ($\rho = \frac{1}{\sigma}$) sont des propriétés intrinsèques d'un matériau et caractérisent le transport des charges électriques au sein de ce matériau. Pour un échantillon homogène de section uniforme S et de longueur L , on pourra exprimer sa résistance R par :

$$R = \rho \frac{L}{S} = \frac{1}{\sigma} \frac{L}{S}$$

La conductivité (et donc la résistivité) dépend de la densité des porteurs de charge, de leur charge et de leur mobilité. Selon la fréquence du courant électrique, la conductivité représentera soit le déplacement des charges (aux basses fréquences), soit une rotation des molécules (polarisation, aux hautes fréquences).

Impédance et admittance

Les termes de résistance (dans le cas d'un courant continu) et d'impédance (courant alternatif) désignent le rapport de la tension appliquée à un matériau sur le courant qui le traverse.

La loi d'Ohm $U = RI$ appliquée en courant continu devient en courant alternatif :

$$U = ZI$$

avec U la tension et I l'intensité du courant.

L'impédance, notée Z , est une grandeur complexe. On pourra l'exprimer sous différentes formes. En coordonnées polaires :

$$Z^* = |Z| \exp(j\theta)$$

Où $|Z|$ est le module de l'impédance (pour une fréquence donnée) et θ la phase.

Ou en coordonnées cartésiennes :

$$Z = R_Z + jX_Z$$

Où R_Z est la partie réelle de l'impédance ou résistance telle que $R_Z = \text{Re}(Z) = |Z|\cos\theta$ et X_Z la partie imaginaire ou réactance telle que $X_Z = \text{Im}(Z) = |Z|\sin\theta$.

Si le matériau est purement résistif, le déphasage est nul. Pour un milieu essentiellement capacitif, l'intensité est en avance sur la tension (déphasage de -90°). Dans le cas d'un matériau inductif, c'est la tension qui est en avance sur l'intensité (déphasage de $+90^\circ$). Plus un circuit sera inductif, plus l'angle de phase approchera les 90° .

Traditionnellement, ces grandeurs sont représentées sous la forme d'un diagramme de Bode (évolution du module d'impédance ou de la phase en fonction de la fréquence appliquée) ou d'un diagramme complexe (dit de Nyquist) représentant la partie imaginaire en fonction de la partie réelle de l'impédance $X_Z = f(R_Z)$. Pour des mesures plutôt capacitives, la partie imaginaire de l'impédance est une valeur négative et comme il s'agit d'une grandeur en ohm, son opposée est traditionnellement utilisée $-X_Z = f(R_Z)$ (dans ce cas la fréquence croît de la droite du graphe vers la gauche) (Figure 3-10).

Pour les analyses, L'admittance, notée Y , qui est l'inverse de l'impédance, peut également être utilisée.

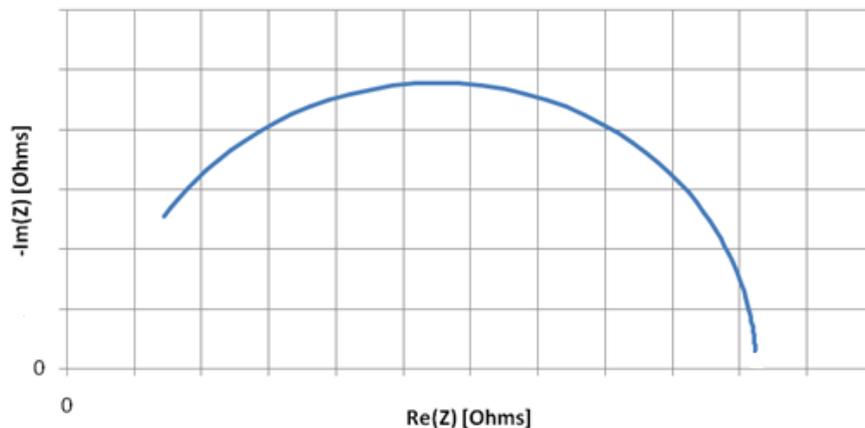


Figure 3-10 Représentation de Nyquist d'une impédance complexe capaco-résistive.

Permittivité

Un matériau sans charges d'espace, isolant donc, peut toutefois contenir des éléments globalement neutres mais dipolaires (les barycentres des charges positives et négatives ne sont pas confondus), susceptibles de pivoter ou vibrer sous l'action d'un champ électrique extérieur E , provoquant ainsi une polarisation du matériau. La permittivité traduit cette polarisabilité.

Exemple de diélectrique parfait :

Si l'on considère un condensateur plan contenant un diélectrique (matériau isolant), alors la capacité C du condensateur est liée à celle du vide C_0 par :

$$C = \epsilon_r C_0$$

Où ϵ_r est la permittivité relative du matériau diélectrique (parfois appelée constante diélectrique).

A noter que si ϵ_0 est la permittivité du vide ($8,854187 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$), alors $\epsilon_r \epsilon_0$ sera la permittivité absolue du matériau.

Dans la pratique, les matériaux sont des diélectriques imparfaits et les phénomènes de polarisation ne se produisent pas de façon instantanée (Dubois, 1998). Tout comme l'impédance, la permittivité s'exprime alors sous forme complexe :

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$$

Avec ϵ' la permittivité réelle (correspondant à $\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0$) et ϵ'' la permittivité imaginaire (correspondant à $\epsilon'' = -\frac{\sigma}{\omega}$) décrivant les pertes dans le matériau. On pourra également définir le facteur de dissipation diélectrique ou tangente de pertes :

$$\tan\delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$$

3.1.2. Méthodes d'analyse des données (circuits modèles)

Les diagrammes d'impédance sont souvent traduits sous la forme d'un circuit électrique modèle équivalent. Les principaux éléments sont des résistances et des condensateurs, ainsi que des inductances (composants linéaires).

L'impédance de ces composants est présentée dans le tableau suivant (Tableau 2) :

Composant	Relation tension-intensité	Impédance
Résistance	$U = RI$	$Z = R$
Condensateur	$I = C \frac{dU}{dt}$	$Z = \frac{1}{j\omega C}$
Bobine	$U = L \frac{dI}{dt}$	$Z = j\omega L$

Tableau 2 Impédance des principaux composants électriques.

Les spectres d'impédance complexe (dits de Nyquist) se présentent fréquemment sous la forme d'arcs de cercle et de portions de droite. A chaque élément géométrique du spectre correspond le comportement du système matériau-électrodes dans une zone fréquentielle donnée. Une première étape est d'essayer de modéliser le spectre par un circuit modèle. L'étape suivante est d'essayer de donner une signification physique au modèle établi.

3.2. MODELISATION

Comme nous l'avons vu précédemment, la boue est majoritairement composée d'eau dans laquelle des composés organiques et minéraux sont dissous ou en suspension. Du point de vue de sa composition, on peut donc considérer la boue comme un électrolyte

organique. Pour des mesures de type capacitives comme celles réalisées ici, le modèle le plus communément admis pour décrire l'évolution de la permittivité complexe en fonction de la fréquence d'excitation d'un électrolyte, est le modèle de Debye.

Ce modèle décrit les interactions entre une onde électromagnétique et la matière par la capacité qu'a cette dernière à se polariser (i.e. à s'orienter suivant le champ électrique). Ces interactions correspondent à cinq phénomènes dont les deux premiers peuvent être décrits par le modèle de Debye. Par ordre croissant des fréquences :

- Déplacement des charges d'espace (macro polarisation)
- Rotation de molécules polaires
- Vibration atomique
- Vibration des électrons de valence
- Vibration des électrons internes

La transition entre ces phénomènes se produit au niveau de fréquences dites de relaxation (de résonance pour les phénomènes vibratoires) correspondant à des temps spécifiques (temps de relaxation) représentant le temps nécessaire à la matière pour se repolariser (Figure 3-11).

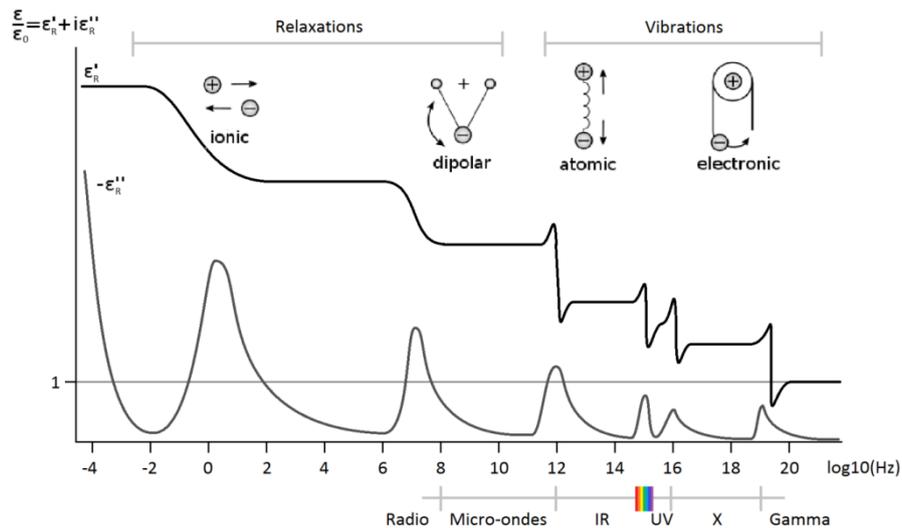


Figure 3-11 Représentation simplifiée de la permittivité d'un matériau en fonction de la fréquence de l'onde électromagnétique.

Si on se limite aux relaxations de Debye (< 1GHz), le modèle peut être défini par différents circuits électriques équivalents. Les deux plus connus sont les circuits de Voigt et de Maxwell (Figure 3-12). Le premier, représenté par des cellules en série, traduit le modèle par une somme de pertes (résistance et réactance) tandis que le second, représenté par des branches en parallèle, traduit le modèle par une somme de « gains » (conductance et susceptance).

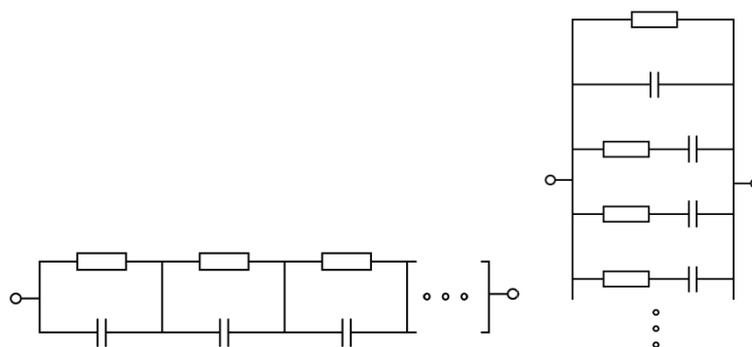


Figure 3-12 Circuits de Voigt (à gauche) et de Maxwell (à droite).

Les deux circuits sont équivalents et contiennent strictement les mêmes informations. Ils sont mathématiquement égaux, mais présentent deux visions différentes d'une même observation. On peut passer numériquement de l'un à l'autre par une fonction de transfert, ou bien considérer d'autres circuits intermédiaires.

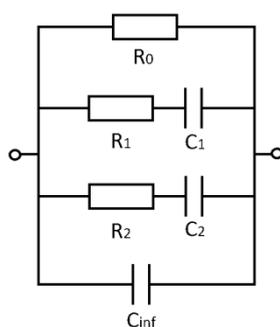


Figure 3-13 Circuit de Maxwell correspondant aux deux fréquences de relaxation ionique et dipolaire de Debye.

Le circuit de Maxwell correspondant aux deux fréquences de relaxation ionique et dipolaire (Figure 3-13) est plus proche du modèle de Debye. Chaque branche (R_1C_1 et R_2C_2) du circuit correspond directement à un temps de relaxation équivalent à la fréquence maximale de présence de la polarisation considérée. Les condensateurs (et par conséquent les permittivités), parallèles les uns aux autres, s'additionnent suivant les fréquences décroissantes.

La permittivité est l'image de la polarisabilité suivant la relation de Clausius-Mossotti :

$$\alpha = 3\varepsilon_0 \frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 2} \cdot \frac{M}{N_a d}$$

Avec ε_0 la permittivité du vide, ε_r la permittivité relative du matériau, M la molarité du matériau, d la densité du matériau et N_a le nombre d'Avogadro.

Par conséquent, le matériau est plus polarisable pour des variations de champ électrique lentes. Les conductivités (correspondantes aux résistances) sont la conséquence directe de la polarisabilité et de la relaxation du matériau. Elles

s'additionnent pour les fréquences croissantes. La résistance R_0 correspond quant à elle à la conductivité continue du matériau tandis que C_{inf} représente ici la permittivité au-delà de la deuxième fréquence de relaxation.

En théorie, à partir des permittivités, on peut remonter aux propriétés intrinsèques du matériau, sur la base des relations suivantes :

- Longueur de Debye

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon kT}{N_a e^2 \sum c_i z_i}}$$

- Charges de surface de Graham :

$$\sigma = \sqrt{8c_0 \epsilon \epsilon_0 RT} \sinh\left(\frac{ze\psi_0}{2k_B T}\right)$$

- Nombre de porteurs de charges n (Coelho, 1983)

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon_3 + \frac{\epsilon_2 - \epsilon_3}{1 + i\omega\tau_2} \quad \rightarrow \quad \epsilon_2 - \epsilon_3 = \frac{np^2}{3kT}$$

- Rayon hydrodynamique de l'élément considéré a (Kortschot et al., 2014)

$$\tau_2 = \frac{4\pi\eta a_H^3}{kT}$$

- Paramètre de dispersion d'Einstein D et mobilité μ (Coelho, 1983)

$$f_1 = \frac{5D}{4\pi d^2} \quad \text{ou} \quad \frac{\mu}{2\pi d} \left(\frac{nkT}{\epsilon}\right)^{1/2}$$

3.3. MATERIELS ET METHODES

3.3.1. Matériels

Les mesures électriques ont été réalisées avec un analyseur d'impédance Hioki IM3570 équipé d'une sonde de conductivité (WTW Tetracon 325 et LTA/KS). Les constantes de cellule sont 0.475cm^{-1} en 4 points et 0.244cm^{-1} en 2 points pour la Tetracon ainsi que 0.901cm^{-1} pour la LTA/KS.

La constante de cellule de la sonde dépend du type de branchement choisi (2 ou 4 points). En 2 points, les phénomènes d'interface matériau/sonde sont observés alors que le branchement 4 points (utilisé préférentiellement) permet de se focaliser sur la réponse du matériau en tant que tel (ce qui est couramment appelé réponse du « bulk »).

L'analyseur a d'abord été piloté par un programme Matlab conçu spécifiquement pour ces mesures (Annexes 2) puis transféré sous Labview.

Ce programme permet de s'assurer de la stabilité en température de l'échantillon, ainsi que de la stabilité de la mesure (pour éviter de faire des mesures en état transitoire) en s'assurant en amont de la mesure effective que l'écart-type des mesures est inférieur à 0.01% pour des fréquences spécifiques (4kHz, 40kHz et 400kHz).

3.3.2. Protocoles

Une tension sinusoïdale de 50mV est appliquée en faisant varier la fréquence par paliers successifs entre 4Hz et 5MHz selon une progression logarithmique (201 points).

A partir des données de module et de phase renvoyées par l'analyseur, les parties réelle et imaginaire de l'impédance sont calculées et permettent de tracer les diagrammes complexes.

Comme pour les mesures rhéologiques, les mesures électriques ont été systématiquement triplées. Sur la globalité des spectres, l'écart-type étant inférieur à 1%, les barres d'erreur ne sont pas représentées sur les graphiques afin de ne pas en gêner la lecture.

Pour l'acquisition des propriétés électriques du matériau, deux étapes sont systématiquement réalisées. La première consiste à attendre la stabilité de la mesure avant acquisition, la seconde est un post-traitement permettant la compensation des impédances de câblage.

3.3.3. Acquisition des données

Le matériau étudié est très sensible à la température. Il est donc nécessaire de vérifier avant l'acquisition des données que la température est suffisamment stable et proche de la valeur souhaitée. Ceci peut être vérifié de manière manuelle ou automatisée. De plus, les mesures doivent être effectuées dans un état stationnaire de manière à ce que les propriétés mesurées soient comparables entre le début et la fin du balayage en fréquence. Pour cela un protocole automatisé a été mis en place, permettant de surveiller les variations des propriétés électriques au cours du temps (Figure 3-14).

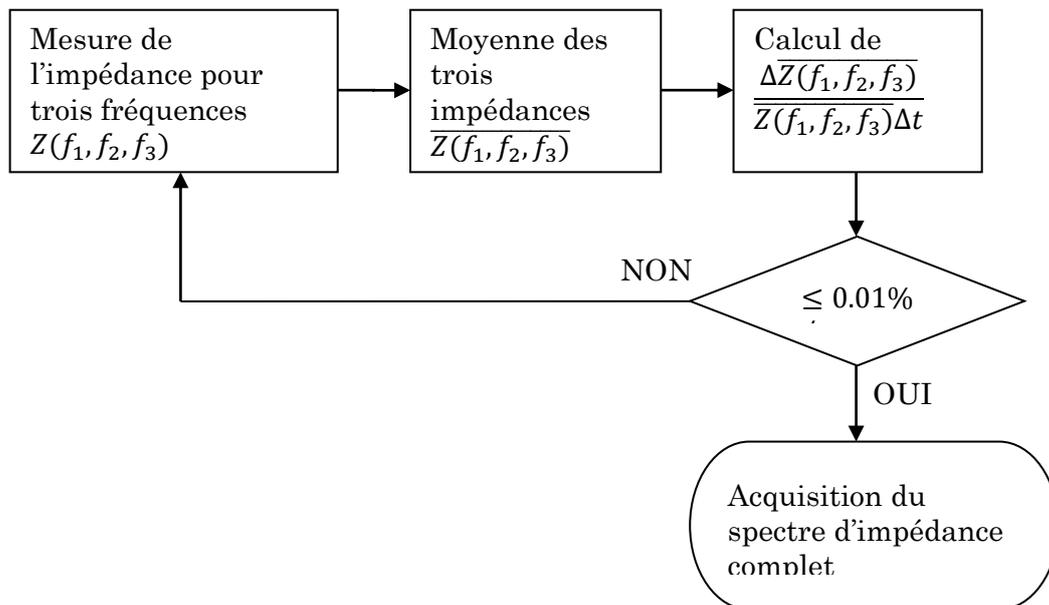


Figure 3-14 Principe de fonctionnement du programme d'acquisition des mesures d'impédance électriques.

Dans la pratique, on mesure l'impédance électrique pour trois fréquences. Le programme effectue une mesure par seconde. Si la variation de la moyenne des impédances est inférieure au seuil choisi, le programme autorise le déroulement normal de l'acquisition (Chapitre 3.3.3.1), sinon il attend que le critère soit rempli. Dans notre cas le critère est :

$$\frac{\Delta Z(f_1, f_2, f_3)}{Z(f_1, f_2, f_3)\Delta t} \leq 0.01\%/s$$

3.3.4. Post-traitement des données

Les câbles utilisés induisent une résistance supplémentaire, qu'il faut évaluer pour s'assurer que les mesures sont représentatives du matériau et non du matériel. En connectant les câbles entre eux, pour produire un court-circuit, nous mesurons le spectre d'impédance $Z_{SC}(j\omega)$ des câbles : les valeurs obtenues étant de seulement quelques Ohms, elles peuvent être négligées dans certains cas (matériaux peu chargés par exemple) mais pour plus de rigueur, il est préférable de les prendre en compte.

La même vérification est effectuée en circuit ouvert pour déterminer le spectre d'impédance $Z_{OC}(j\omega)$ du couplage capacitif entre les conducteurs : cette impédance est très grande devant l'impédance du matériau. Comme précédemment, ses effets peuvent généralement être négligés.

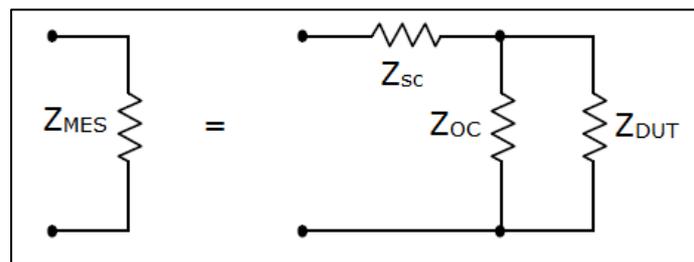


Figure 3-15 Décomposition de l'impédance mesurée.

Connaissant les impédances en court-circuit et en circuit ouvert, l'impédance du matériau étudié peut donc être recalculée à partir de la formule suivante :

$$Z_{Mes} = (Z_{DUT} // Z_{OC}) + Z_{SC} = \left(\frac{Z_{DUT} \times Z_{OC}}{Z_{DUT} + Z_{OC}} \right) + Z_{SC}$$

$$Z_{DUT} = \frac{Z_{Mes} - Z_{SC}}{1 - \frac{Z_{Mes} - Z_{SC}}{Z_{OC}}}$$

Où Z_{Mes} , Z_{SC} , Z_{OC} et Z_{DUT} sont respectivement les impédances mesurée, des câbles en court-circuit, des câbles en circuit ouvert, et effective du matériau.

Si les impédances des câbles sont généralement négligeables, il est tout de même préférable d'en tenir compte (Annexes 1). Une fois les spectres corrigés, on en extrait des grandeurs plus pertinentes et discernables en ajustant un circuit de Maxwell sur nos données. Ceci permet de résumer un spectre de 201 points en 3 ou 4 composants électriques basiques que l'on peut ensuite décliner.

Chapitre 4. RESULTATS

« Tu vois, le monde se divise en deux catégories : ceux qui ont un pistolet chargé et ceux qui creusent. Toi, tu creuses. »

LE BON – LE BON, LA BRUTE ET LE TRUAND – 1966

1. CARACTERISTIQUES ELECTRIQUES ET RHEOLOGIQUES D'UNE BOUE

Le Chapitre 4 présente l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus au cours de la thèse. Il se divise en plusieurs sous-parties. Dans un premier temps, les caractéristiques rhéologiques et électriques globales d'une boue résiduaire seront présentées. La deuxième partie détaillera comment la température impacte ces propriétés et leur corrélation. La troisième partie portera sur l'effet de la teneur en matières sèches tandis que la quatrième partie, complémentaire à la précédente, abordera la question de la structure. Enfin, l'ensemble des résultats sera discuté.

1.1. CARACTERISATION RHEOLOGIQUE

La littérature nous a appris que les boues étaient des fluides non-Newtoniens, rhéofluidifiants, avec un seuil de contrainte lorsque la teneur en matières sèches est suffisante. Dans cette partie, nous avons considéré une boue présentant toutes ces caractéristiques.

Par la suite, lorsqu'il sera fait référence à des échantillons ne répondant pas à ces critères, leurs spécificités seront précisées.

Conformément à la littérature, en régime liquide, la boue étudiée présente effectivement un seuil de contrainte et, sur une large gamme de vitesse de cisaillement (Figure 4-1), elle obéit parfaitement à un modèle de Herschel-Bulkley modifié (Baudez et al., 2011) :

$$\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n + \mu\dot{\gamma}$$

Avec τ_c le seuil d'écoulement, K la consistance, n l'indice de consistance et μ la viscosité (infinie) de Bingham.

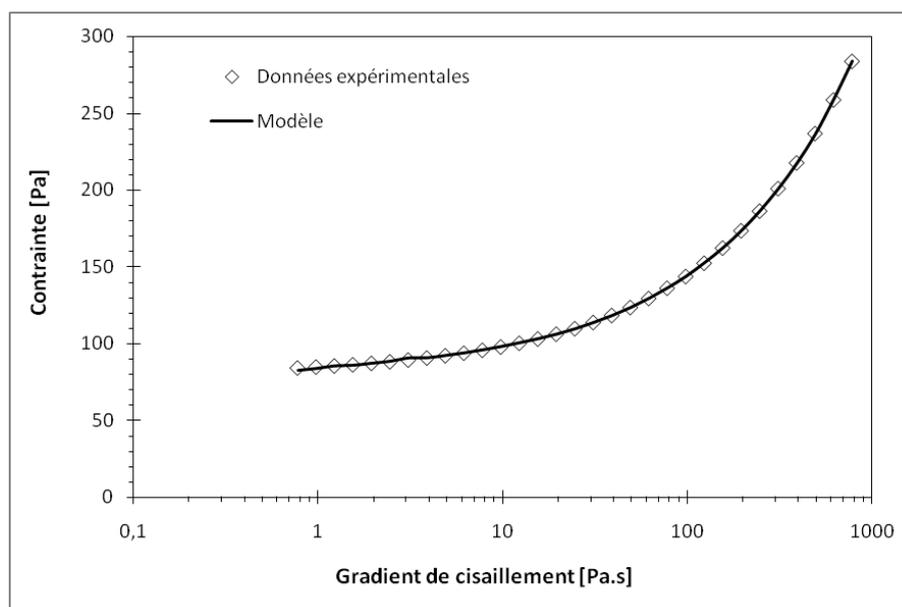


Figure 4-1 Courbe d'écoulement d'une boue à 8.7% de siccité (à 30°C) (losanges) et modèle de Herschel-Bulkley modifié (carrés) : $\tau_c = 80.4$, $K = 5.43$, $n = 0.53$, $\mu = 0.022$, $R^2 = 0.9999$.

En régime solide, comme déjà montré par Ayol et al. (2006) puis Dieudé-Fauvel et Dentel (2011), lorsque les boues sont soumises à un balayage à faible amplitude, leurs modules élastique et visqueux restent constants sur une certaine gamme de déformation et forment un plateau identifié comme étant le domaine viscoélastique linéaire : sur cet intervalle de déformation les modules élastique et visqueux sont indépendants de la déformation à laquelle est soumis l'échantillon (Figure 4-2).

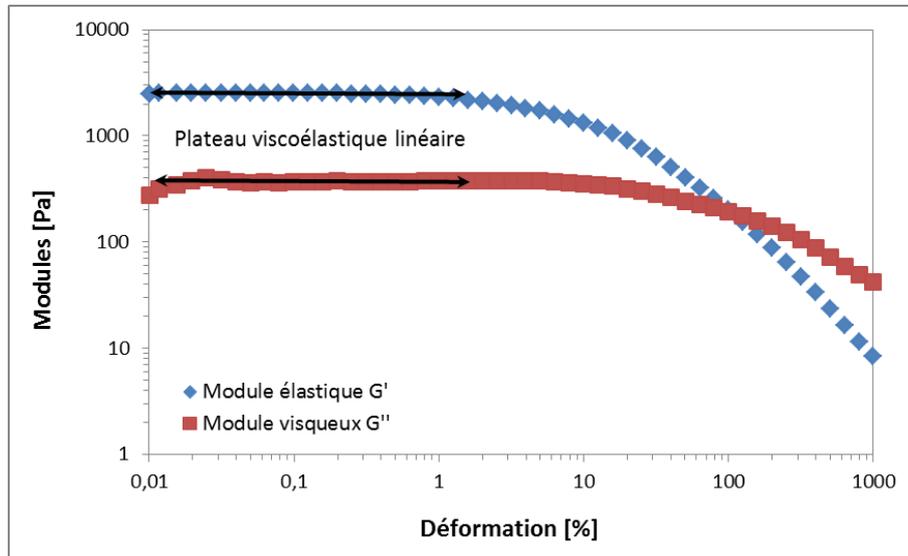


Figure 4-2 Modules élastique et visqueux d'une boue résiduaire à 10.3%MS en fonction de la déformation lors de mesures dynamiques à 1Hz.

Au-delà du plateau viscoélastique linéaire, les modules deviennent dépendants de la déformation. Après le point de croisement, ils suivent une loi de puissance avec la déformation, de la forme (Figure 4-3) :

$$G'(\omega) = A\gamma^{-n}$$

$$G''(\omega) = B\gamma^{-1}$$

Où A , B , et n sont des constantes et ω la pulsation telle que $\omega = 2\pi f$.

En théorie, si l'on est suffisamment loin du point de croisement, n tend vers -1.5 et m tend vers -1.

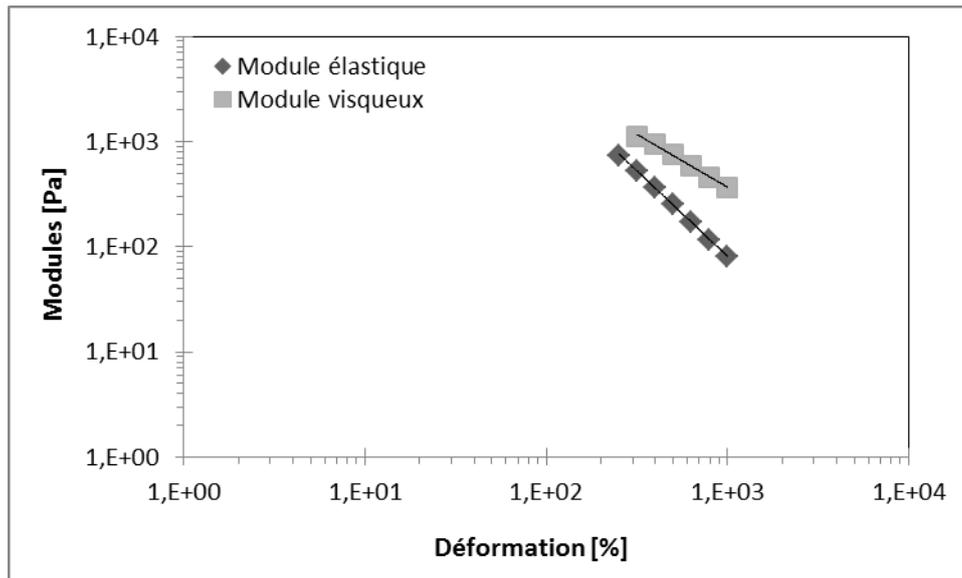


Figure 4-3 Evolution des modules élastique et visqueux après le point de croisement pour la boue à 17.6% de siccité (mesure à 20°C). Les lois de puissance sont les suivantes : $G' = 6.10^6 \gamma^{-1.625}$ ($R^2 = 0.9985$) et $G'' = 6379231 \gamma^{-1.004}$ ($R^2 = 0.9993$).

Ce comportement est typique des matériaux mous ('soft-matter', en Anglais), comme l'ont mis en évidence Baudez et al. (2013).

Dans toute la suite, nous ne considérerons que les valeurs du plateau viscoélastique linéaire et du seuil de contrainte pour définir le comportement solide de la boue.

1.2. CARACTERISATION ELECTRIQUE

Si les propriétés électriques d'un matériau lui sont intrinsèques, le signal mesuré dépend fortement du matériel utilisé. Dans ce qui suit, deux types de câblage ont été utilisés et apportent des informations complémentaires, toutes reliées à la signature électrique de la boue considérée.

1.2.1. Cellule câblée en 4 fils

Indépendamment du câblage, les mesures de spectroscopie d'impédance peuvent s'exprimer sous la forme de diagrammes fréquentiels ou diagrammes de Bode (Figure 4-4) ou sous la forme d'un diagramme complexe dit de Nyquist (Figure 4-5).

Sur la gamme de fréquence considérée, le module et la phase suivent d'abord un plateau aux faibles fréquences et diminuent aux fréquences élevées.

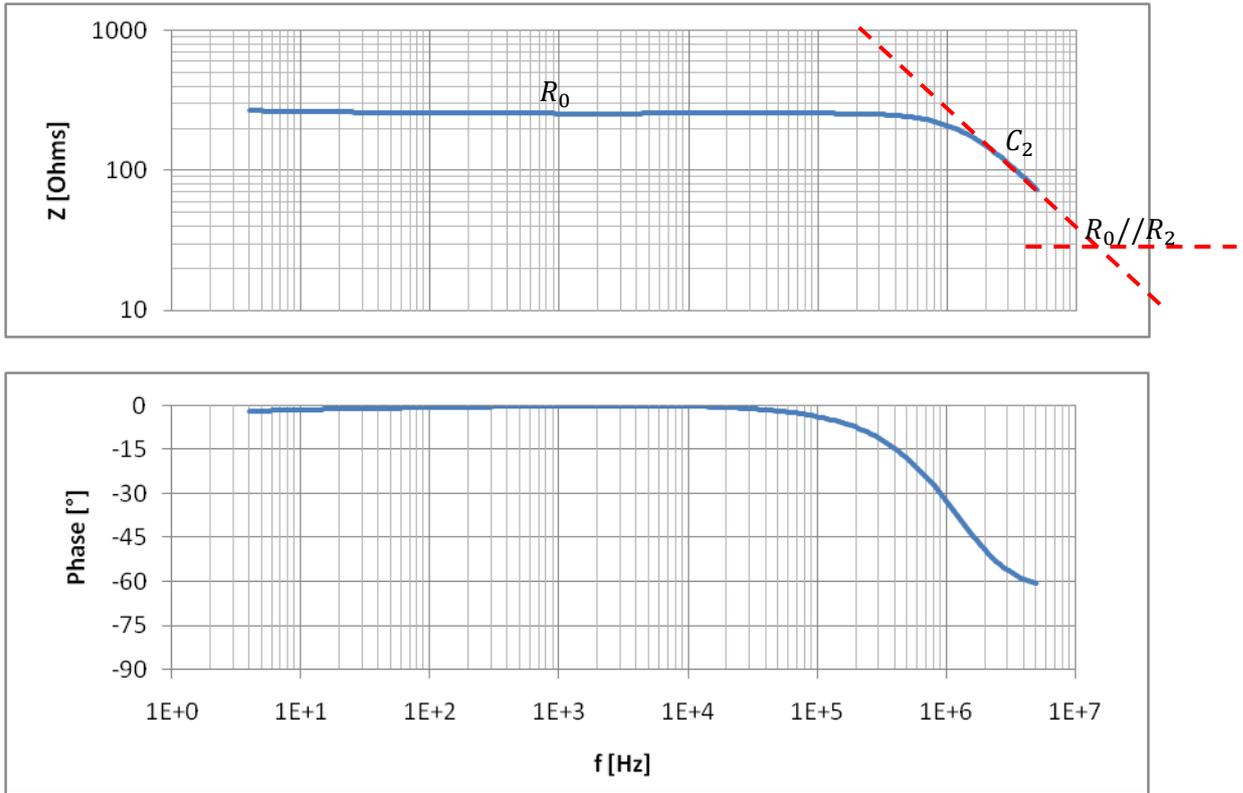


Figure 4-4 Diagramme de Bode d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.

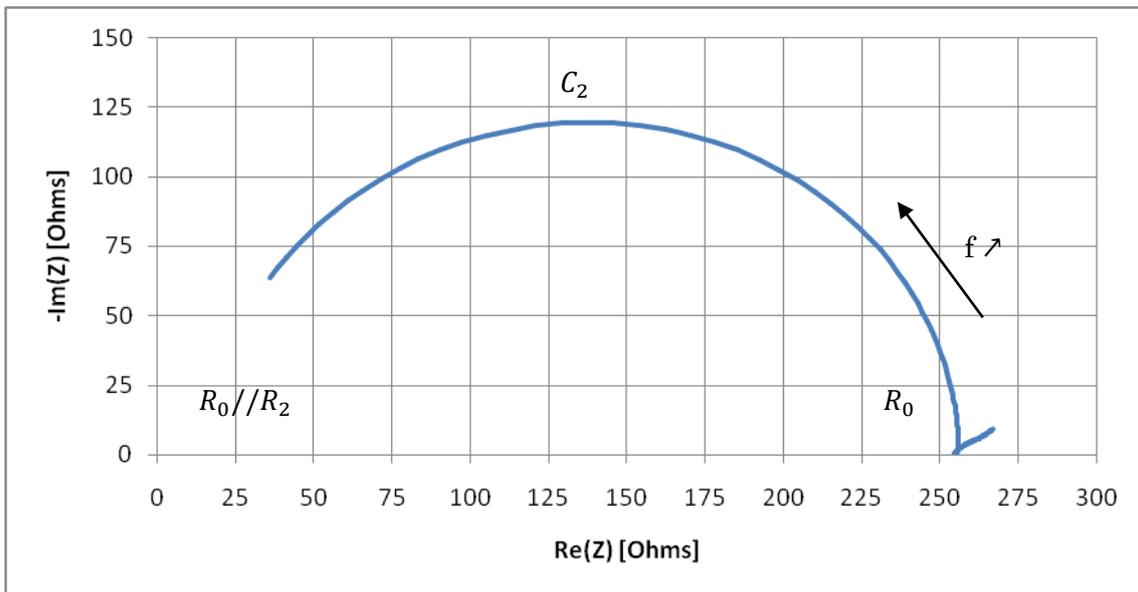


Figure 4-5 Diagramme de Nyquist d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.

Comme illustré dans le Chapitre 2, une méthode fréquente d'analyse des mesures d'impédance consiste à représenter la réponse électrique par des circuits modèles équivalents (Macdonald and Garber, 1977 ; Macdonald, 1992 ; Mason et al., 2002) dont

les éléments et connectivités sont autant que possible représentatifs des processus physiques considérés comme importants pour le système.

La forme du diagramme de Nyquist suggère d'utiliser le circuit de Maxwell (Figure 4-6) tel qu'il a été présenté au Chapitre 3.3.2.

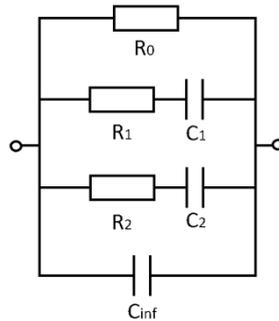


Figure 4-6 Circuit de Maxwell correspondant aux deux fréquences de relaxation ionique et dipolaire.

Cependant, puisque notre diagramme de Nyquist ne comporte qu'un seul arc de cercle, de surcroît incomplet, et ne correspondant qu'à une seule relaxation, il peut simplement être modélisé par une unique branche RC dans le circuit de Maxwell (Figure 4-12) :

- Le côté droit du cercle correspond au plateau de résistivité (diagramme de Bode), et représente la résistivité aux basses fréquences, symbolisée par la résistance R_0 . Si l'on se réfère au circuit initial de Maxwell, la résistance R_1 est donc incluse dans R_0 qui représente ici une limite des données mesurables
- La partie décroissante du diagramme de Bode ($>1\text{MHz}$), correspondant à l'arc de cercle en tant que tel, représentatif de la capacité C_2 . Le côté gauche de l'arc de cercle semble ne pas finir à l'origine du repère : l'intersection (non visible) entre la fin de l'arc de cercle et l'axe des abscisses correspond à $R_0//R_2$ d'après le circuit de Maxwell. Ce second plateau résistif apparaîtra au-delà de la fréquence de relaxation dans le diagramme de Bode (ligne en pointillés). R_2 peut ensuite être extrapolée à partir de la fonction de transfert du circuit.

L'ensemble de ces éléments permet ensuite de calculer la fréquence de relaxation $f_2 = \frac{1}{2\pi R_2 C_2}$. Dans le cas présent, elle est de l'ordre de quelques 10MHz et s'apparente donc à une relaxation dipolaire (cf. Chapitre 1).

En pratique, R_0 décrit la limite basse fréquence accessible expérimentalement et correspond à $\frac{1}{R_0} = \sum_{i<2} \sigma_i$ la somme des conductivités non dissociables par les données à disposition (c'est-à-dire qu'il n'est pas possible de les déterminer expérimentalement avec le matériel à disposition).

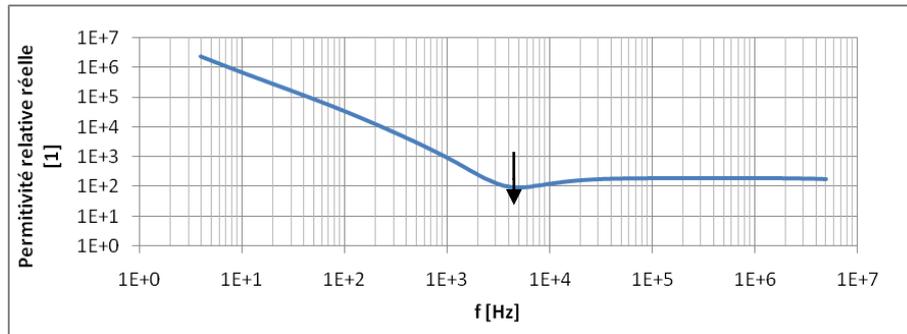


Figure 4-7 Permittivité relative d'une boue à 1% mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.

On note un creux aux alentours de 4kHz. Historiquement, il s'agit de la fréquence à laquelle on mesurait la conductivité. La sonde utilisée étant initialement destinée à être raccordée à un conductimètre, on peut penser qu'elle a été conçue plus spécifiquement pour cette utilisation.

Sur la Figure 4-7 représentant l'évolution fréquentielle de la permittivité, le plateau aux fréquences élevées (supérieures à la fréquence de relaxation f_2) se rapporte au condensateur C_2 . D'après la définition de la relaxation par Debye (Coelho, 1983), on peut exprimer la permittivité complexe par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_3 + \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_3}{1 + i\omega\tau_2}$$

Avec ε^* la permittivité complexe, ε_2 et ε_3 la permittivité réelle se rapportant respectivement à C_2 et C_3 et τ_2 le temps de relaxation.

En utilisant cette définition, il serait théoriquement possible de déterminer $\varepsilon_3 \equiv C_{inf}$. Toutefois, les données expérimentales finissant à une fréquence $f \ll f_2$, elles représentent essentiellement $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_2$, et ne permettent pas d'extraire une valeur pour C_{inf} .

Aux basses fréquences, la permittivité relative réelle diminue lorsque la fréquence augmente. Il s'agit ici de la transition entre ε_2 et ε_1 pouvant nous donner des informations sur la relaxation ionique. Comme précédemment les limites de l'appareillage utilisé ne permettent cependant pas de déterminer les éléments relatifs à celle-ci.

Pour aller plus loin, nous avons complété nos données avec une mesure avec une cellule câblée à 2 électrodes, supposée amplifier les effets d'interfaces (ioniques).

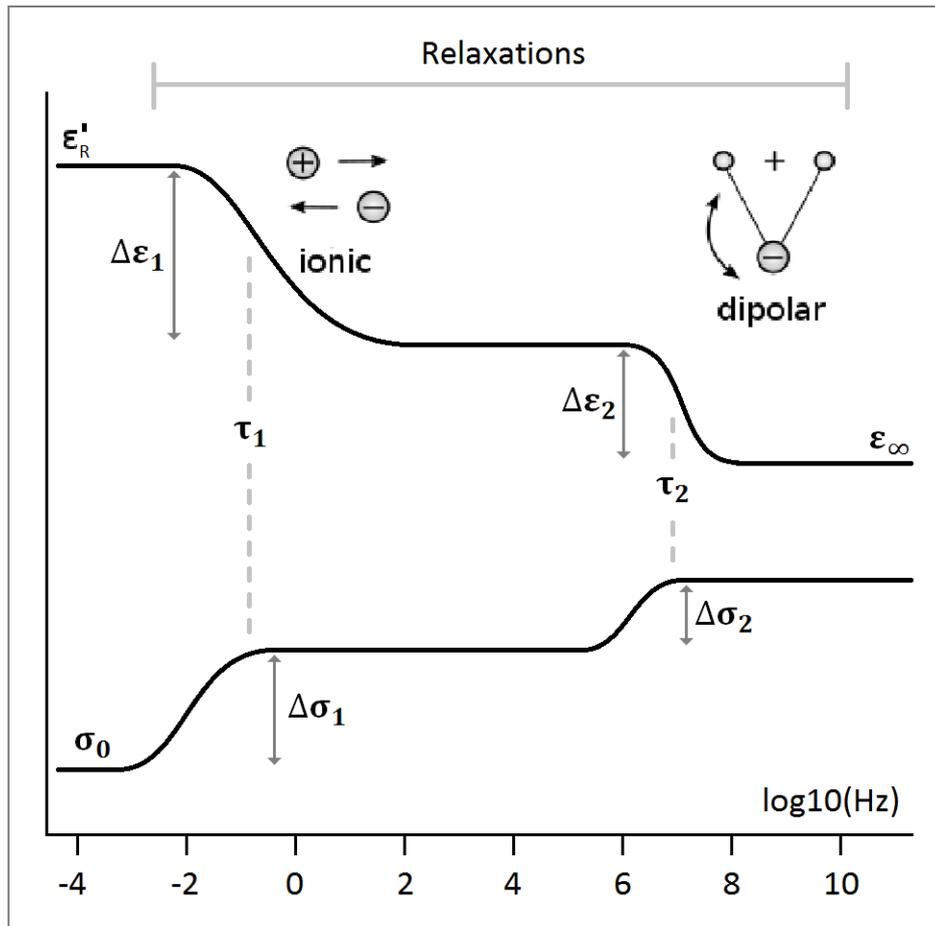


Figure 4-8 Représentation des deux relaxations de Debye.

1.2.2. Cellule câblée en 2 fils

Avec une cellule à deux électrodes, les diagrammes obtenus diffèrent plus ou moins fortement du câblage en 4 points. Les constantes de cellule étant différentes, les valeurs numériques ne sont évidemment pas les mêmes. Toutefois, le diagramme de Nyquist présente toujours un arc de cercle partiel correspondant à R_0 , R_2 et C_2 . Il n'est cependant toujours pas possible de déterminer C_{inf} , pour les mêmes raisons que précédemment. On note par contre que les phénomènes aux basses fréquences ont été amplifiés mais restent insuffisants pour déterminer tout ou partie de la branche R_1C_1 du circuit complet de Maxwell.

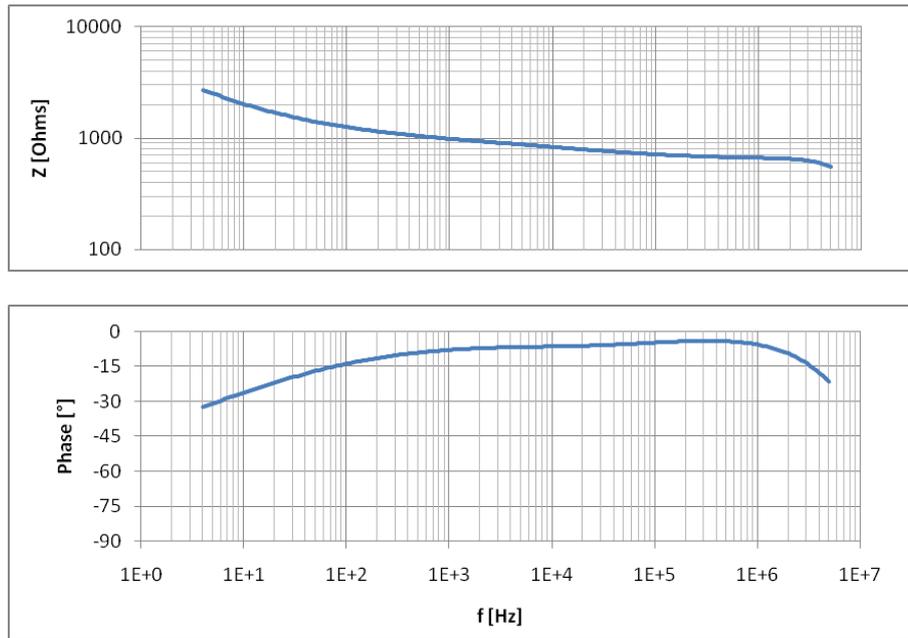


Figure 4-9 Diagramme de Bode d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.

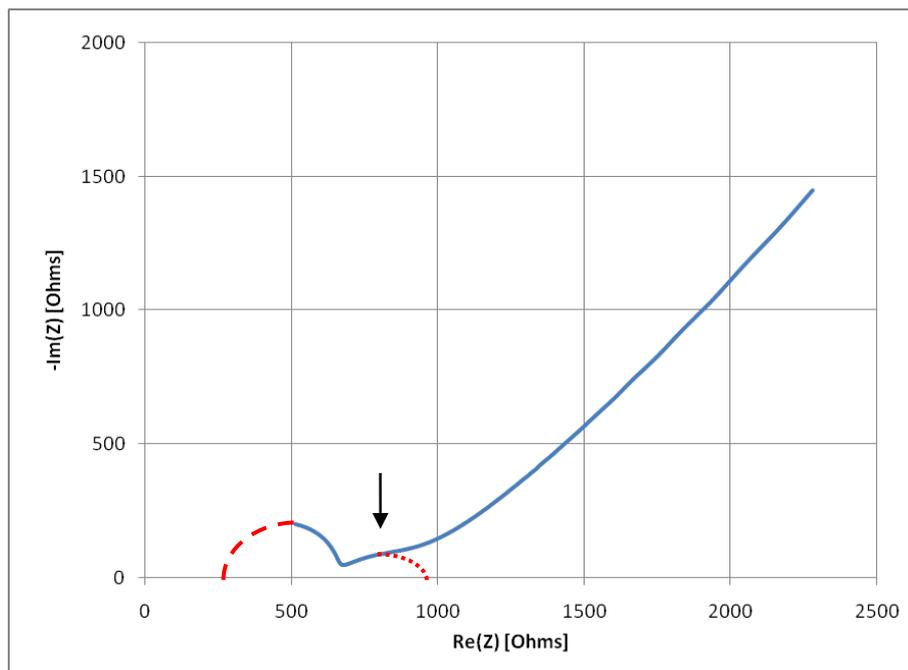


Figure 4-10 Diagramme de Nyquist d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.

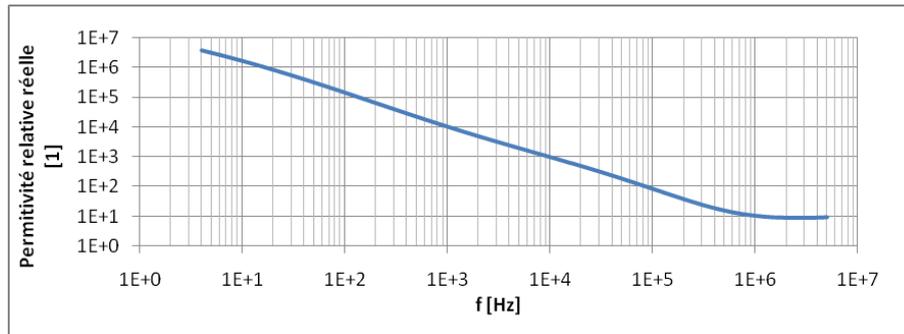


Figure 4-11 Permittivité relative d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.

La cellule câblée pour une utilisation à deux électrodes met toujours en avant les effets aux basses fréquences, si bien que pour les teneurs en matières sèches les plus élevées l'arc de cercle tend à disparaître totalement. Le point de rebroussement (limite entre l'arc et la portion de droite) reste lui toujours accessible. Dans les cas extrêmes nous n'aurons donc accès qu'à R_0 .

1.2.3. Bilan des mesures électriques

Les mesures effectuées sur une cellule câblée en 2 ou 4 points, bien que complémentaires, ne nous permettent pas de reconstituer tous les éléments d'un circuit de Maxwell. L'une et l'autre mettent néanmoins en avant différents phénomènes contenant les mêmes informations.

De fait, le circuit final que nous sommes en mesure de définir dans la gamme de fréquence utilisée a donc la forme suivante (Figure 4-12) :

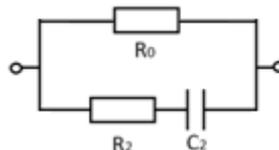


Figure 4-12 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.

L'équation de transfert correspondant au circuit est la suivante :

$$Z(j\omega) = R_0 \frac{1 + jR_2C_2\omega}{1 + j(R_0 + R_2)C_2\omega}$$

Par la suite, nous utiliserons majoritairement les mesures en 4 points qui nous permettent d'avoir accès dans tous les cas à R_0 , R_2 et C_2 , les paramètres du circuit équivalent représentatif de la signature électrique des boues résiduaires.

1.3. CONCLUSION

Les résultats présentés ici sont valables pour la majeure partie des échantillons considérés lors de ce travail de thèse. Ils sont donc qualitativement représentatifs du comportement général des boues résiduaires.

Dans la suite, nous verrons comment des paramètres externes (tels que la température) ou internes (teneur en matières sèches et donc structure du matériau) impactent ou contrôlent les caractéristiques rhéologiques et électriques des boues résiduaire et nous établirons une corrélation entre-elles.

Des cas limites seront également considérés. Leur comportement n'obéissant pas strictement aux généralités présentées ci-dessus, les spécificités des échantillons en question seront précisées.

2. IMPACT DE LA TEMPERATURE

2.1. CONTEXTE

Dieudé-Fauvel et al. (2009) ont montré que la viscosité apparente et les propriétés électriques de la boue suivaient la même loi exponentielle avec la température :

- une loi d'Arrhenius pour la boue liquide
- une loi non-Arrhenius de type VTF (Vogel-Tammann-Fulcher) pour une boue pâteuse, similaire à l'évolution de la résistivité en fonction de la température pour des liquides ioniques (Vila et al. 2006) et des électrolytes solides de polymères (Karan et al., 2008).

Qu'il s'agisse des boues liquides ou des boues pâteuses, la même énergie d'activation a été obtenue pour la viscosité et pour la résistivité. Ces résultats ont été interprétés en émettant l'hypothèse que les mêmes mouvements et interactions moléculaires étaient à l'origine de l'écoulement visqueux et de la mobilité des charges.

Cependant, Baudez et al. (2013) ont montré que, pour des boues digérées liquides, la relation VTF s'appliquait au régime solide alors que la relation d'Arrhenius n'est valable que pour le régime liquide.

On a donc d'un côté, une relation non-Arrhenius pour les caractéristiques solides d'une boue peu concentrée (4%MS), alors que d'un autre côté, la même relation s'applique aux propriétés liquides d'une boue fortement concentrée (15%MS) (Dieudé-Fauvel et al., 2009).

Dans cette partie, nous clarifions dans un premier temps cette ambiguïté en démontrant que la loi d'Arrhenius n'est valable que lorsque la structure de la boue est totalement cassée, c'est-à-dire lorsque le taux de cisaillement est assez grand pour négliger les propriétés non-hydrodynamiques (Baudez et Coussot, 2001). Dans un second temps, nous analysons le spectre d'impédance de la boue et montrons une dépendance à la température en loi d'Arrhenius du module d'impédance, tandis que la phase suit une relation VTF. Dans un troisième temps, nous modélisons la signature électrique de la boue avec un circuit de Maxwell et montrons que le condensateur suit une relation VTF avec la température, semblable aux propriétés solides de la boue (module élastique et seuil de contrainte) alors que la résistance suit une loi d'Arrhenius, similaire à la viscosité de Bingham (infinie), représentatives des propriétés liquides. Finalement, nous posons l'hypothèse que les résistances et les condensateurs sont respectivement

représentatifs des propriétés hydrodynamiques (visqueuses) et non hydrodynamiques (structure) de la boue.

2.2. RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats illustratifs présentés dans cette partie ont été obtenus sur une boue de siccité égale à 8.7%.

2.2.1. Analyse rhéologique

Comme illustré précédemment (Chapitre 4.1.1), la boue est un matériau non-Newtonien, rhéofluidifiant à seuil, possédant également des propriétés viscoélastiques solides mises en évidence par des mesures en dynamique. Ce comportement est dépendant de la température : plus la température augmente et plus les paramètres rhéologiques diminuent, ce qui traduit une fluidification de la boue (Figure 4-13 et Figure 4-14).

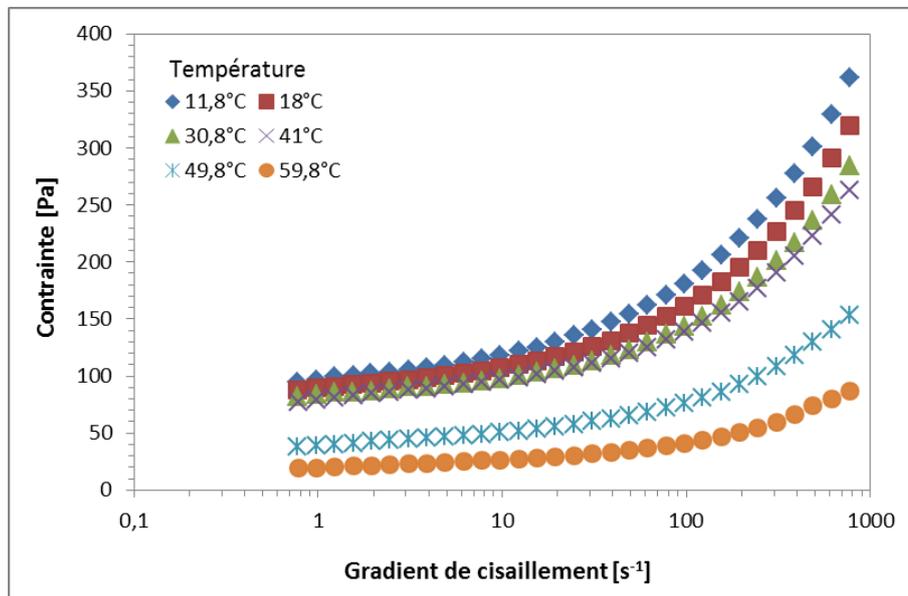


Figure 4-13 Courbes d'écoulement d'une boue à 8.7%MS à différentes températures.

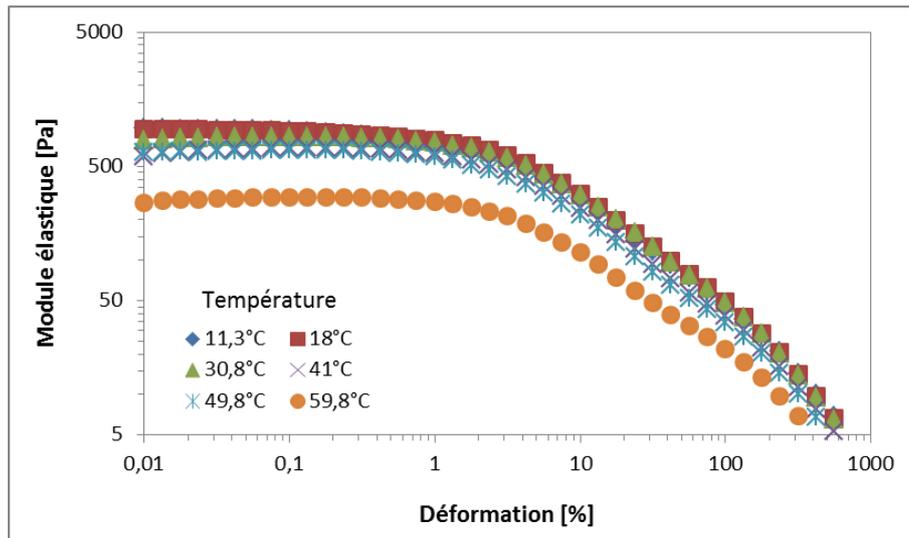


Figure 4-14 Evolution du module élastique en fonction de la déformation, pour une fréquence de 1Hz et pour différentes températures.

Les courbes d'écoulement ayant des formes identiques, une courbe maitresse peut être obtenue en adimensionnant la contrainte et le gradient de vitesse (Figure 4-15) par le seuil de contrainte et la viscosité infinie.

Une telle approche a été détaillée par Coussot (1995) et appliquée sur les boues par Baudez et Coussot (2001) puis Baudez et al. (2011).

Sous forme adimensionnée, la courbe d'écoulement peut être modélisée par l'équation suivante :

$$\frac{\tau}{\tau_c} = 1 + \frac{K}{\tau_c} \dot{\gamma}^n + \frac{\mu}{\tau_c} \dot{\gamma}$$

Soit :

$$T = 1 + k\Gamma^n + \Gamma$$

Avec $k = \frac{K}{\mu^n} \tau_c^{n-1}$.

Cette procédure nous permet de considérer un indice de loi de puissance constant et par conséquent de comparer de façon plus précise les caractéristiques rhéologiques de la boue aux différentes températures.

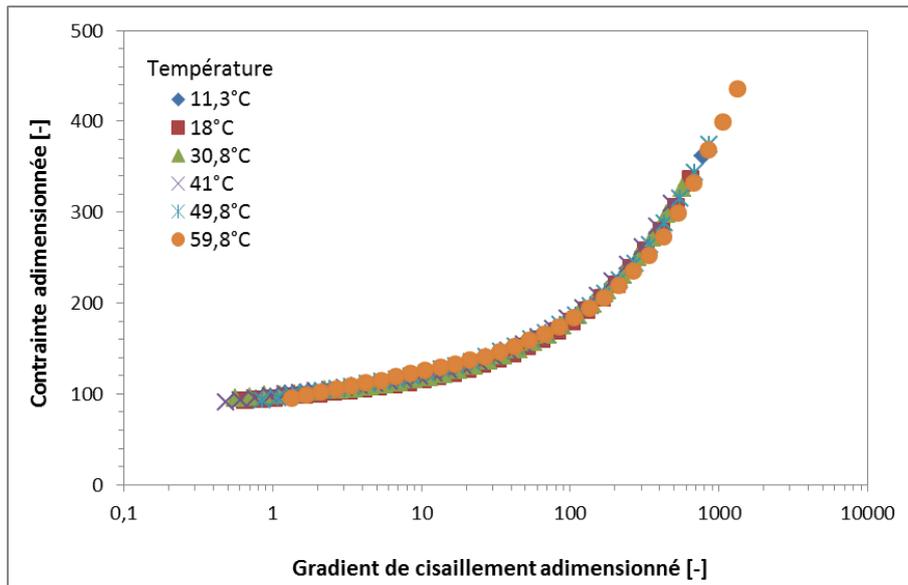


Figure 4-15 Courbe d'écoulement adimensionnée obtenue à partir de différentes températures.

Une procédure identique d'adimensionnement peut également être appliquée sur les modules élastiques et visqueux. Les facteurs d'adimensionnement permettent toutefois d'estimer les valeurs des modules élastique et visqueux, sur le plateau viscoélastique, pour n'importe quelle température comprise entre 10 et 60°C.

Le seuil d'écoulement (τ_c), la consistance (K), le module élastique (G') et le module de perte (G'') diminuent avec la température (Figure 4-16), suivant une loi de type VTF (Vogel-Tammann-Fulcher) avec la même énergie d'activation (Tableau 3) :

$$G' = A. \exp\left(\frac{Ea}{R(T - T_0)}\right)$$

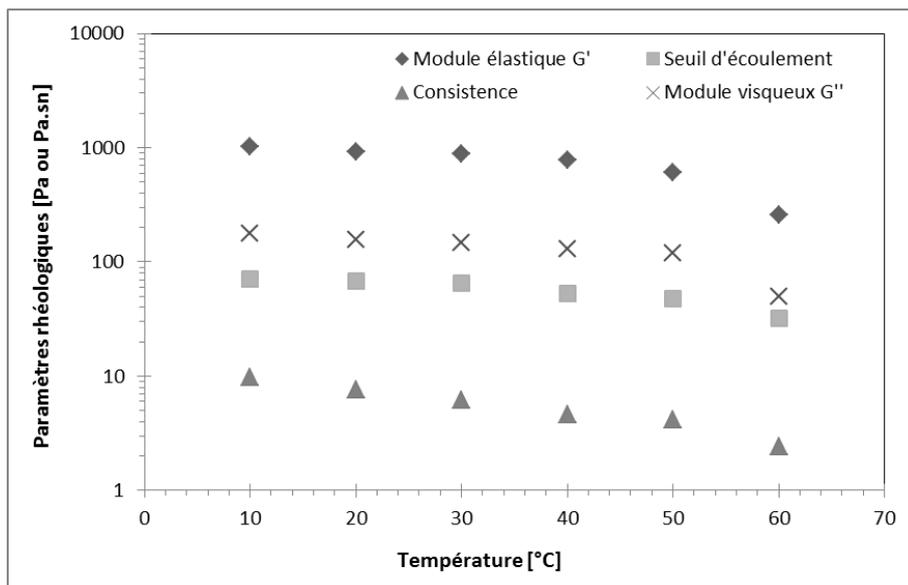


Figure 4-16 Evolution des paramètres rhéologiques en fonction de la température. Les quatre courbes peuvent être modélisées par une loi VTF.

Paramètres du modèle VTF	Seuil d'écoulement [Pa]	Consistance [Pa.s ⁿ]	Module élastique (plateau viscoélastique linéaire) [Pa]	Module visqueux (plateau viscoélastique linéaire) [Pa]
A [Pa ou Pa.sn]	134,9	14,9	2030,1	353,4
Ea/R [°C]	50,9	50,5	50,4	49,7
T ₀ [°C]	95,3	87,7	84,4	83,8

Tableau 3 Paramètres des lois VTF obtenues pour les différents paramètres rhéologiques.

Parallèlement, dans la gamme de température considérée, la viscosité infinie de Bingham s'avère proportionnelle à la viscosité de l'eau, indiquant une relation de type Arrhenius (Figure 4-17).

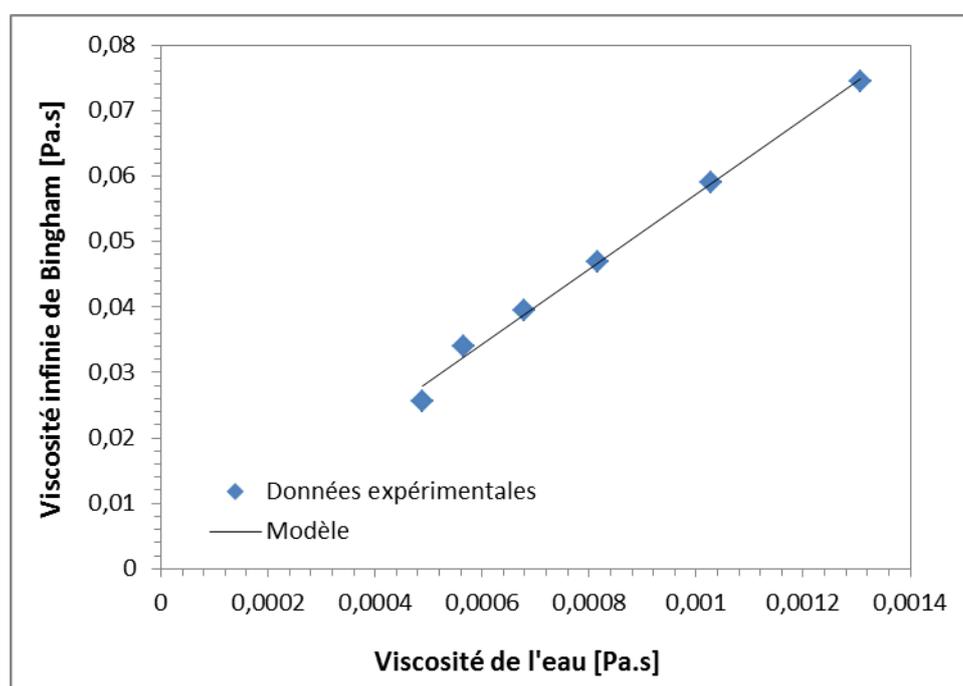


Figure 4-17 Viscosité infinie de Bingham en fonction de la viscosité de l'eau. Modèle : $\mu = 57.233\mu_{eau}$ ($R^2 = 0.9946$).

Ces résultats nous permettent d'expliquer pourquoi Dieudé-Fauvel et al. (2009) ont mis en évidence une relation de type VTF sur des boues pâteuses et de type Arrhenius sur des boues liquides : au cours de leurs expérimentations, ils ont considéré un gradient de cisaillement égal à $100s^{-1}$. Si $K.\dot{\gamma}^n \ll \mu.\dot{\gamma}$, alors les interactions non-hydrodynamiques peuvent être négligées et le comportement liquide prévaut, suivant une loi d'Arrhenius avec la température. Au contraire, si $K.\dot{\gamma}^n \gg \mu.\dot{\gamma}$, alors les interactions non-hydrodynamiques doivent être prises en compte ce qui aboutit à une relation de type VTF. A $100s^{-1}$, la relation $K.\dot{\gamma}^n \ll \mu.\dot{\gamma}$ est effectivement vraie pour la boue liquide, mais est fautive pour la boue pâteuse.

2.2.2. Analyse électrique

2.2.1. Signature électrique et modélisation

Comme pour les paramètres rhéologiques, la signature électrique des boues évolue également avec la température (Figure 4-18) : l'amplitude des diagrammes d'impédance complexe (des arcs de cercle incomplets) diminue lorsque la température augmente.

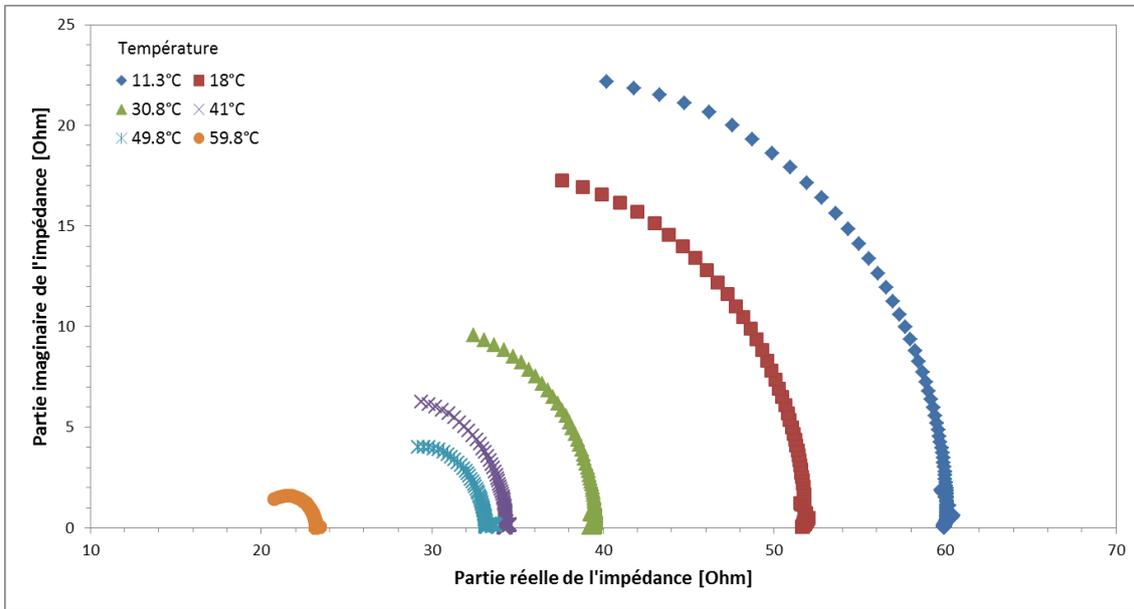


Figure 4-18 Diagramme de Nyquist d'une boue à 8.7%MS pour différentes températures.

Le circuit modèle développé dans la partie précédente (Figure 4-19) permet de parfaitement représenter la signature électrique des boues à différentes températures (Figure 4-20).

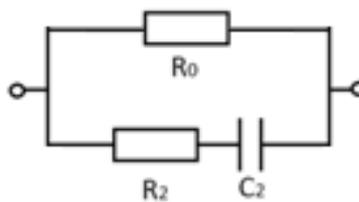


Figure 4-19 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.

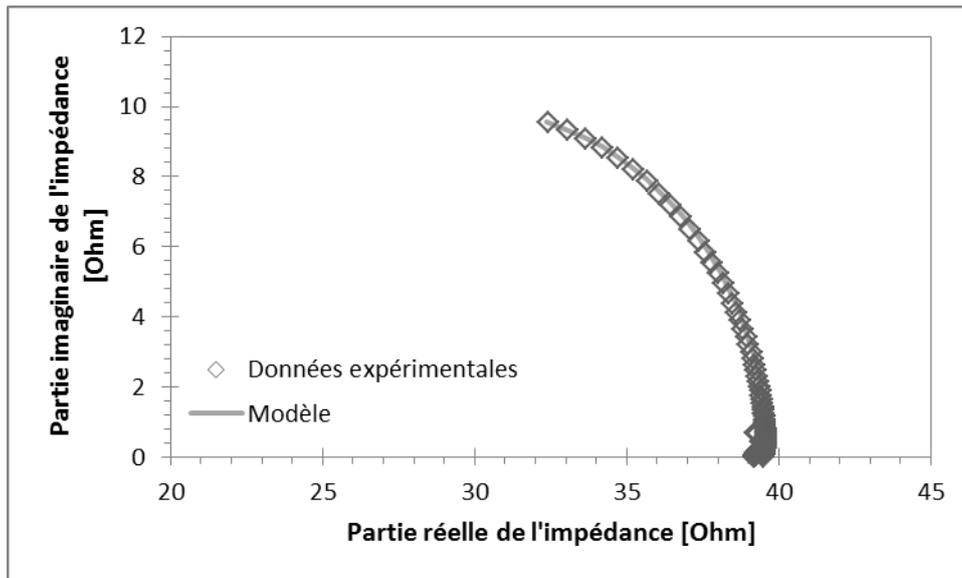


Figure 4-20 Diagramme de Nyquist d'une boue à 8.7%MS et 30,8°C ainsi que son modèle électrique

Température [°C]	R_1 [Ohm]	R_2 [Ohm]	C_1 [10^{-10} F]
11,3	25,1	60,3	3,51
18	26,9	51,8	3,44
30,8	32,1	39,4	3,03
41	36,8	34,1	2,69
49,8	38,5	32,7	2
59,8	115,5	20,9	0,09

Tableau 4 Composants des circuits équivalents.

2.2.2. Corrélation avec les grandeurs rhéologiques

Tout comme les caractéristiques rhéologiques, ces éléments du circuit modèle, évoluent avec la température (Tableau 3 et Tableau 4).

Plus encore, ils sont liés aux caractéristiques rhéologiques comme suit :

- R_0 est directement proportionnelle à la viscosité infinie (Figure 4-21)
- C_2 est proportionnelle au module élastique (Figure 4-22)
- La grandeur $1/R_2$ (qui est équivalente à une conductance) est proportionnelle au module de perte G'' (Figure 4-23).

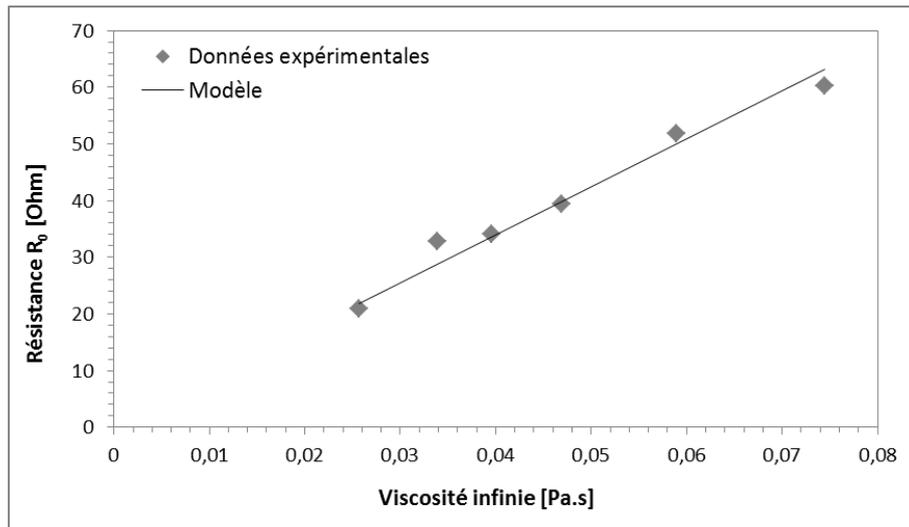


Figure 4-21 Relation entre la résistance R_0 et la viscosité infinie μ . Le modèle est $R_2 = 849.26\mu$ avec $R^2 = 0.9715$.

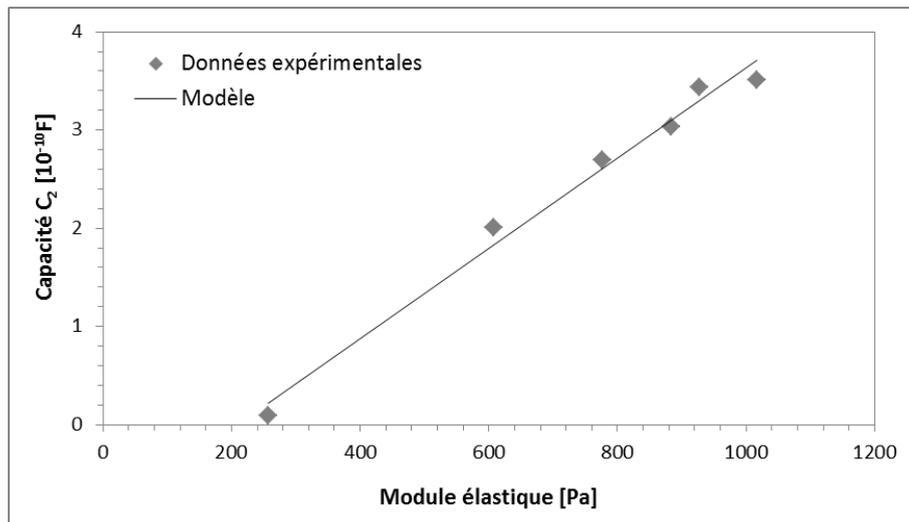


Figure 4-22 Relation entre la capacité C_2 et le module élastique G' . Le modèle est $C_2 = 0.0046G' - 0.9654$ with $R^2 = 0.986$.

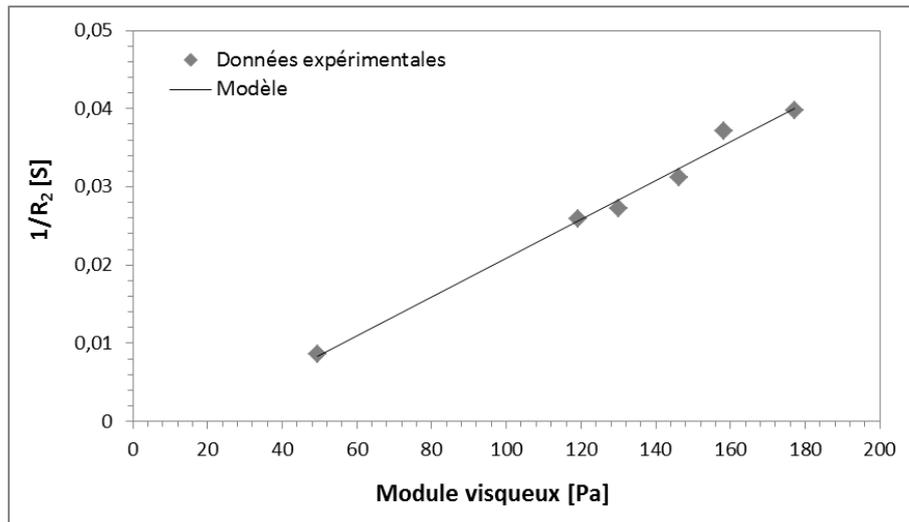


Figure 4-23 Relation entre la conductivité $\sigma_2 = \frac{1}{R_2}$ et le module visqueux G'' . Le modèle est $\sigma_2 = 0.0002G'' - 0.0039$ with $R^2 = 0.9893$.

On se souvient que la permittivité peut être considérée comme l'image de la polarisabilité α , ce qui peut s'exprimer suivant la relation de Clausius-Mossotti :

$$\alpha = 3\epsilon_0 \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} \cdot \frac{M}{N_a d}$$

A partir de la permittivité du matériau, on peut donc exprimer :

$$\frac{\alpha}{3\epsilon_0} \cdot \frac{N_a d}{M} = \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2}$$

N_a étant le nombre d'Avogadro et ϵ_0 la permittivité du vide qui sont des constantes.

Dans notre cas M représente la masse molaire qui est ici constante (pas d'ajout ou de retrait de matière).

Ainsi, le ratio $\frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2}$ est représentatif de la polarisabilité α du matériau à la densité d près.

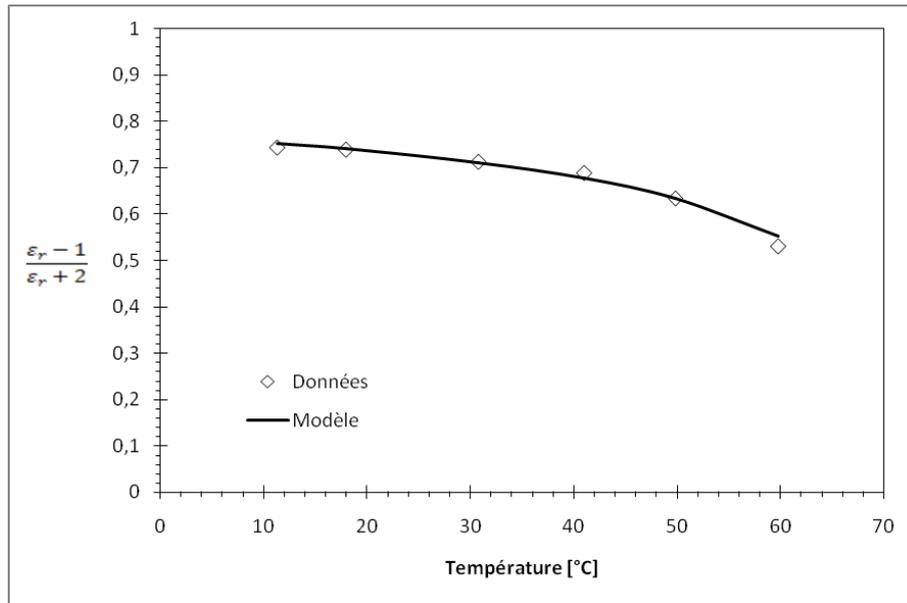


Figure 4-24 Variation d'une représentation de la polarisabilité en fonction de la température et son modèle VTF : $A = 0.8877$, $Ea/R = 11.07$, $T_0 = 83.8$ et $R^2 = 0.992$.

La polarisabilité définit la capacité d'un matériau à se polariser c'est-à-dire à orienter ses dipôles dans le sens du champ électrique. Ici elle diminue avec la température, ce qui signifie que les dipôles sont de plus en plus désorganisés quand la température augmente, c'est-à-dire lorsque l'agitation thermique du matériau augmente.

Tout comme les caractéristiques rhéologiques solides, la polarisabilité évolue selon une loi de type VTF avec la même T_0 :

$$\alpha = A. \exp\left(\frac{Ea}{R(T - T_0)}\right)$$

De plus, à partir de du couple R_2C_2 , on peut déterminer la fréquence de relaxation dipolaire qui décroît linéairement avec la température sur l'intervalle considéré :

$$f_2 = \frac{1}{2\pi R_2 C_2}$$

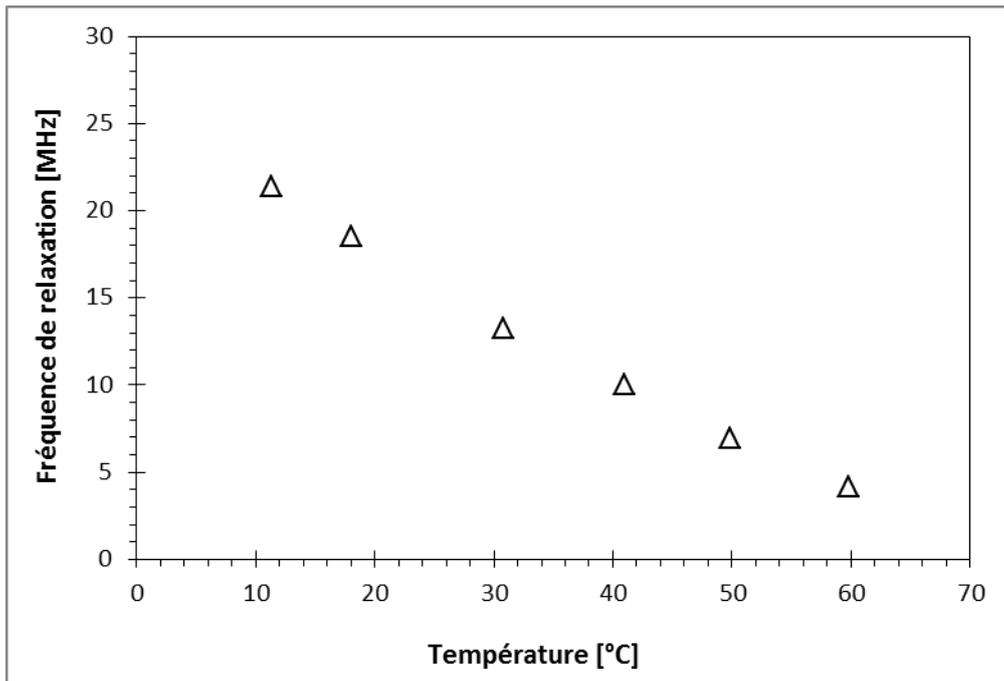


Figure 4-25 Relation entre la fréquence de relaxation électrique et la température.

La fréquence de relaxation définit la vitesse maximum à laquelle le matériau peut se réorganiser. Le matériau se réorganise donc de moins en moins vite à mesure que la température augmente. On peut émettre l'hypothèse que l'agitation thermique s'oppose à la réorganisation du matériau.

2.2.3. Discussion

La boue est essentiellement constituée d'eau, de microorganismes, de substances polymériques et de sels minéraux (Frolund et al., 1996 ; Wilen et al., 2003 ; Jin et al., 2003) qui comportent tous des charges libres ou liées. De fait, les interdépendances entre les propriétés rhéologiques et électriques apparaissent logiques, en lien avec les résultats de Forster (1982, 2002) qui a suggéré que ces charges sont des paramètres clés contrôlant le comportement rhéologique des boues. La proportionnalité entre les propriétés électriques et rhéologiques apparaît être la traduction de ce résultat.

Puisque les paramètres électriques suivent les mêmes dépendances à la température que les paramètres rhéologiques, avec des énergies d'activation identiques, cela signifie que les mêmes interactions sont probablement impliquées dans les deux types de propriétés.

D'un point de vue rhéologique, le module élastique mesure l'énergie mécanique stockée alors que le module visqueux (module de perte) et la viscosité représentent la capacité du système à dissiper cette énergie mécanique. Parallèlement, la capacité électrique est l'aptitude du système à stocker des charges électriques alors que la résistance est une variable dissipative. Dans le circuit électrique modèle sélectionné, la branche avec la résistance R_2 peut être considérée comme représentative de la phase liquide (dissipative), avec des charges libres, alors que la seconde branche (incluant C_1 et R_1) serait représentative du réseau solide, constitué par les substances polymères, i.e. par les charges liées. Le circuit parallèle retranscrit simplement le fait que les deux

contributions interviennent simultanément, l'une d'elle pouvant être négligeable par rapport à l'autre au regard de l'énergie appliquée.

Schématiquement, lorsque $\frac{1}{z_1} > \frac{1}{z_2}$, les interactions viscoélastiques prévalent. Au contraire, lorsque $\frac{1}{z_1} < \frac{1}{z_2}$, les interactions de type liquide sont prédominantes. Toutefois, des précautions doivent être prises lorsqu'aucune des deux familles de caractéristiques n'est prédominante : comme pour l'indice de consistance, qui est relié à la fois au comportement liquide et au comportement solide, une caractéristique électrique doit jouer le même rôle. Cet aspect devra être approfondi.

2.3. CONCLUSION

La température est un paramètre qui influence significativement les propriétés rhéologiques des boues, ces propriétés s'avérant avoir un lien direct avec les propriétés électriques.

La boue étant un matériau non-Newtonien, présentant un seuil au-delà d'une teneur en matières sèches critique, les propriétés rhéologiques des boues dites pâteuses sont définies à travers leurs caractéristiques liquides et solides. Ces deux familles de caractéristiques diminuent avec la température, mais les propriétés solides suivent une loi de type VTF alors que les propriétés liquides suivent une loi d'Arrhenius. Ces résultats sont cohérents avec la littérature antérieure et expliquent des résultats qui ne paraissaient pas forcément cohérents de prime abord.

Parallèlement, la boue pâteuse devient plus conductrice lorsque la température augmente. Sa signature électrique peut être modélisée par un circuit équivalent composé d'un condensateur et de deux résistances. Des corrélations fortes ont été mises en évidence entre les propriétés rhéologiques et électriques. Les propriétés rhéologiques et électriques de stockage de même que les propriétés électriques et rhéologiques dissipatives, s'avèrent être proportionnelles. La comparaison des énergies d'activation corrobore l'hypothèse selon laquelle les mêmes événements moléculaires sont impliqués dans les comportements rhéologiques et électriques des boues.

Toutefois, à ce stade, certains aspects demeurent encore flous et il reste à déterminer ce qu'il se passe exactement lorsque ni le comportement liquide ni le comportement solide ne prévaut.

3. IMPACT DE LA TENEUR EN MATIERES SECHES

3.1. INTRODUCTION

Lors de l'étude de l'impact de la température, le nombre et la nature des charges présentes dans la boue pour un échantillon donné peuvent être globalement considérés comme constants. Il s'agit maintenant d'observer l'évolution des propriétés rhéologiques et électriques du matériau lorsque le nombre de charges évolue, en faisant varier la teneur en matières sèches.

3.2. IMPACT DU DILUANT

Pour étudier l'impact de la teneur en matières sèches de la boue sur ses propriétés physiques sans modifier la composition, nous avons préparé plusieurs dilutions d'une même boue. Dans un premier temps, nous nous sommes donc intéressés à l'impact de la nature du diluant sur les résultats de la caractérisation. Pour cela, plusieurs séries de dilutions ont été préparées à partir d'une même boue mère avec trois diluants différents : de l'eau déminéralisée, du filtrat et un mélange équivolumique d'eau déminéralisée et de filtrat.

3.2.1. Analyse rhéologique

Dans cette partie, nous nous sommes focalisés sur les propriétés viscoélastiques, en postulant que si impact du diluant il y avait, les effets seraient prépondérants sur les interactions liquide-solide et donc sur les propriétés solides.

Dans les conditions expérimentales choisies, nous pouvons considérer que la nature du diluant n'impacte en rien le comportement dynamique des différentes dilutions de boues : quelle que soit la nature du diluant, les points expérimentaux s'accordent sur une même courbe. Ainsi, si l'on représente les modules élastiques G' et visqueux G'' déterminés dans la zone de viscoélasticité linéaire en fonction de la siccité des échantillons, on obtient une seule et même courbe (par module), qui ne dépend que de la teneur en matières sèches (Figure 4-26). Cette dernière reste le paramètre majeur influençant la rhéologie du matériau, lorsque la composition ne varie pas.

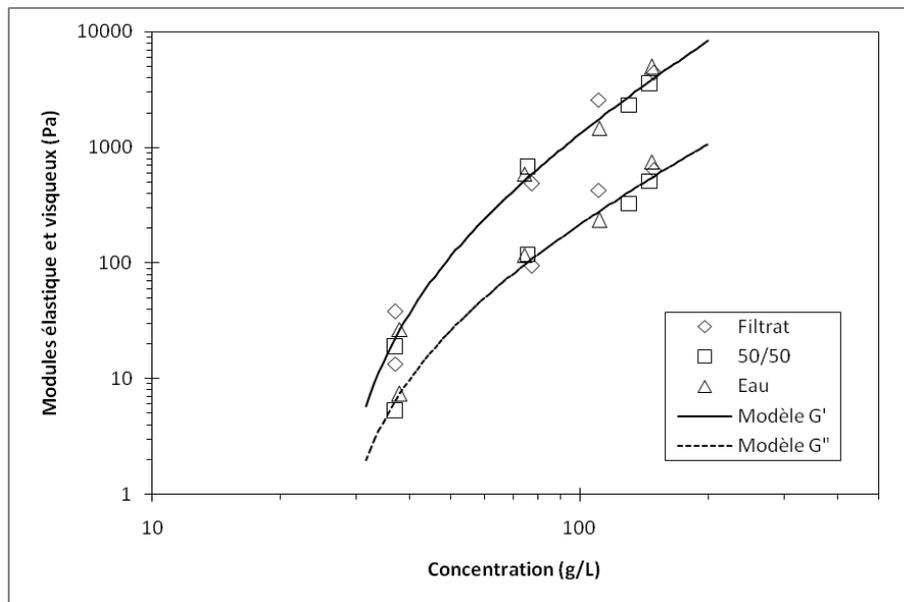


Figure 4-26 Modules élastiques (trait plein) et visqueux (pointillés) en fonction de la teneur en matières sèches des dilutions de boue pour trois diluants différents. Valeur des paramètres : $\alpha'=0.1$ $n'=2.2$ ($R^2=0.94$), $\alpha''=0.06$ et $n''=1.9$ ($R^2=0.91$), $\phi_0=25.4$ (g.L^{-1}) (soit 2.54%).

A l'instar de travaux antérieurs (Dieudé-Fauvel, 2007 ; Baudez et al., 2011), l'évolution des modules suit une loi de puissance modifiée en fonction de la teneur en matières sèches des échantillons :

$$G' = a'(\phi - \phi_1)^{n'}$$

$$G'' = a''(\phi - \phi_1)^{n''}$$

Où ϕ_1 est la teneur en matières sèches critique en-deçà de laquelle se produit de la sédimentation et où les paramètres a' , a'' , n' et n'' sont des constantes.

Il faut toutefois garder à l'esprit qu'aucun impact n'a été observé pour des diluants de même nature, densité et viscosité. Le résultat aurait pu être complètement différent avec d'autres diluants, comme des liquides hydrophobes.

3.2.2. Analyse électrique

Dans cette partie, les mesures n'ont pu être effectuées qu'avec une cellule câblée à 2 électrodes. De plus, les portions d'arc de cercle n'étant pas disponibles pour toutes les teneurs en matières sèches, nous avons choisi de nous focaliser sur le seul point accessible sur l'ensemble des échantillons, à savoir R_0 (Chapitre 4.1.2.2).

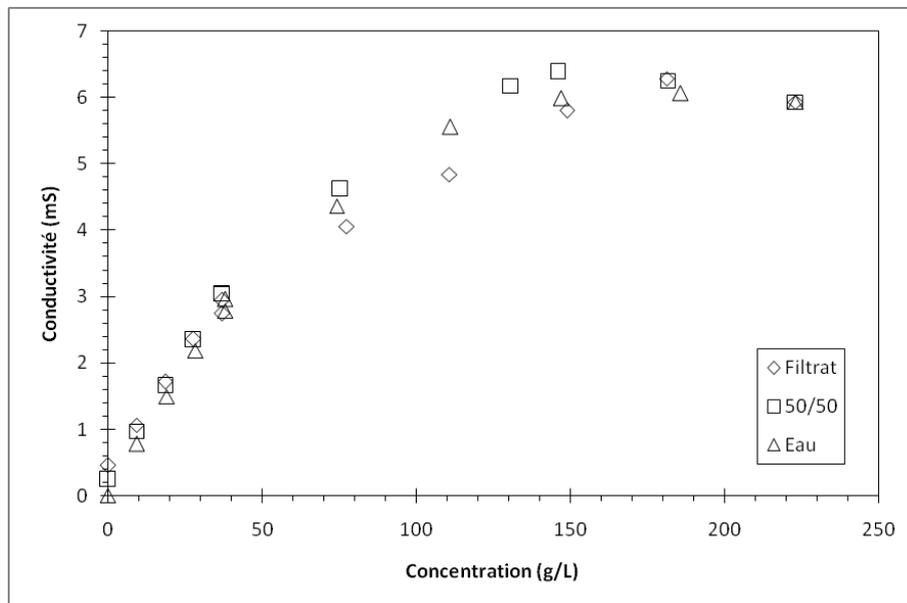


Figure 4-27 Conductivité propre des échantillons de boue en fonction de la siccité, pour différents diluants.

Si on considère la gamme de teneur en matières sèches dans son ensemble (Figure 4-27) l'impact de la siccité des échantillons sur leur conductivité est globalement indépendant de la nature du diluant utilisé, comme en rhéologie (Figure 4-26), puisque les mesures réalisées sur les trois séries de dilutions préparées ne peuvent pas être discriminées.

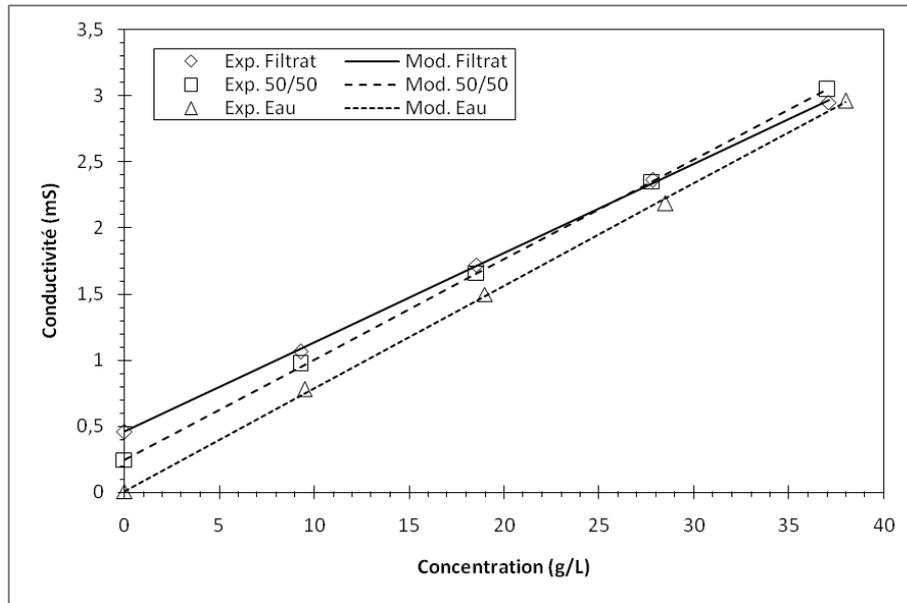


Figure 4-28 Conductivité en fonction de la siccité des boues pour les dilutions les plus grandes et impact de la nature du diluant.

Cependant, en se focalisant sur la première zone du graphe (aux faibles teneurs en matières sèches), pour une concentration en matières sèches inférieure à 30g/L, on observe que la relation entre conductivité et siccité est linéaire et que l'ordonnée à l'origine est (logiquement) égale à la conductivité du diluant pur (Figure 4-28). De fait, plus le diluant aura une conductivité élevée, plus sa courbe sera positionnée au-dessus des autres. Par contre, ce décalage ne perdure pas : au-delà de 30g/L, les différentes courbes se noient en une seule. En considérant que la conductivité totale d'un échantillon résulte à la fois de la conductivité du diluant et de celle de la boue, l'impact de la boue domine le signal électrique et l'impact du diluant devient négligeable.

Pour conclure, avec les matériaux utilisés, la nature du diluant n'impacte pas les propriétés électriques au-dessus de 30g/L (ou 3%MS).

En-dessous de 30g/L, les mesures électriques sont impactées par la nature du diluant. Toutefois, cette donnée doit être repositionnée dans le contexte global : au regard de la gamme d'échantillons considérés (dont la teneur en matières sèches monte à près de 200g/L), cet impact peut être considéré comme étant négligeable : les tendances globales observées ne sont pas affectées par les diluants testés.

Il est important de noter que quantitativement, la valeur de 30g/L dépend de la boue initiale utilisée.

Dans toute la suite des travaux, les dilutions seront préparées avec de l'eau déminéralisée, ce qui nous permettra de considérer constant le nombre total de charges présent dans les différents échantillons.

3.3. IMPACT DE LA SICCITE

Après avoir étudié l'impact du diluant et montré qu'il pouvait être négligé dans les conditions expérimentales choisies, on s'intéresse maintenant à l'impact de la matière solide contenue dans les boues.

3.3.1. Analyse rhéologique

Conformément à la littérature antérieure, les résultats obtenus montrent que le comportement rhéologique des boues évolue avec la teneur en matières sèches.

Propriétés viscoélastiques

Comme déjà illustré dans d'autres travaux (Ayol et al., 2006 ; Dieudé-Fauvel et Dentel, 2011), lorsque les échantillons de boues sont soumis à un balayage en déformation, les modules élastique et visqueux décrivent un plateau aux basses déformations, correspondant au domaine viscoélastique linéaire (Figure 4-29).

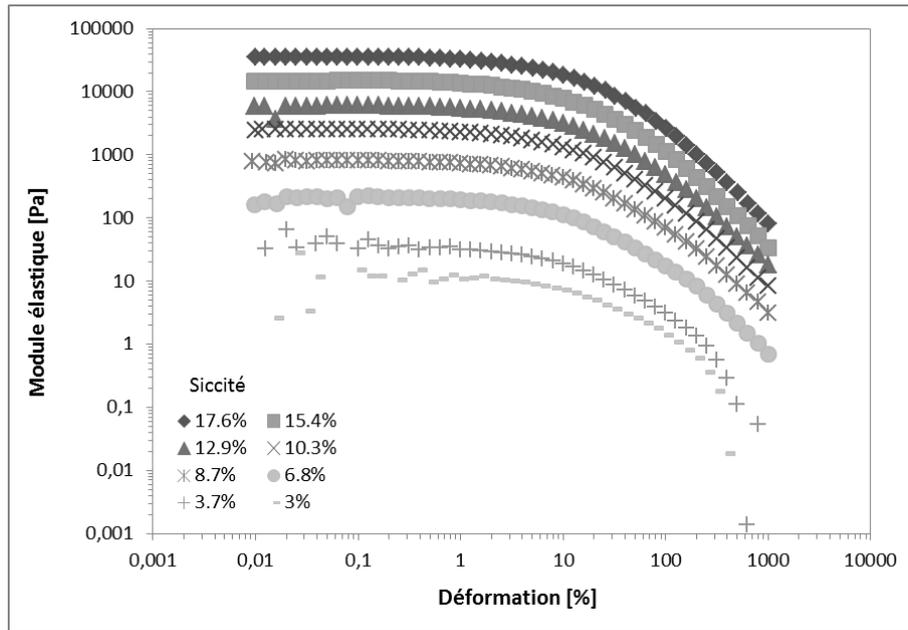


Figure 4-29 Evolution du module élastique en fonction de la déformation pour une série de dilutions d'une même boue.

Comme au Chapitre 4.3.2.1, les deux modules évoluent avec la teneur en matières sèches, selon une loi de puissance (Figure 4-30) dès lors que la teneur en matières sèches est supérieure à une valeur critique ϕ_0 au-delà de laquelle une structure solide existe :

$$G' = a(\phi - \phi_0)^n$$

$$G'' = b(\phi - \phi_0)^m$$

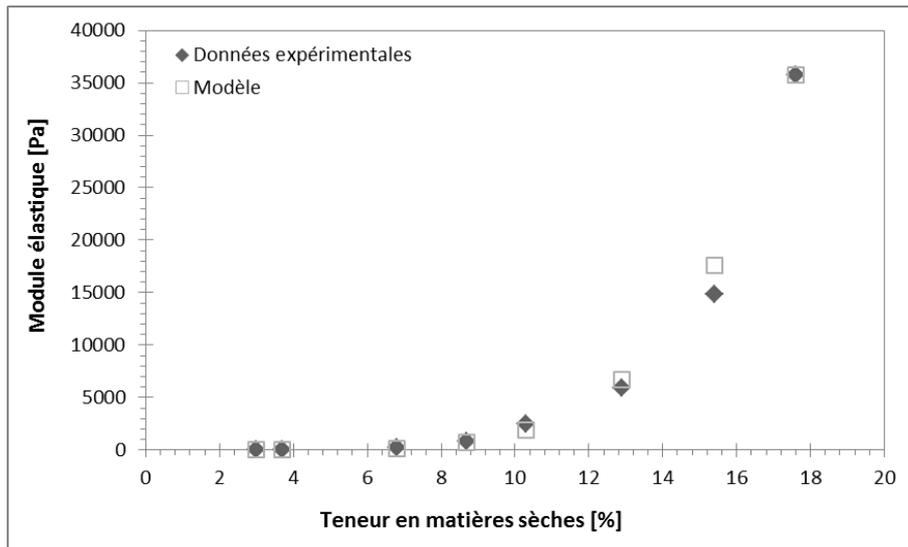


Figure 4-30 Module élastique déterminé sur le plateau viscoélastique linéaire en fonction de la teneur en matières sèches des dilutions de boue. Modèle : $G' = 0.1(\phi - 1.99)^{4.65}$, $R^2 = 0.9968$.

Régime liquide

Le comportement en écoulement dépend également de la teneur en matières sèches de la boue :

- Au-dessus de 3% de siccité, les échantillons ont un comportement non-Newtonien, un seuil d'écoulement, et le rhéogramme peut être modélisé par un modèle de Herschel-Bulkley avec viscosité infinie (cf. chapitre 3 partie 1)
- A 2.2%, c'est un modèle sans seuil, avec une consistance et une viscosité infinie
- En dessous de 2.2% de siccité, le comportement des échantillons est Newtonien.

De manière générale, le modèle mathématique correspondant aux comportements ci-dessus est donc le suivant :

$$\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n + \mu\dot{\gamma}$$

Dans le cas du liquide non-Newtonien, τ_c est nul et pour le comportement Newtonien, τ_c et K sont nuls.

Au-delà de 3%, en réduisant respectivement la contrainte et le gradient de cisaillement par la contrainte seuil et un temps caractéristique μ/τ_c (Baudez et al., 2011), on obtient une courbe maitresse (Figure 4-31) modélisée par l'équation suivante :

$$T = 1 + k\Gamma^n + \Gamma$$

Avec $k = \frac{K}{\mu^n} \tau_c^{n-1}$, $T = \frac{\tau}{\tau_c}$ et $\Gamma = \frac{\mu}{\tau_c} \dot{\gamma}$.

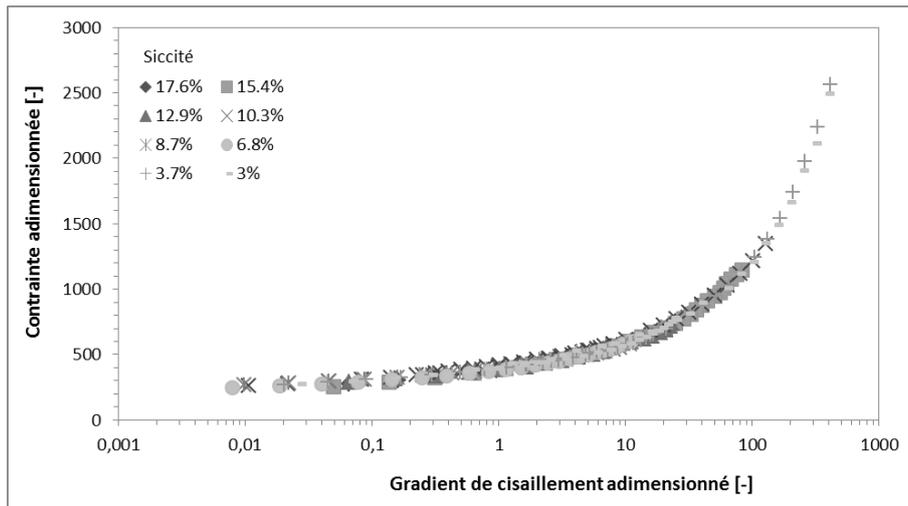


Figure 4-31 Courbe d'écoulement adimensionnée (déterminée à partir des données au-dessus de la concentration critique)

En accord avec la littérature existante (Baudez, 2008 ; Baudez et al., 2011), le seuil et la consistance qui représentent les paramètres solides, suivent une loi de puissance avec la teneur en matières sèches (Tableau 5) tandis que la viscosité infinie suit une exponentielle :

$$\tau_c = \alpha(\phi - \phi_0)^\beta \text{ et } K = p(\phi - \phi_0)^q$$

$$\mu = A \exp(B\phi)$$

Paramètres	Module élastique G' [Pa]	Seuil d'écoulement τ_c [Pa]	Consistance K [Pa]
Coefficient α ou p	0.07	0.72	0.7
Teneur en matières sèches critique ϕ_0 [%]	2.92	2.9	2.9
Exposant β ou q	4.79	2.11	1.93

Tableau 5 Paramètres de la loi de puissance décrivant l'évolution des paramètres rhéologiques avec la teneur en matières sèches.

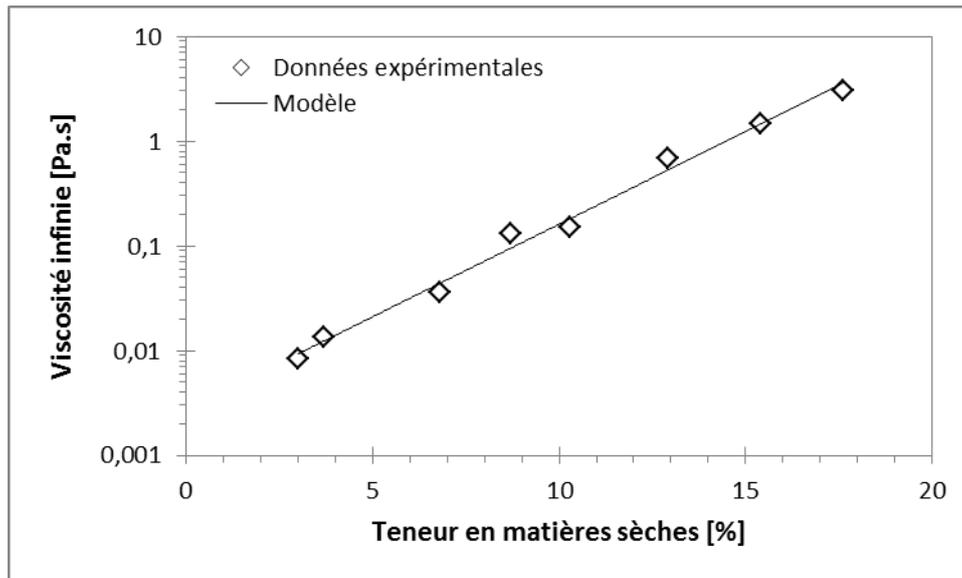


Figure 4-32 Viscosité infinie en fonction de la teneur en matières sèches et modèle en exponentielle : $\mu = 0.0027exp(0.4073\phi)$, $R^2 = 0.9906$.

De tels résultats ont déjà été mis en évidence sur des suspensions d'argile (Alderman et al., 1991) et correspondent à un processus de percolation associé à l'apparition d'un seuil d'écoulement. Au-delà de ce seuil, les particules sont en concentration suffisante pour établir un réseau tel qu'il n'y a plus de sédimentation. Le nombre de particules impliquées augmentent avec la teneur en matières sèches selon une équation en loi de puissance où l'exposant est relié à la dimension fractale des agrégats (Pignon et al., 1996). D'après Li et Ganczarczyk (1990), plus l'exposant est faible, plus il y a d'espaces vides dans la structure. Comme indiqué par Baudez (2008), cette approche permet d'émettre l'hypothèse selon laquelle l'exposant est représentatif de la dimension fractale des floes.

3.3.2. Analyse électrique

Dans cette partie, les mesures ont été effectuées grâce à une cellule à 4 électrodes.

Quelle que soit la teneur en matières sèches, le diagramme de Nyquist représente une partie d'arc de cercle (Figure 4-33). Les propriétés électriques sont clairement impactées par la siccité de la boue. Plus la teneur en matières sèches est forte, plus l'amplitude du diagramme est réduite.

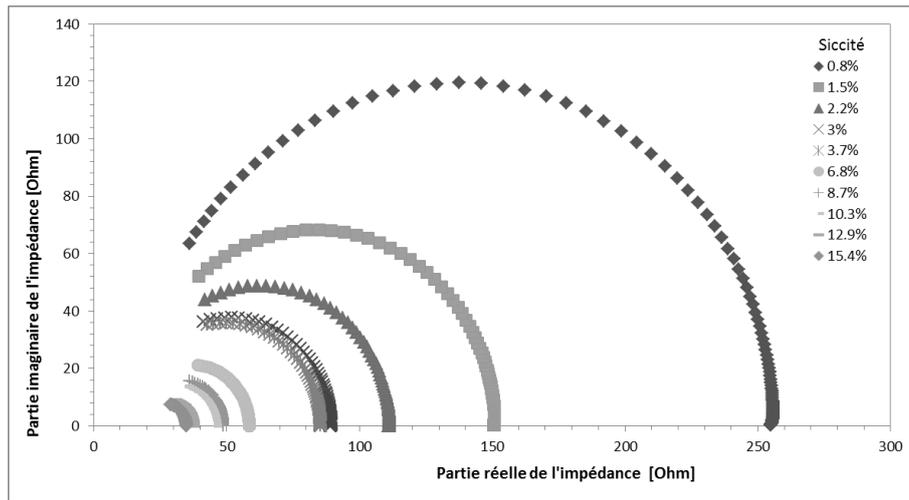


Figure 4-33 Diagrammes de Nyquist de différentes dilutions de boue.

Le diagramme de Nyquist est constitué par un arc de cercle partiel unique, et comme détaillé en début de chapitre, les données peuvent donc encore être modélisées par le circuit de Maxwell simplifié. Les coefficients du modèle pour chaque siccité sont donnés dans le Tableau 6 :

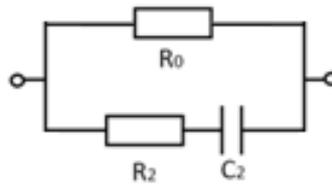


Figure 4-34 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.

Teneur en MS [%]	R_2 [Ohm]	C_2 [10^{-10} .F]	R_0 [Ohm]
2.2	17,72	4,664	238,1
3	15,01	4,951	136,0
3.7	14,09	5,137	97,35
6.8	13,84	5,532	75,47
8.7	13,67	5,396	71,69
10.3	16,09	6,868	41,45
12.9	17,29	8,263	31,63
15.4	17,90	9,428	27,68
17.6	18,82	12,86	18,73

Tableau 6 Eléments du circuit équivalent électrique pour différentes teneurs en matières sèches.

A l'instar des propriétés rhéologiques solides, certains éléments du circuit électrique équivalent présentent deux régimes de comportement distincts.

Pour une composition donnée, la résistance R_2 est quasi constante entre 0,8% et 3,7%MS, puis augmente avec la teneur en matières sèches. (Figure 4-35) ; le premier point pouvant être surestimé en raison des incertitudes expérimentales.

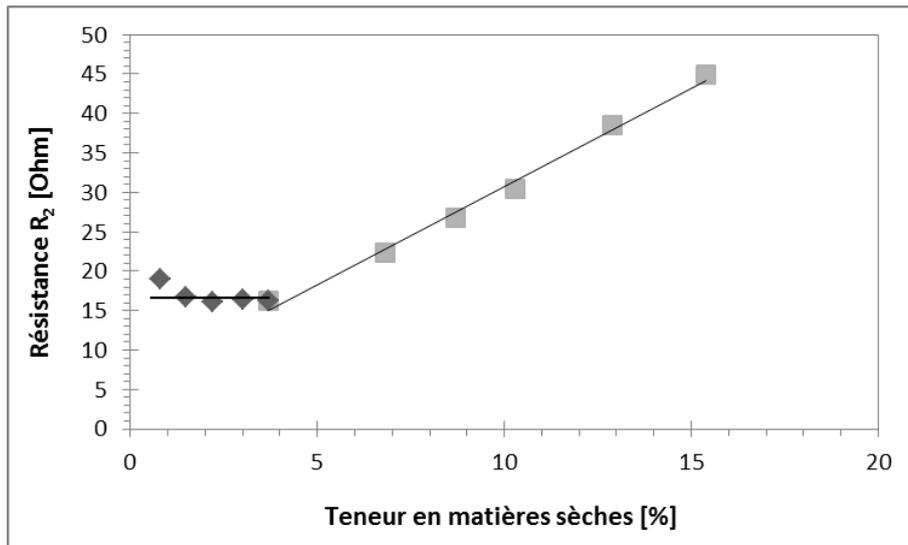


Figure 4-35 Relation entre la résistance R_2 et la teneur en matières sèches.

La conductivité $\sigma_0 = 1/R_0$ quant à elle, augmente avec la teneur en matières sèches. Deux zones peuvent être définies sur la courbe (Figure 4-36) :

- Dans un premier temps, jusqu'à une teneur en matières sèches critique, la conductivité augmente linéairement avec la teneur en matières sèches
- Puis, au-dessus de cette teneur critique, la conductivité n'augmente plus de façon linéaire.

Ceci est encore plus nettement visible sur la série de données précédentes illustrant l'impact du diluant (Chapitre 4.3.2.2).

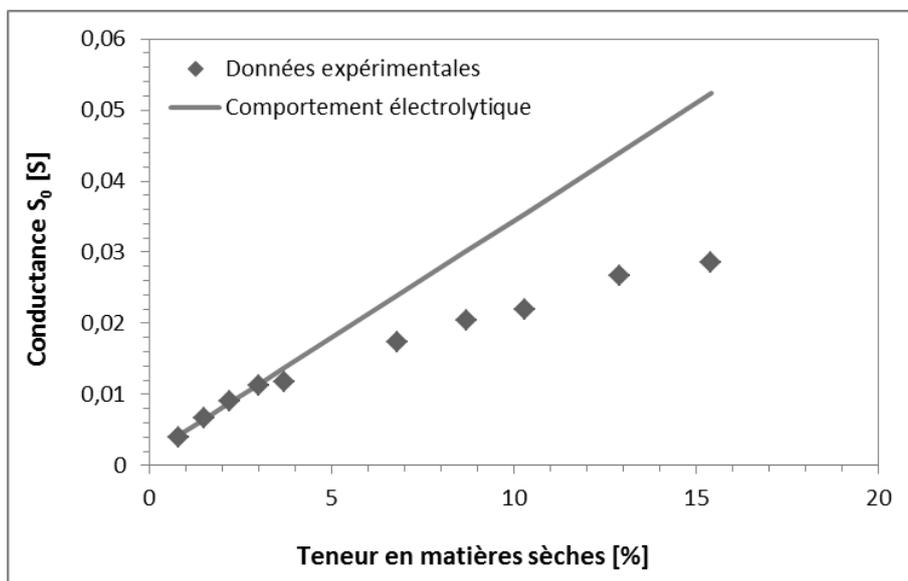


Figure 4-36 Relation entre la conductivité $\sigma_0 = 1/R_0$ et la teneur en matières sèches.

À ce stade, on constate que la notion de teneur en matières sèches critique est commune aux propriétés rhéologiques solides et aux résistances du circuit équivalent. Expérimentalement, les valeurs de ϕ_0 et ϕ_c sont très proches et on peut considérer que $\phi_0 = \phi_c$ aux erreurs expérimentales près.

Ainsi, on définira deux régimes :

- Pour $\phi < \phi_0$, la boue présente des propriétés liquides et la conductivité est une fonction linéaire de la teneur en matières sèches (comportement électrolytique)
- Pour $\phi > \phi_0$, la boue présente un comportement viscoélastique résultant de l'existence d'un réseau, existence qui se traduit également par la perte de la linéarité entre conductivité et teneur en matières sèches.

Toutefois, l'ensemble des propriétés électriques ne se distingue pas selon ces deux régimes. On constate notamment que la capacité C_2 diminue de façon constante avec la teneur en matières sèches, ce qui semble paradoxal vis-à-vis des résultats obtenus en faisant varier la température.

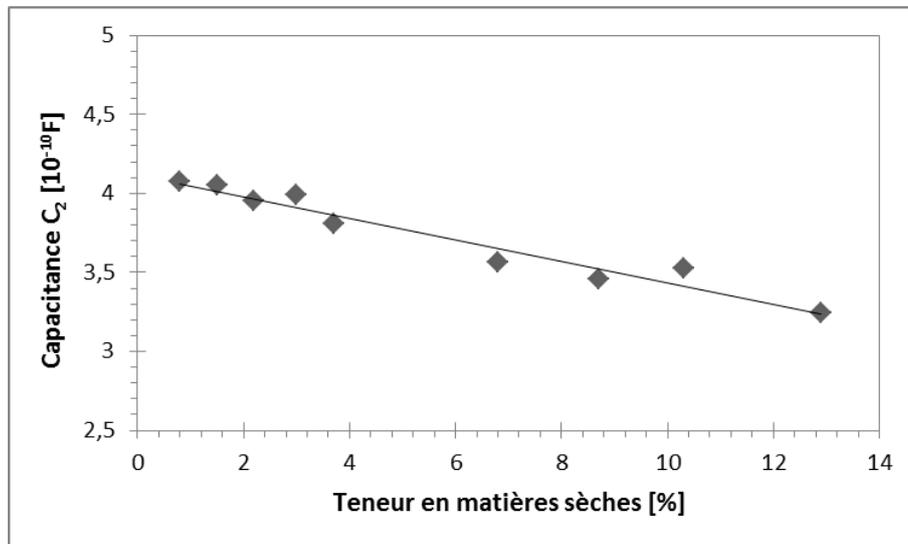


Figure 4-37 Relation entre la capacité C_2 et la teneur en matières sèches.

Afin de mieux comprendre les phénomènes qui sont à l'origine de cette évolution, on s'intéresse plus particulièrement à la polarisabilité.

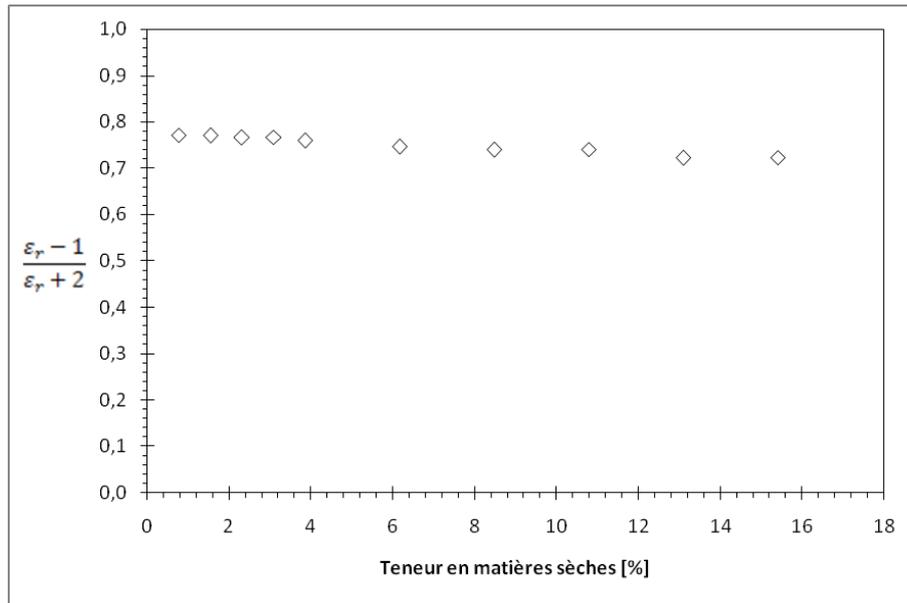


Figure 4-38 Relation entre une représentation de la polarisabilité et la teneur en matières sèches.

Comme cela a été fait pour la température, on peut représenter la polarisabilité à partir de la permittivité :

$$\frac{\alpha}{3\epsilon_0} \cdot \frac{N_a d}{M} = \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2}$$

Avec α la polarisabilité du matériau, ϵ_0 la permittivité du vide, N_a la constante d'Avogadro, d la densité du matériau, M sa masse molaire et ϵ_r sa permittivité relative.

Ici on suppose la masse molaire M comme constante : en effet, si la concentration change alors la densité d change aussi tandis que la nature et la proportion des charges les unes par rapport aux autres restent les mêmes d'un échantillon à l'autre. De fait, si le rapport des charges les unes par rapport aux autres reste constant, alors, la masse molaire, elle aussi, peut être considérée comme constante.

Sur la Figure 4-38, on voit que la polarisabilité décroît très légèrement sur la gamme de teneur en matières sèches considérée, mais au regard de l'amplitude de cette variation (<10%), on peut considérer qu'elle reste sensiblement constante avec la teneur en matières sèches. D'un point de vue physique, cela signifie que la position finale des dipôles dans le champ électrique reste la même avec la teneur en matières sèches.

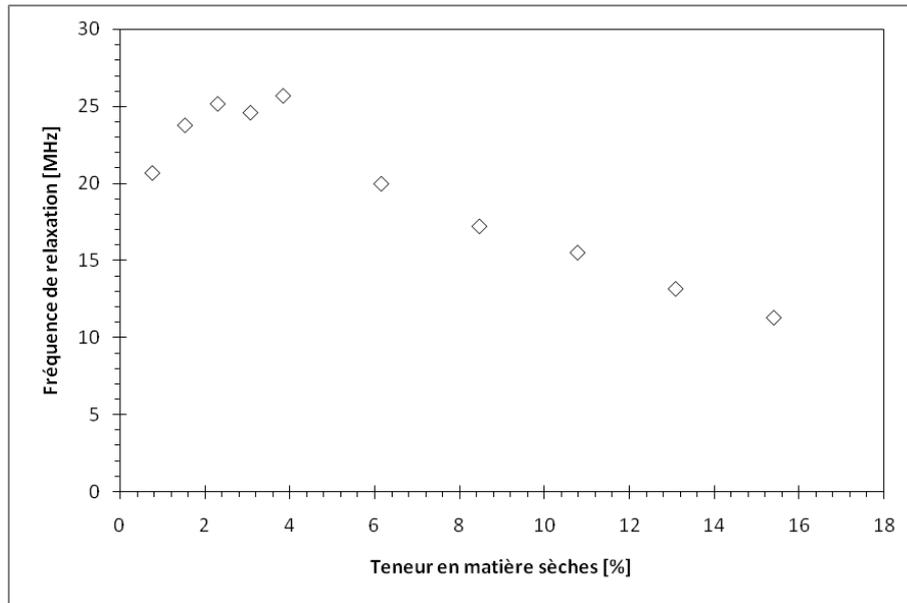


Figure 4-39 Relation entre la fréquence de relaxation f_2 et la teneur en matières sèches.

A partir des données du Tableau 6, on peut déterminer la fréquence de relaxation dipolaire $f_2 = \frac{1}{2\pi R_2 C_2}$ du matériau (Figure 4-39).

On note très clairement l'existence de deux régimes qui correspondent au comportement mis en évidence pour R_2 . Sous la teneur en matières sèches critique, la fréquence augmente : le matériau se polarise d'autant plus vite que la siccité augmente (Figure 4-39). Au-delà de la concentration critique, la fréquence de relaxation diminue très nettement lorsque la teneur en matières sèches augmente, indiquant que le matériau se polarise de moins en moins vite : la structuration du matériau liée à l'augmentation de siccité constitue donc un frein à la relaxation des particules.

Physiquement, la polarisabilité et le temps de relaxation sont à l'origine du couple capacito-résistif $R_2 C_2$. Dans la pratique, on mesure R_2 et C_2 pour pouvoir déterminer la polarisabilité et le temps de relaxation. On peut donc considérer que pour les dipôles :

- C_2 est représentatif de la polarisation par la relation de Clausius-Mossotti, qui est ici quasi constante vis-à-vis de la teneur en matières sèches. La nature des éléments ne change pas, une molécule ne devient pas plus polaire quand il y en a davantage.
- R_2 est représentatif de la résistance du matériau à se polariser, ici quasi constant sous la teneur en matières sèches critique et qui augmente au-dessus de celle-ci. Sous la concentration critique, la nature des éléments ne change pas (leur nature est telle qu'ils ne peuvent pas se polariser plus ou moins vite) et ils ne sont pas (ou peu) entravés lorsqu'ils sont en rotation. Au-dessus de la teneur critique, la nature des éléments ne change pas mais ils sont de plus en plus entravés.

L'augmentation de R_2 pourrait ainsi être reliée à l'apparition de la structure, faisant intervenir des liaisons plus fortes au sein de la matière et contraignant ainsi progressivement la rotation des dipôles.

$\sigma_0 = 1/R_0$ contient l'information sur la macro polarisation du matériau. A l'échelle de la cellule, l'ensemble des ions constitue un macro dipôle (Coelho, 1983). Leur nombre influence directement la dipolarité et donc la polarisabilité ionique :

- Pour $\phi < \phi_0$, la conductivité augmente de façon linéaire avec la teneur en matières sèches ce qui traduit également une augmentation linéaire du nombre de charges avec la teneur en matières sèches. Comme pour les dipôles, on peut donc considérer que la mobilité des ions est constante
- Pour $\phi > \phi_0$, la conductivité continue d'augmenter, le macro dipôle continue de se renforcer. On note que la conductivité augmente de moins en moins avec la teneur en matières sèches, au renforcement du dipôle s'ajoute une entrave qui elle-même augmente avec la teneur en matières sèches. La mobilité des ions diminuerait donc du fait de la structure ce qui engendre un ralentissement de la vitesse de macro polarisation.

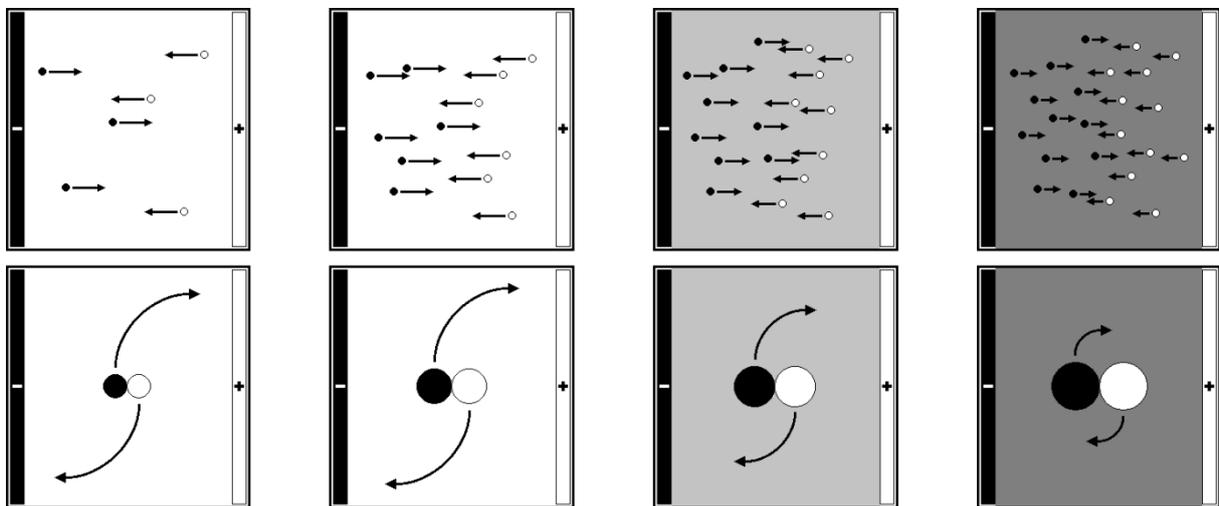


Figure 4-40 Représentation schématique de la macro polarisation d'une boue.

Sur la Figure 4-40, la ligne du haut représente les charges d'espace dans un matériau (dont la structure est représentée par un couleur plus foncée du fond) et leur vitesse (taille des flèches). La ligne du bas est une interprétation par analogie avec une polarisation par rotation.

Ces résultats montrent donc que la structuration de la boue liée à l'augmentation de sa teneur en matières sèches est un paramètre clé influençant le comportement électrique du matériau. Dès lors, on cherchera à mieux comprendre ce rôle et à montrer par quels biais la structure impacte ces propriétés.

3.3.3. Structure

Comme illustré dans la littérature (Chapitre 2.2), la structure des boues est avant tout liée à la présence des microorganismes. Le challenge consiste donc à neutraliser ces microorganismes sans (trop) modifier la composition et la teneur en matières sèches des boues.

Sur la base des observations réalisées par Dieudé-Fauvel (2007) (Figure 4-41), bien que le séchage doux ait un léger impact sur la composition de la matière organique, nous

avons préféré cette option à la congélation car à siccité égale, les différences observées entre la boue de référence et la boue reconstituée sont plus grandes.

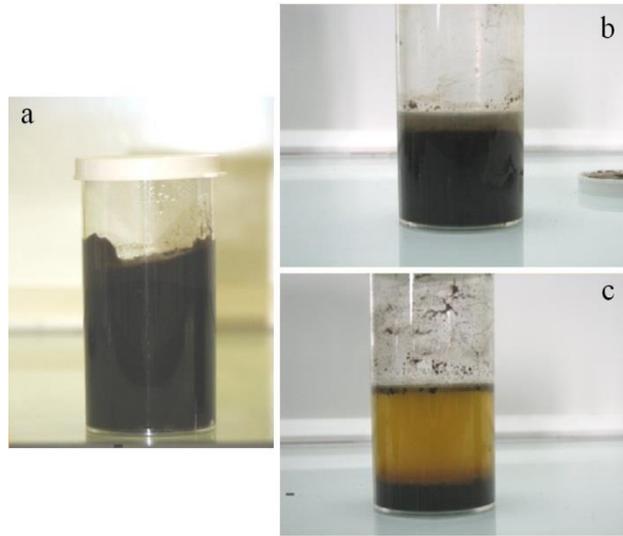


Figure 4-41 Boue avant (a) et après congélation (b) et boue reconstituée à partir de boue séchée (c). Tous les échantillons ont une siccité de 8% (d'après Dieudé-Fauvel, 2007).

En pratique, nous avons prélevé une grande quantité de boue déshydratée mécaniquement (23% de siccité) en station d'épuration. Cette boue constitue la boue mère « fraîche » dont une certaine quantité a été séchée à 60°C selon la norme américaine (ASAE Standards, 1999). En effet, Baudez (2001) a montré que le séchage à 105°C s'accompagne d'une volatilisation d'une partie de la matière organique contenue dans les boues (acides gras volatiles). De fait, afin de garder la matière organique la plus intègre possible, on se limitera à un séchage à 60°C.

Deux séries de dilutions ont ensuite été préparées :

- L'une à partir de la boue mère fraîche, constituant les échantillons de boue structurée
- L'autre série a été préparée à partir de la boue mère séchée, constituant les échantillons de boue réhydratée non structurée.

Les deux séries d'échantillons ont des teneurs en matières sèches similaires mais un aspect totalement différent (Figure 4-42).



Figure 4-42 Boue structurée (a), boue séchée (b), boue réhydratée non-structurée (c). Les échantillons a et c ont une siccité de 14%.

3.3.1. Analyse électrique

Les mesures présentées dans ce chapitre n'ont pu être réalisées qu'avec un branchement deux points de la sonde et sur une nouvelle série d'échantillons. De fait, dans cette partie, nous avons considéré la conductivité électrique des échantillons, déterminée à partir du point de rebroussement des diagrammes d'impédance complexe.

Dans une situation idéale, la sonde avec les 4 électrodes aurait permis d'acquérir plus d'informations (R_2 , C_2), mais l'utilisation de la sonde à 2 électrodes n'est pas pénalisante dans la mesure où elle permet de déterminer le R_0 .

Quel que soit l'état de structure de la boue, la conductivité σ des échantillons augmente avec la teneur en matières sèches ϕ et on distingue deux régimes, de part et d'autre d'une teneur critique $\phi_{\text{électrique}}$ (Figure 4-43) :

- En-dessous de ϕ_0 , $\sigma_{\text{structure}} = \sigma_{\text{sans structure}}$
- Au-dessus de ϕ_0 , $\sigma_{\text{structure}} < \sigma_{\text{sans structure}}$.

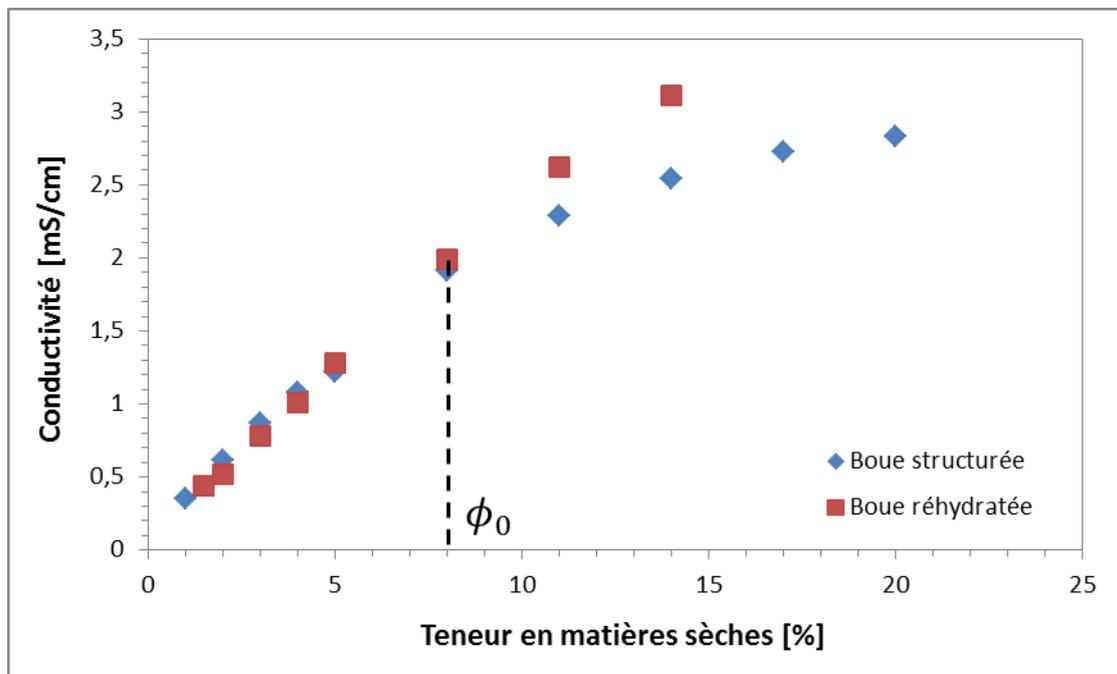


Figure 4-43 Conductivité des séries d'échantillons de boue structurée et non structurée en fonction de la teneur en matières sèches.

De plus, pour $\phi < \phi_0$, la conductivité est une fonction linéaire de la teneur en matières sèches de l'échantillon :

$$\sigma = a\phi + b$$

Si l'on se réfère au Chapitre 2.3.3.2, la conductivité de la boue réhydratée (au moins pour les teneurs en matières sèches considérées) suit la droite modèle représentant un comportement électrolytique fort. Toutes les charges sont dissociées et participent toutes à la conduction. La conductivité est donc proportionnelle au nombre de charges, c'est-à-dire à la teneur en matières sèches.

Pour $\phi > \phi_0$, les courbes de conductivité des boues structurées et des boues non-structurées ne se superposent plus. A nombre de charges équivalent, la présence d'une structure se traduit donc par une diminution de la conductivité du matériau.

3.3.2. Analyse rhéologique

Boue non structurée

Les échantillons de boue réhydratée (non structurée) présentent tous un comportement de type Newtonien (Figure 4-44) dont la viscosité augmente avec la teneur en matières sèches.

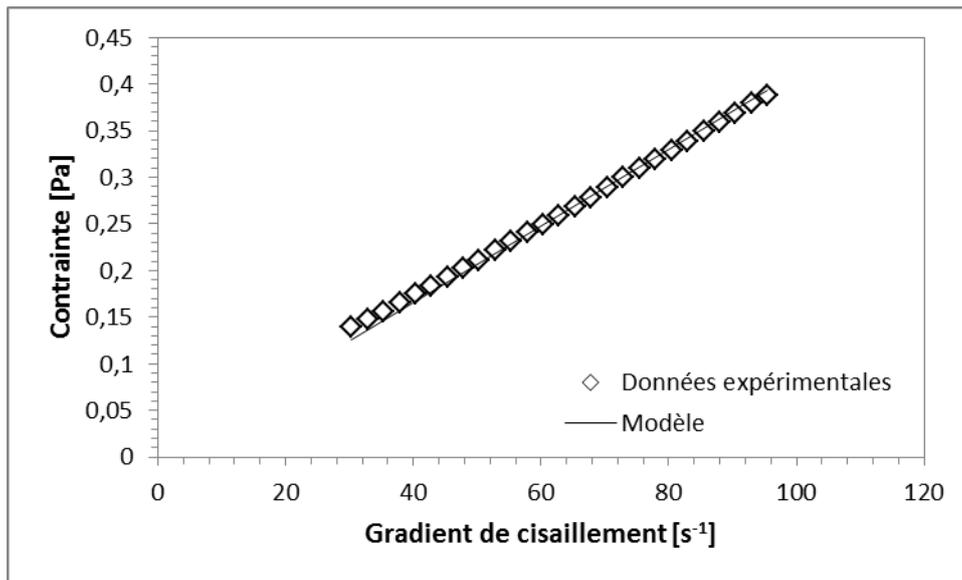


Figure 4-44 Rhéogramme d'une boue réhydratée (non structurée) dont la siccité est de 14%. La viscosité de la boue est de 4.1mPa.s.

Siccité [%]	0.5	0.8	1.1	1.4	2	3	4	5	8	11	14	17	20	23
Viscosité [mPa.s]	2.14	2.16	2.21	2.24	2.25	2.26	2.39	2.42	2.48	2.7	4.1	5.5	8.9	20.79

Tableau 7 Valeurs de viscosité en fonction de la teneur en matières sèches d'une boue réhydratée (non structurée).

Boue structurée

Comme illustré précédemment (Chapitre 4.1 et Chapitre 4.2), les échantillons de boue structurée présentent un comportement rhéologique non-Newtonien, rhéofluidifiant, à seuil au-delà d'une teneur en matières sèches critique ϕ_c .

Les propriétés viscoélastiques et le comportement en écoulement d'une série de dilutions d'une boue fraîche ayant déjà été présentés, on s'intéressera plus particulièrement à l'évolution de la viscosité apparente du matériau en fonction de sa teneur en matières sèches. En effet, bien qu'étant dépendante du gradient de cisaillement, la viscosité apparente constitue un paramètre rhéologique comparable à la viscosité des boues réhydratées et peut être déterminée pour tous les échantillons quelles que soient leurs spécificités.

Pour le gradient de vitesse considéré, la viscosité apparente $\eta_{app} = \tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}$ augmente en fonction de la teneur en matières sèches ϕ (Figure 4-45), d'abord en suivant une exponentielle (jusqu'à 12%MS environ) puis en s'éloignant d'une exponentielle. On peut ici supposer que pour le gradient de vitesse considéré, les caractéristiques non-hydrodynamiques ne sont plus négligeables.

Si l'on compare maintenant la viscosité de la boue non structurée avec la viscosité apparente et la viscosité infinie des boues structurées et non structurées, on constate que contrairement aux mesures électriques, il n'y a aucun point commun entre les données (Figure 4-45). Les boues structurées ont davantage de consistance que les boues réhydratées.

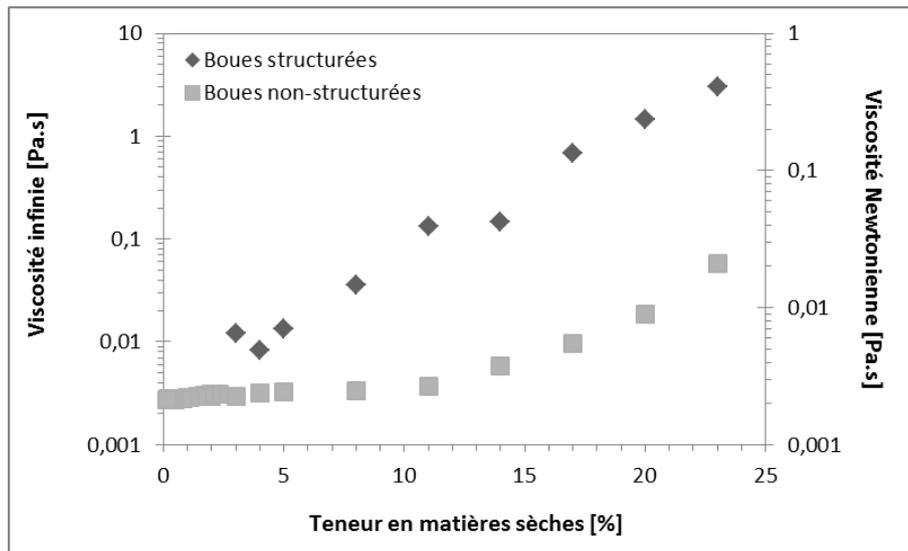


Figure 4-45 Viscosité infinie des boues structurées et Newtonienne des boues non-structurées en fonction de la teneur en matières sèches des échantillons.

Finalement, si on peut définir deux régimes rhéologiques concernant les boues structurées, cela se fait sur la base des données rhéologiques viscoélastiques (Chapitre 4.3.3.1), mais la comparaison des viscosités boues structurées/boues non-structurées n'apporte pas d'information supplémentaire.

4. DISCUSSION

Tout au long de ce chapitre, nous avons présenté les résultats obtenus concernant la caractérisation rhéologique et électrique des boues résiduaire. Les propriétés générales d'une boue ont été explicitées et l'impact de la température puis de la siccité (et de la structure) a été étudié.

Les boues résiduaire sont généralement des fluides non-Newtoniens, rhéofluidifiants, à seuil, avec un comportement électrique majoritairement capacitif et légèrement conducteur.

Leur comportement rhéologique peut être décrit par une loi de Herschel-Bulkley modifiée :

$$\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n + \mu\dot{\gamma}$$

Avec τ_c le seuil d'écoulement, K la consistance, n l'indice de consistance et μ la viscosité (infinie) de Bingham.

Leur signature électrique peut être modélisée par un circuit équivalent de Maxwell, constitué à minima d'une résistance en parallèle avec une branche RC série. Ces propriétés rhéologiques et électriques sont impactées à la fois par la température et par la teneur en matières sèches.

Dans une gamme de températures comprises en 10 et 60°C, lorsque la température augmente, la boue se fluidifie et devient plus conductrice :

- Les grandeurs rhéologiques solides (seuil, consistance, modules élastique et visqueux) diminuent selon une loi de type VTF
- Les grandeurs liquides (viscosité infinie) diminuent et décrivent un modèle d'Arrhenius
- La résistance R_0 diminue et est directement proportionnelle à la viscosité infinie tandis que la capacité C_2 diminue et décrit une fonction affine du module élastique G' . La résistance R_2 augmente et est liée au module visqueux
- La polarisabilité et la fréquence de relaxation diminuent avec la température, et ce d'autant plus que la teneur en matières sèches de la boue est élevée.

On constate ainsi que les grandeurs dissipatives suivent une loi d'Arrhenius tandis que les grandeurs traduisant un stockage d'énergie (mécanique ou électrique) suivent une loi de type VTF.

Ce comportement reste vrai pour les différentes teneurs en matières sèches testées mais l'évolution des paramètres électriques est modulée en fonction de la siccité : pour une boue plutôt fluide, le paramètre R_0 est plus fortement impacté par la température alors que pour une boue plutôt pâteuse, ce sont les paramètres R_2 et C_2 .

Parallèlement, à température ambiante, on constate que les boues deviennent plus consistantes et plus conductrices lorsque la teneur en matières sèches augmente :

- Les grandeurs rhéologiques solides (seuil, consistance, modules élastique et visqueux) augmentent selon une loi de puissance au-delà d'une teneur critique correspondant à l'apparition d'un réseau de particules
- La viscosité infinie augmente selon une fonction exponentielle de la siccité. Selon l'origine de la boue, cette augmentation peut également décrire une loi de puissance
- La résistance R_0 diminue avec la teneur en matières sèches tout comme la capacité C_2 tandis que la résistance R_2 augmente.
- La polarisabilité peut être considérée comme constante tandis que la fréquence de relaxation diminue quand la teneur en matières sèches augmente dès lors que $\phi > \phi_0$
- De plus, la boue étant très chargée au regard des diluants choisis, ceux-ci n'ont pas d'impact notable sur les propriétés électriques et rhéologiques des boues (néanmoins, afin de travailler dans des conditions reproductibles, c'est toujours le même diluant qui a été utilisé).

En comparant ces résultats, on constate que l'augmentation de température et de teneur en matières sèches se traduisent de façon similaire d'un point de vue électrique (R_2 augmente, R_0 et C_2 diminuent) mais de façon opposée sur le plan rhéologique (les caractéristiques rhéologiques diminuent avec la température mais augmentent avec la teneur en MS).

De prime abord, ces résultats peuvent sembler contradictoires.

4.1. IMPACT CROISE DE LA TEMPERATURE ET DE LA CONCENTRATION

De façon à confronter les données, nous avons caractérisé l'impact de la température sur les comportements rhéologique et électrique des boues résiduaire pour différentes teneurs en matières sèches. Cet impact est globalement le même quelle que soit la siccité de la boue : dans l'intervalle de température considéré, lorsque la température augmente, la boue devient plus fluide et plus conductrice (Figure 4-51).

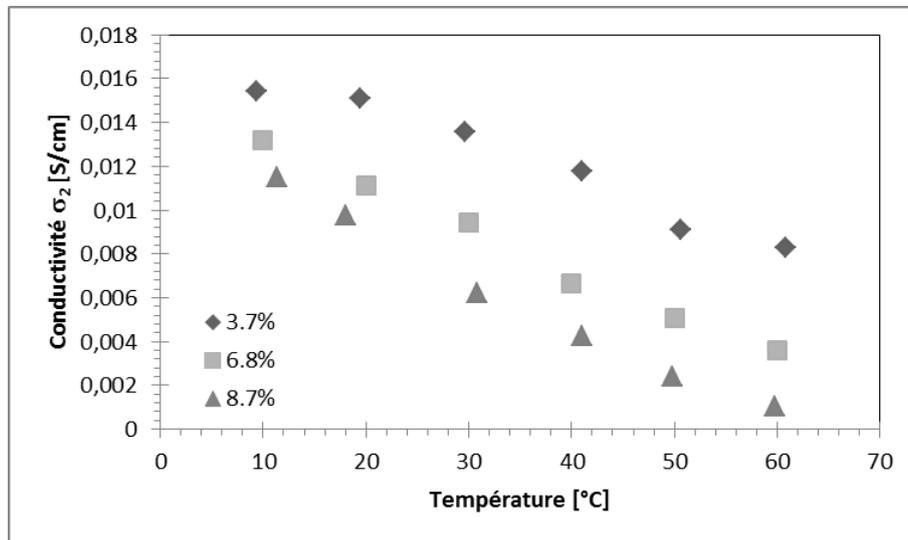


Figure 4-46 Relation entre la conductivité σ_2 et la température pour trois concentrations.

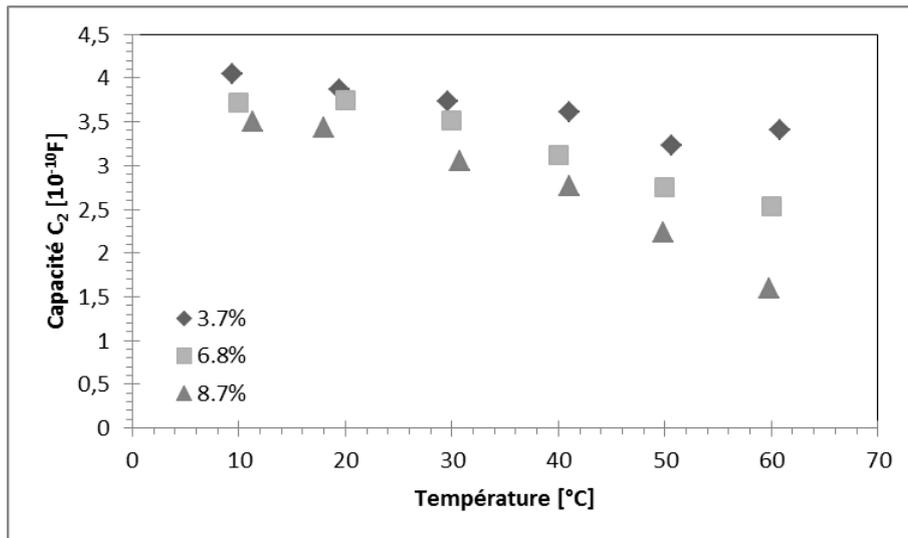


Figure 4-47 Relation entre la capacité C_2 et la température pour trois échantillons de teneurs en matières sèches différentes.

En particulier, on constate que les grandeurs électriques pour des boues de différentes siccités issues d'une même boue mère suivent a priori les mêmes tendances (Figure 4-46 et Figure 4-47).

Cependant, on observe les spécificités suivantes :

- La fréquence de relaxation diminue d'autant plus vite avec la température que la teneur en matières sèches est élevée. Elle diminue également d'autant plus vite avec la teneur en matières sèches que la température est élevée (Figure 4-49).
- La polarisabilité suit exactement les mêmes tendances (Figure 4-48).

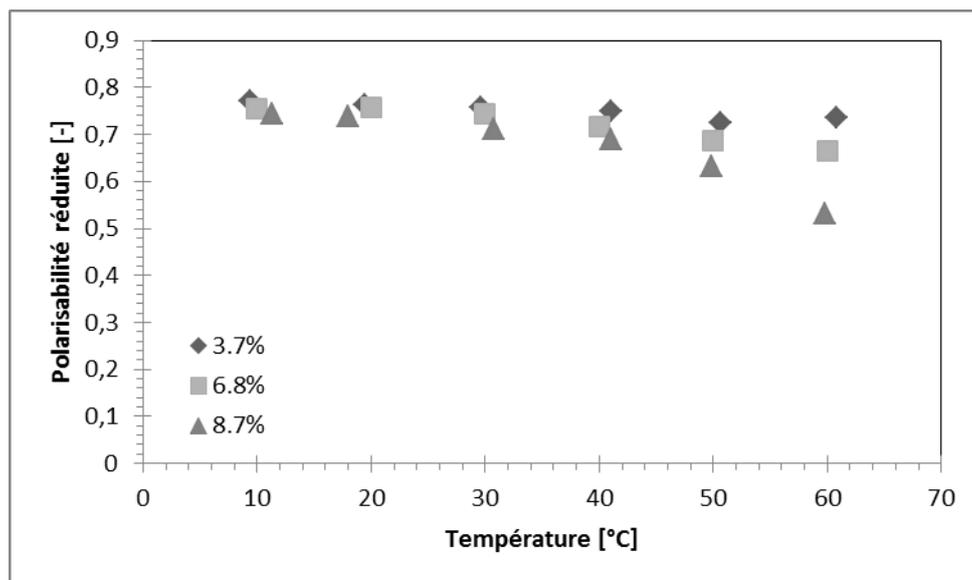


Figure 4-48 Relation entre une représentation de la polarisabilité et la température pour trois teneurs en matières sèches différentes.

Si la fréquence de relaxation diminue avec la siccité, c'est parce que les éléments qui sont sollicités peuvent faire partie de la structure : plus il y a de liaisons au sein de la matière (et plus elles sont fortes), et plus le temps nécessaire à la relaxation des dipôles est grand (Figure 4-49).

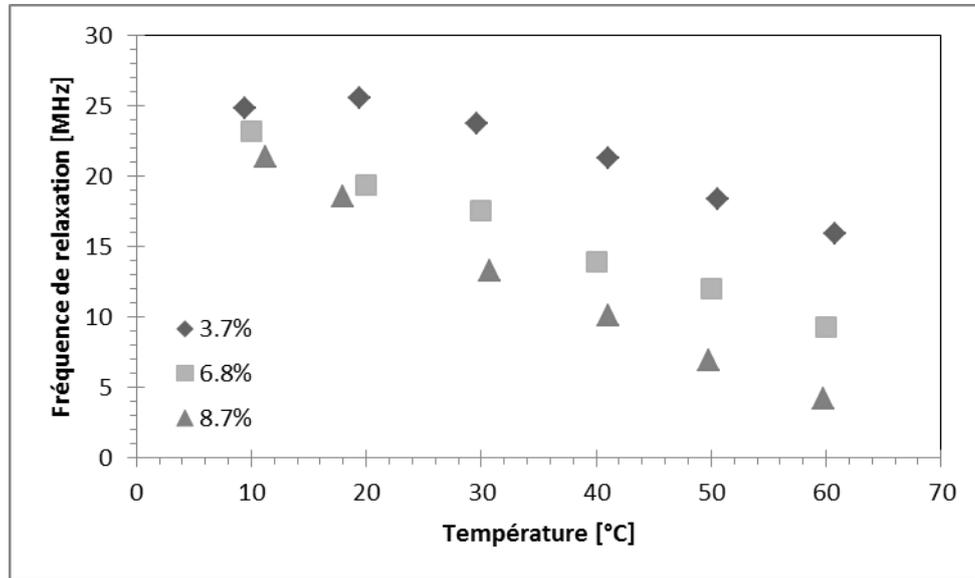


Figure 4-49 Relation entre la fréquence de relaxation f_2 et la température pour trois teneurs en matières sèches.

De plus, la diminution de la fréquence de relaxation avec la température est due au désordre induit par le mouvement Brownien sous l'effet de la température : les effets de la température entrent en compétition avec ceux du champ électrique.

Au final, plus il y a de phénomènes qui entrent en compétition (température, siccité, etc.) et plus le temps de relaxation des dipôles sous l'effet d'un champ électrique donné va augmenter.

Le même raisonnement s'applique à la polarisabilité qui elle est représentative de la capacité des dipôles à s'aligner dans le sens du champ électrique. La structure (i.e. les liaisons de la matière) aura tendance à limiter l'amplitude de la rotation des dipôles alors que la température tend à désorganiser les dipôles, ce qui, à une échelle globale, se traduit par une polarisation moindre.

Concernant la polarisabilité (Figure 4-48), on a également mis en évidence son évolution selon une loi de type VTF, à l'instar des grandeurs rhéologiques solides. Il faudra toutefois noter que contrairement à ces grandeurs (G' , seuil), la polarisabilité, elle, peut se définir en dessous de ϕ_0 : le VTF « s'aplatit », c'est-à-dire que l'énergie d'activation diminue. L'énergie d'activation est donc une fonction de la teneur en matières sèches de la boue. De fait, les dipôles sont plus « faciles » à mobiliser et la polarisabilité sera donc d'autant moins sensible à la température que la boue est peu concentrée.

Ceci a pu être vérifié en appliquant un facteur d'échelle aux différentes courbes de polarisabilité, ce qui revient à modifier l'énergie activation (Figure 4-50). Il s'établit donc

une relation de type « concentration/température », basée sur le même principe que la relation « temps/température » bien connue pour les polymères. Toutefois, cette approche doit être prise avec précaution puisqu'elle n'est valide que dans un domaine où la composition de la boue est peu impactée par la température.

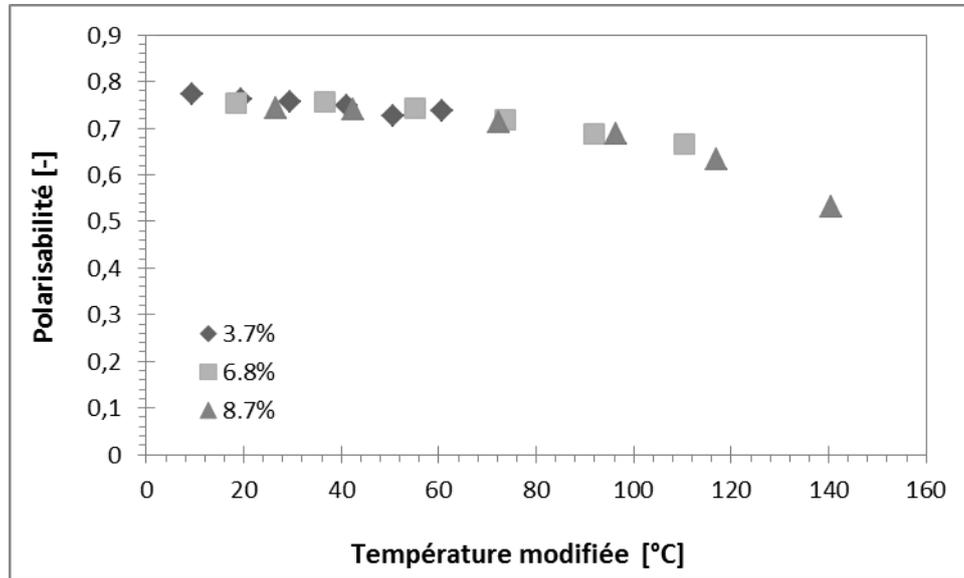


Figure 4-50 Courbe adimensionnée d'une représentation de la polarisabilité en fonction de la température.

Le facteur d'échelle appliqué pour à la température pour adimensionner les courbes est calculé comme suit. Pour une teneur en MS notée MS_i , la température adimensionnée T_{MS_i} est telle que :

$$T_{MS_i} = T_{MS} \times \frac{MS_i}{MS_{min}}$$

Où MS_{min} est la teneur en matières sèches choisie pour référence (ici 3.7%). Bien que le principe soit le même, la relation mathématique est différente de celle observée sur les polymères entre le temps et la température.

Parallèlement, la conductivité $\sigma_0 = 1/R_0$ augmente avec la température et avec la teneur en matières sèches (Figure 4-51).

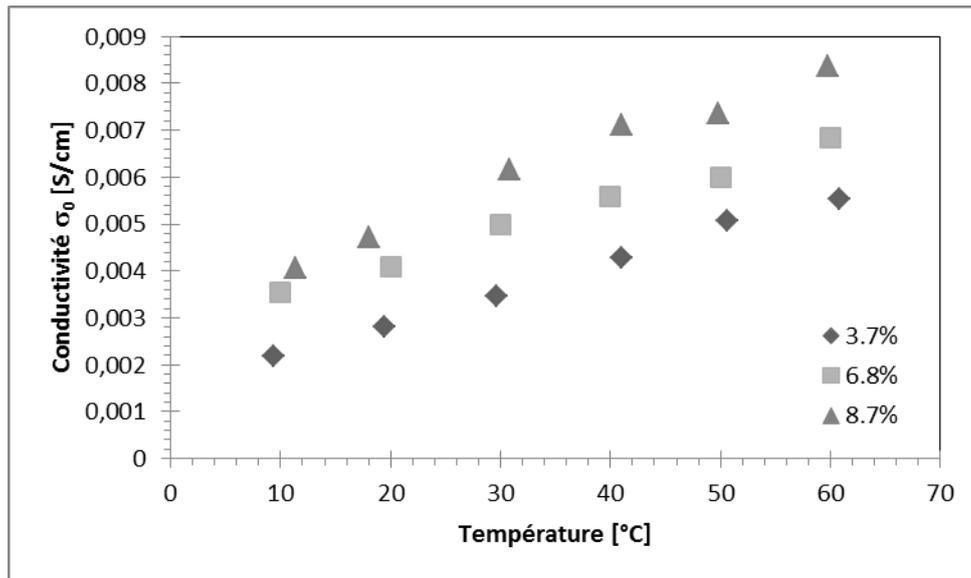


Figure 4-51 Relation entre la conductivité σ_0 et la température pour trois teneurs en matières sèches.

Pour une boue donnée, quand la température varie, σ_0 est uniquement impactée par la mobilité des charges. Par contre, lorsqu'on augmente la teneur en matières sèches, il y a à la fois impact du nombre de charges et de leur mobilité : soit cela est dû à la structure (en tant qu'architecture), soit c'est lié à la seule présence des charges qui seraient alors en trop grand nombre (Kohlrausch 1874 : impact direct sur la mobilité intrinsèque des charges, qui diminue). Si on fait appel aux expérimentations sur la structure, on constate qu'à teneur en matières sèches identique, en l'absence de structure, la conductivité est plus forte, ce qui confirme que la présence d'une structure se traduit par une conductivité moindre. De plus, la relation entre conductivité et teneur en matières sèches des boues réhydratées est linéaire, ce qui signifie que les charges n'interfèrent pas entre elles. Finalement, dans les conditions expérimentales choisies, c'est donc uniquement la structure qui influe sur la mobilité des charges. Dès qu'une structure apparaît, avec le même nombre de charges, la mobilité de ces charges est réduite et la conductivité globale diminue. Il restera dès lors à déterminer comment la structure impacte le déplacement des charges.

4.2. SYNTHÈSE

La finalité de ces travaux est d'utiliser les mesures électriques comme des indicateurs du comportement rhéologique des boues résiduaires. Les premiers travaux réalisés sur le sujet ont montré que les cinétiques d'évolution des propriétés électriques étaient représentatives de l'évolution des propriétés rhéologiques. La question qui s'est posée ici est finalement de déterminer comment propriétés électriques et rhéologiques des boues sont reliées.

Une réponse immédiate apportée par nos résultats est que mesures électriques et rhéologiques sont deux traductions différentes de l'évolution de la matière sous l'impact de paramètres divers : les paramètres mesurés sont liés aux mêmes phénomènes physiques et leurs évolutions sont corrélées, mais complexes car décrivant le phénomène

à deux échelles différentes. Cette relation est donc de nature complexe et n'est lisible que dans des conditions bien spécifiques (Figure 4-52).

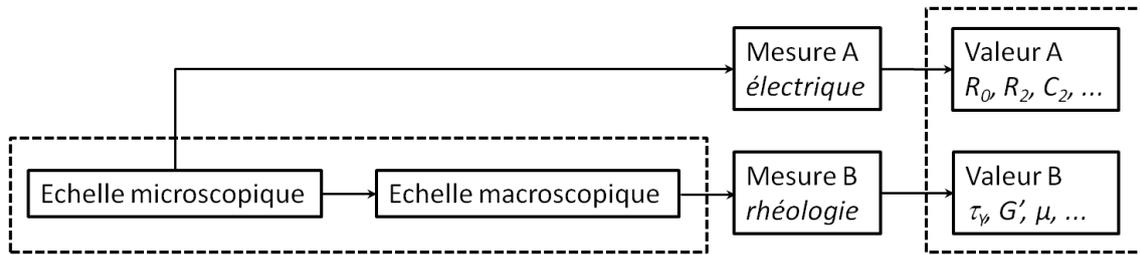


Figure 4-52 Représentation schématique du lien entre mesures électriques et rhéologiques.

Dans un second temps, l'analyse des paramètres électriques extraits des mesures précise ces conditions. En effet, l'évolution de la fréquence de relaxation et de la polarisabilité de la branche R_2C_2 sous l'effet de la température et de la teneur en matières sèches montre que plus la boue est structurée, plus les dipôles ont du mal à relaxer. On peut dire alors que la branche dipolaire n'est favorisée ni par la température ni par la teneur en matières sèches.

Parallèlement, la résistance R_0 (seule sur sa branche), correspondant à la contribution ionique, est favorisée par la température. Elle est également favorisée par la siccité lorsque $\phi < \phi_0$. Son évolution montre que sur la totalité de la gamme de teneur en matières sèches considérée, l'effet du nombre de charges supplante celui de la mobilité (i.e. celui lié à la structure). Une hypothèse serait que lorsque le matériau devient très chargé, cela ne serait plus forcément vrai, mais nous n'avons pas pu le vérifier expérimentalement.

Cet effet de la structure peut se modéliser en décomposant R_0 en deux termes (Figure 4-53). En considérant in fine que la réponse électrique globale de la boue est la somme des contributions des phases liquide et solide, telles que définies précédemment, R_0 peut être décomposée comme suit :

$$R_0 = \frac{1}{\sigma_D + \phi\sigma_{MS}} + R_S$$

Avec ϕ la teneur en matières sèches, R_0 la résistance de la boue, σ_D la conductivité du diluant, ϕ la teneur en matières sèches, σ_{MS} la conductivité de la matière sèche et R_S la résistance électrique « de la structure ».

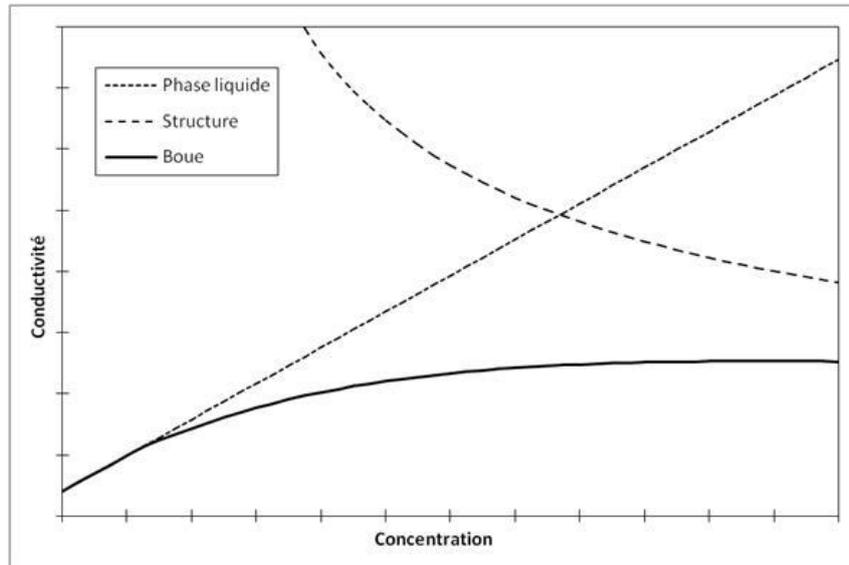


Figure 4-53 Courbe modèle représentant l'évolution des conductivités de la structure (gros pointillés) et de la phase liquide (pointillés fins) de la boue, ainsi que la composante des deux (trait plein).

Finalement, si tous les paramètres électriques sont fondamentalement liés à la température, à la siccité et donc à la structure des boues, à l'échelle expérimentale, la branche R_2C_2 est davantage impactée par ses propriétés solides et la branche R_0 par ses propriétés liquides. De là à dire que R_2C_2 est représentative des propriétés solides et R_0 des propriétés liquides des boues, il n'y a qu'un pas qui ne doit pourtant pas être trop rapidement franchi...

Enfin, si l'on souhaite déterminer un indicateur quantitatif du comportement rhéologique via des mesures électriques, la première chose à faire est de s'affranchir de la température qui peut biaiser les résultats.

Ensuite, les résultats montrent que si l'on connaît à l'avance la nature rhéologique de la boue (liquide ou solide), cet indicateur sera plus facile à déterminer (sous réserve de connaître par exemple le ϕ_0 de la boue en question).

Ainsi, si la boue est très liquide, il suffira de déterminer R_0 qui est proportionnel à la teneur en matières solides et par extension à la viscosité.

Si la boue est plutôt solide, il sera préférable de regarder R_2 , qui augmente avec la teneur en matières sèches au-dessus de ϕ_0 : puisqu'au-dessus de ϕ_0 le module élastique (ou tout autre grandeur solide) évolue comme une loi de puissance de la siccité et que R_2 est linéaire, une loi de puissance reliera R_2 et le module élastique.

Sur le plan purement qualitatif, on retiendra la rupture de comportement de R_2 en fonction de la siccité : l'existence de deux régimes de comportement de part et d'autre d'une teneur en matières sèches critique est un des résultats majeurs de ces travaux.

Chapitre 5. DEVELOPPEMENT D'OUTILS DE MESURE SPECIFIQUES

- Ça, ça me rappelle quelque chose... Quand Wile E. Coyote s'assoit dans un lance-pierre géant et qu'il s'attache lui-même à une fusée, c'est ce qu'on va faire ? Non, j'veux dire, parce que ça lui a pas réussi du tout au coyote.

- Nous avons de bien meilleures fusées que le coyote.

LA CAROTTE ET DAN TRUMAN – ARMAGEDDON – 1998

1. CELLULE DE MESURES DIELECTRIQUES ADAPTEE A UN RHEOMETRE

Les chapitres précédents ont permis d'établir un lien entre les propriétés rhéologiques et électriques des boues, à partir de mesures séparées. Notre objectif est maintenant de mesurer ces propriétés en parallèle, afin d'étudier plus finement les évolutions du signal électrique au cours du cisaillement.

Le point de départ a été l'acquisition d'un système de mesure permettant de réaliser simultanément ces mesures électriques et rhéologiques. Il s'agit d'une cellule type plans parallèles, reliés à un analyseur d'impédance, permettant d'étudier l'effet de la déformation mécanique sur la conductivité et la permittivité des échantillons. Toutefois, cet outil s'est avéré moins performant que prévu et une partie du travail a consisté à finaliser la mise au point de la cellule.

1.1. ANALYSE DE L'EXISTANT

1.1.1. Présentation du montage expérimental

La géométrie de mesure (Figure 5-1) est de type plan-plan, le plan émetteur (inférieur) étant fixe et le plan récepteur (supérieur) étant mobile. Les contacts électriques sont réalisés par deux paires de connecteurs coaxiaux : une paire pour l'émetteur, fixée sur le socle du rhéomètre, l'autre paire pour le récepteur est en contact avec le plan supérieur mobile grâce un système de ressort en or.



Figure 5-1 Système d'acquisition simultané rhéologie/électrique. De droite à gauche : le rhéomètre et sa cellule diélectrique, l'analyseur d'impédance, et l'ordinateur permettant la synchronisation.

1.1.2. Définition du problème

Aux hautes fréquences, une forte dérive du signal électrique apparaît, avec un déphasage qui augmente jusqu'à 90°, aboutissant à des valeurs d'impédance négatives. Or, une impédance négative indique un apport de courant, ce qui impliquerait un matériau générant ou stockant du courant (inductance), ce qui, au regard des résultats précédents, ne peut être le cas des boues. Une analyse détaillée de la réponse électrique fournie par l'analyseur met en évidence la présence de signaux parasites émis par le rhéomètre lui-même et l'absence d'un anneau de garde, pourtant préconisé pour les mesures capacitives de précision (Masta et al., 2006). Notre travail a donc consisté à développer une nouvelle cellule, plus en phase avec les mesures attendues, et permettant de corriger les signaux parasites.

Un signal parasite est présent à la fois sur l'émetteur et le récepteur de la cellule de mesure. Ce signal est d'amplitude relativement forte (~100mVpp), de l'ordre de grandeur de notre signal d'excitation (Figure 5-2). Il s'agit d'un signal harmonique dont la plage de présence (600kHz → 1,5MHz) s'étend largement sur notre plage de mesure (4Hz → 5MHz).

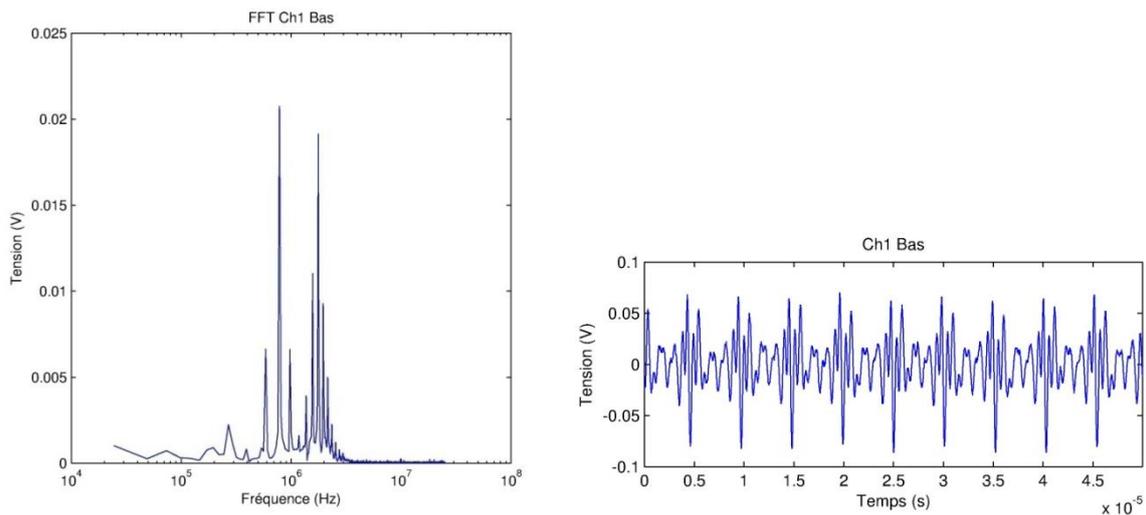


Figure 5-2 Signaux parasites visibles aux électrodes du rhéomètre.

Nous avons pu déterminer que ce bruit était dû à l'élément Peltier permettant la régulation en température du rhéomètre. Même s'il est en effet gênant « d'injecter » un parasite dans le signal émis puisqu'il sera présent dans le signal reçu, ceci ne pose problème que sur le principe : l'analyseur d'impédance possède un mode de fonctionnement permettant de corriger ces erreurs de tensions.

Ainsi, si on définit :

- V_H le potentiel électrique du plan émetteur
- V_L le potentiel électrique du plan récepteur
- V_{NL} le potentiel électrique de la somme des bruits vus par le récepteur (d'après la loi de Faraday)
- $$V_{NL} = \frac{1}{4\pi\epsilon_r\epsilon_0} \sum_i \frac{q_i}{\|\vec{r}_i - \vec{r}_L\|}$$

- V_C le potentiel électrique de consigne
- $U_{DUT} = V_H - V_L$ la tension électrique à travers le matériau
- $U_C = V_C$ la tension électrique de consigne
- ε_r et ε_0 respectivement la permittivité relative du matériau et la permittivité du vide
- q_i la charge électrique d'un point d'une source de bruit
- $\|\vec{r}_i - \vec{r}_L\|$ la distance d'un point d'une source de bruit à l'électrode réceptrice.

Le spectromètre impose le potentiel V_H soit en le régulant directement (mode V, open-circuit voltage) soit en le régulant par rapport à la tension U_{DUT} (mode CV, constant voltage). On suppose le générateur parfait, son impédance de sortie est nulle et il n'est donc pas influencé par le bruit.

Dans le mode V, le potentiel V_H est fixé par l'analyseur d'impédance Sa fréquence et son amplitude sont asservies. Le potentiel V_L étant flottant, il est égal au bruit V_{NL} . On a donc $U_{DUT} = V_C - V_{NL} \neq U_C$ qui est la somme de la consigne et d'un bruit. Le spectromètre basant ses calculs sur la tension qu'il asservit $U_C = V_C$ (et non pas la tension effective appliquée au matériau U_{DUT}), peut donc donner des résultats erronés.

Dans le mode CV, le potentiel V_H est asservit de telle sorte que $U_{DUT} = U_C$ soit « constant » en régime harmonique. Le potentiel V_L étant toujours flottant, on a donc $U_{DUT} = V_H - V_{NL}$ qui est la somme du signal imposé et d'un bruit. Cependant, à chaque instant $V_H = V_C + V_{NL}$. On a donc $U_{DUT} = V_C = U_C$. Ainsi, les erreurs dues au bruit sont gommées par la régulation.

En supposant, que le générateur n'est pas parfait (impédance de sortie positive et non nulle), le raisonnement est toujours bon puisque dans les deux cas la régulation tient compte de l'erreur sur V_H .

Finalement, ce bruit n'est donc pas nuisible dans la pratique, puisque si on se place en mode « tension constante » (CV) sur l'analyseur d'impédance, celui-ci fonctionne avec une régulation qui rétroagit suivant la valeur réelle de la tension appliquée au matériau.

1.2. GEOMETRIE DE MESURE

1.2.1. Effets de bord

Toute précaution de mesure prise, il est maintenant possible de mesurer l'impédance du matériau placé entre les deux électrodes. Or, la construction de la cellule est telle que la majeure partie des électrodes n'est pas en contact avec le matériau. L'impédance totale mesurée ne correspond pas à l'impédance du seul matériau puisque même s'il n'y a pas contact, le signal électrique est tout de même transmis (c'est le principe du condensateur). On mesure donc l'impédance de l'échantillon et celle de l'air aux abords proches des électrodes : les effets de bord.

Ces effets étant difficilement quantifiables au premier abord, on reproduit numériquement notre système en utilisant la méthode des éléments finis. Cette méthode consiste à représenter un système continu par un ensemble d'éléments discrets et permet de résoudre des équations aux dérivées partielles sur des systèmes complexes

(mais connus et représentables). Dans notre cas, nous voulons étudier les propriétés électrostatiques de notre système avec COMSOL en résolvant :

- L'équation locale de Maxwell-Gauss

$$\operatorname{div} \vec{E}(\vec{r}) = \frac{\rho_l(\vec{r})}{\varepsilon(\vec{r})}$$

- L'équation de Maxwell-Faraday

$$\vec{E}(\vec{r}) = -\overrightarrow{\operatorname{grad}} V(\vec{r})$$

Avec $\vec{E}(\vec{r})$ le vecteur champ électrique en un point de l'espace, $\rho_l(\vec{r})$ la densité de charges libres en un point de l'espace, $\varepsilon(\vec{r})$ la permittivité en un point de l'espace et $V(\vec{r})$ le potentiel électrique en un point de l'espace.

En résolvant ces équations, on pourra connaître la charge de chaque point de l'espace et on pourra calculer la capacité du condensateur formé par les effets de bord :

$$C = \frac{\sum Q_a}{(V_a - V_b)}$$

Avec C la capacité du condensateur, $\sum Q_a$ la somme des charges sur une branche du condensateur, V_a le potentiel de la même branche du condensateur et V_b le potentiel de l'autre branche du condensateur.

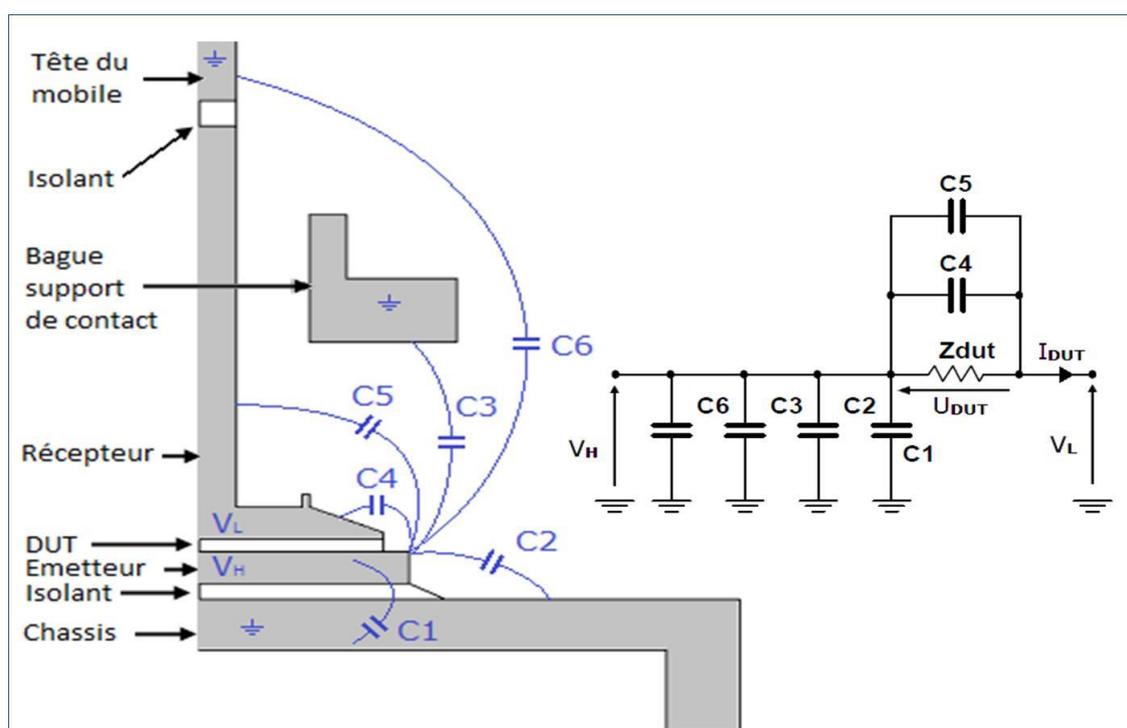


Figure 5-3 Demi-coupe schématisée du rhéomètre avec ses capacités parasites et ses potentiels électriques. A droite schéma électrique équivalent.

Si la cellule est câblée comme préconisé et si la masse de l'analyseur d'impédance est reliée au châssis du rhéomètre, la tension aux bornes de la cellule est bien U_{DUT} , mais la valeur de l'impédance mesurée correspond, dans le cas présenté, à :

$$Z = Z_{DUT} // C_4 // C_5 \neq Z_{DUT}$$

On simule ensuite les propriétés électrostatiques de différentes configurations et on compare l'impédance de la cellule $Z = C$ à l'impédance théorique $Z_{DUT} = C_{DUT}$. Avec C la capacité totale entre les deux électrodes et C_{DUT} le condensateur plan idéal de rayon r et d'entrefer e .

$$C_{DUT} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{\pi r^2}{e}$$

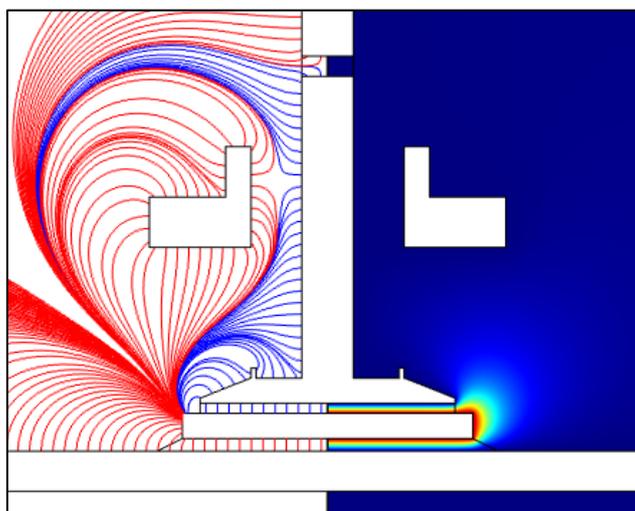


Figure 5-4 Simulation du rhéomètre sans modifications émetteur en bas et récepteur mobile. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.

Les lignes de champ (Figure 5-4) représentent les « connections » entre surfaces élémentaires des électrodes. On peut considérer que chaque ligne de champ représente une capacité et que leur somme nous donnera la capacité totale.

Dans le cas d'un condensateur plan infini, on verrait uniquement des lignes de champ perpendiculaires aux électrodes. En bleu, sont représentées toutes les lignes de champ « connectant » l'émetteur au récepteur, en rouge celles « connectant » la masse qui n'ont pas d'impact sur la mesure (on ne s'y intéresse donc pas).

On peut voir que des lignes de champ sont présentes sur la gauche du mobile. Il s'agit des capacités parasites qui amènent à surestimer la capacité effective du matériau.

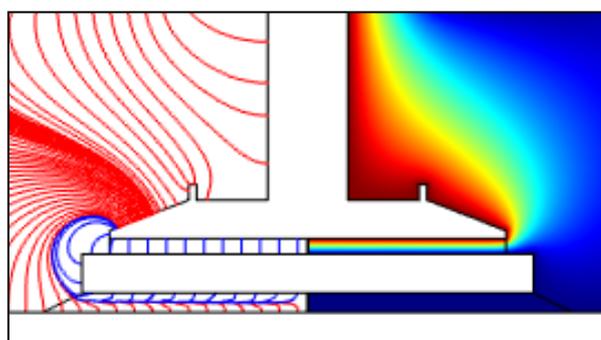


Figure 5-5 Simulation du rhéomètre, émetteur mobile et récepteur en bas. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.

Lorsqu'on intervertit l'émetteur et le récepteur les capacités parasites sont moins visibles (en bleu, Figure 5-5 par rapport à Figure 5-4), les lignes de champs de plus en plus courtes. Mais ce sont celles qui ont le plus d'impact sur la mesure puisque la capacité varie inversement à la taille de l'entrefer e , donc plus les lignes de champs sont courtes et plus elles sont significatives.

Ces lignes de champ constituent « les effets de bord ». On peut s'affranchir de ceux-ci, en divisant une des électrodes et laissant ces subdivisions au même potentiel : la partie extérieure sera l'anneau de garde.

1.2.2. Anneau de garde

Principe et plus-value

L'anneau de garde permet d'abord de s'affranchir des effets de bord, et donc de mesurer une capacité plus proche de la capacité réelle du matériau. Ensuite, dans notre cas, il permet de conserver le diamètre total (mesure+garde) aux dimensions actuelles de la géométrie, nécessaire pour les mesures rhéologiques, tout en réduisant le diamètre de l'élément de mesure « électrique ».

En procédant ainsi, on augmente la valeur de l'impédance mesurée par le spectromètre (et on réduit également l'erreur de mesure). Par exemple, de telles conditions permettraient de diviser le rayon de l'électrode réceptrice par 3 ce qui conduit à diviser la surface effective S du condensateur par 9.

$$Z_{DUT} = Z_{intrinsèque} \times \kappa$$

$$\kappa = \frac{e}{S}$$

Avec κ la constante de cellule.

En divisant S par 9, on augmente l'impédance Z_{DUT} mesurée par l'analyseur d'impédance d'un facteur 9, donc presque un ordre de grandeur. D'autre part la constante de cellule donne une indication sur le ratio surface de contact par rapport au volume d'échantillon (S/eS). Si ce ratio est faible (κ grand), on aura tendance à favoriser les mesures du « bulk » (échantillon) devant les effets d'interface échantillon/électrodes.

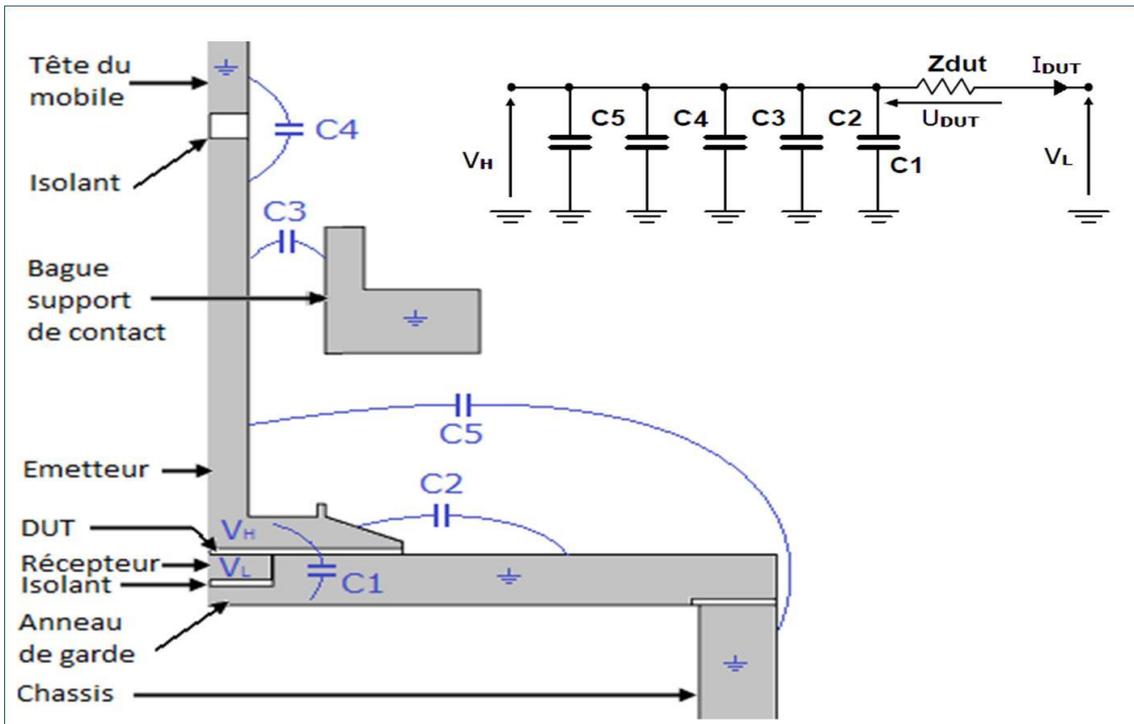


Figure 5-6 Demi-coupe schématisée d'un rhéomètre comportant une géométrie à anneau de garde avec ses capacités parasites et ses potentiels électriques. A droite schéma électrique équivalent.

Dans le cas de la géométrie à anneau de garde, toutes les capacités sont référencées à la masse. Elles sont donc totalement transparentes lors de nos mesures. La tension appliquée au matériau est bien U_{DUT} et le courant I_{DUT} est bien le courant de l'impédance uniquement. La valeur de la capacité mesurée sera donc plus proche de la capacité du matériau.

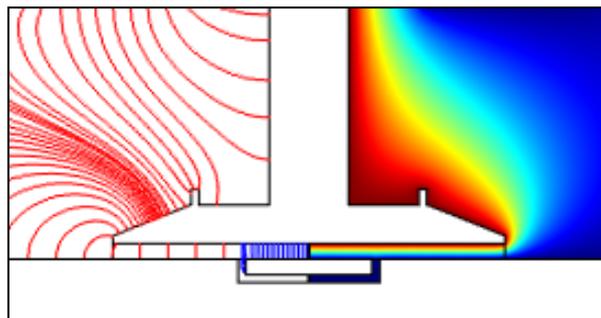


Figure 5-7 Simulation du rhéomètre avec anneau de garde au récepteur et émetteur mobile. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.

Deux systèmes, avec un interstice différent entre l'électrode de la garde, ont été simulés (Figure 5-7). L'épaisseur de celui-ci influe sur le champ électrique pouvant atteindre les flancs de l'électrode de mesure. Plus l'interstice sera grand et plus le champ électrique pourra atteindre l'électrode par les côtés. La capacité du matériau sera donc surestimée. On considère, pour la suite l'interstice comme un isolant.

L'erreur de mesure varie moins en fonction de la permittivité que pour une géométrie sans anneau de garde (Figure 5-8). Pour un isolant de 0.5mm, on mesure une capacité comprise entre 102.5% et 101.5% de la capacité théorique. En diminuant l'isolant à 0.2mm, on mesure une capacité comprise entre 102.5% et 102.2% (Figure 5-8). L'anneau de garde permet donc de stabiliser l'erreur de mesure sur la capacité du matériau.

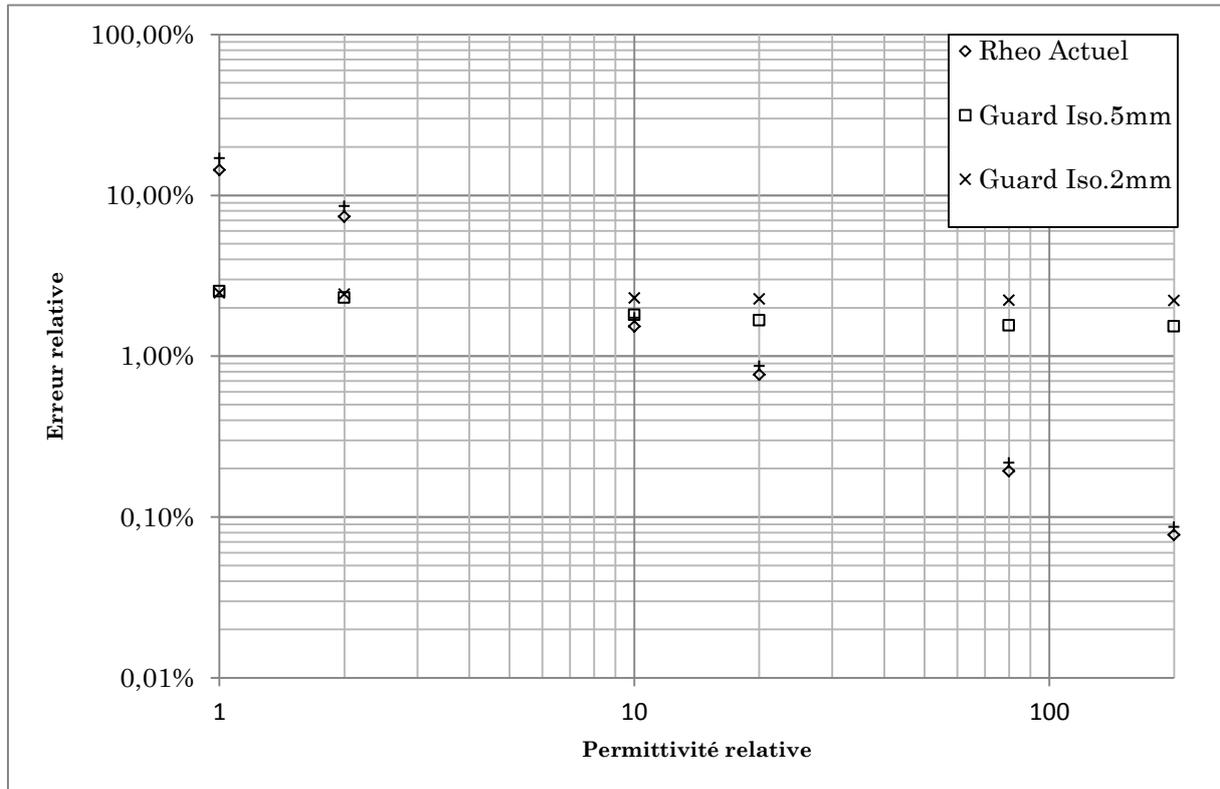


Figure 5-8 Erreurs de mesure sur la capacité simulée pour un entrefer de 2mm.

L'erreur sur la capacité peut alors être assimilée à une constante sur une plus large gamme de permittivités et donc rectifiée par étalonnage.

Jusqu'à présent, l'intervalle entre l'électrode et l'anneau de garde était considéré comme vide (air). Les matériaux à étudier pouvant être très liquides, ils pourront remplir l'interstice (Figure 5-9). Dans ce cas l'erreur serait alors réellement constante en fonction de la permittivité de notre matériau. On peut alors appliquer la simplification suivante (Moon and Sparks, 1948) :

$$C_{mes} = \pi \varepsilon \frac{(r_e + h/2)^2}{e}$$

Avec r_e le rayon de l'électrode de mesure, h l'épaisseur de l'interstice entre l'électrode et l'anneau de garde, e l'entrefer entre les électrodes émettrice et réceptrice et ε la permittivité du matériau.

Lors du dimensionnement de l'électrode, un interstice faible est préférable de manière à pouvoir le négliger. Et l'erreur ϵ sera donnée directement par :

$$\epsilon = \frac{(r_e + h/2)^2}{r_e^2} - 1$$

$$\epsilon = \left(\frac{h}{D_e}\right)^2 + \frac{2h}{D_e} = cste$$

Avec D_e le diamètre de l'électrode de mesure.

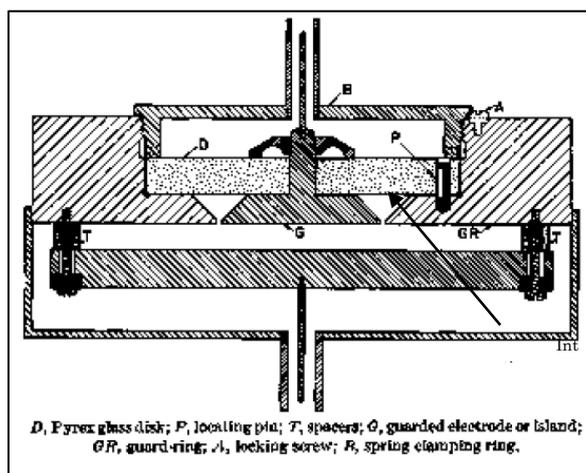


Figure 5-9 Coupe d'une géométrie à anneau de garde (Moon and Sparks, 1948).

D'autres facteurs sont à prendre en compte comme la coplanarité et la concentricité de l'électrode et de sa garde.

Ainsi, le système actuel pourrait être avantageusement remplacé par une géométrie à anneau de garde :

- La diminution de la surface active de l'électrode augmenterait l'impédance mesurée ce qui l'amènerait vers une gamme plus favorable vis-à-vis de l'analyseur d'impédance et de l'impédance en court-circuit des câbles
- L'ajout d'un anneau de garde stabiliserait l'erreur de mesure et contribuerait à la protection de l'électrode contre les parasites en agissant comme un blindage.

De fait, nous avons développé et conçu une cellule similaire à l'existante, mais avec un anneau de garde.

Dimensionnement de la géométrie

Comme décrit précédemment les facteurs clés du dimensionnement de l'électrode à anneau de garde sont :

- le diamètre D_e de l'électrode de mesure, et l'entrefer e entre les deux électrodes, qui influent sur la constante de cellule :

$$\kappa = \frac{4e}{\pi D_e^2}$$

- l'épaisseur h de l'interstice entre l'électrode et l'anneau de garde, qui influe sur l'erreur de mesure de la composante capacitive :

$$\epsilon = \left(\frac{h}{D_e}\right)^2 + \frac{2h}{D_e}$$

	e (mm)	D_e (mm)	h (mm)	h/D_e	κ (cm-1)	ϵ
Rhéomètre actuel	2	50	/	/	0.01	0.1% à 12%
Etude A	2	10	0.3	0.05	0.255	6.09%
Etude B	2	10	0.1	0.01	0.255	2.01%
Etude C	2	5.05	0.1	0.02	1	4.00%

Tableau 8 Comparaison de différentes dimensions de géométries à anneau de garde.

Pour un entrefer fixé à $e = 2\text{mm}$, il est possible de déterminer les paramètres optimaux pour notre cellule. Par expérience, nous avons déterminé qu'une constante de cellule proche de 1 convient bien pour nos applications de mesures électriques sur les boues.

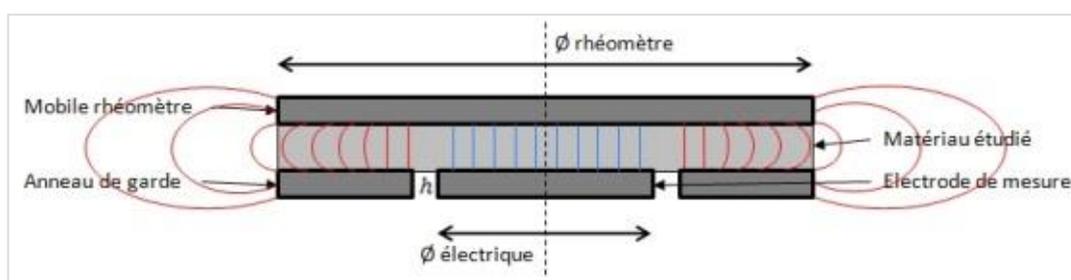


Figure 5-10 Schéma de principe de la cellule de mesure à anneau de garde.

Différentes configurations ont été simulées : à diamètre constant (Étude A et B) et à interstice constant (Étude B et C). L'étude A montre une bien meilleure constante de cellule que le rhéomètre actuel ($\times 25$) et une erreur constante à $\approx 6\%$ grâce à la présence de l'anneau de garde. En diminuant l'interstice h de manière raisonnable (du point de vue de l'usinage), l'erreur peut être diminuée à $\approx 2\%$ (étude B). D'autre part, en visant une constante de cellule de 1 et en gardant l'interstice au minimum (étude C), on atteint une erreur de 4%.

On fixe donc l'interstice à $h = 0.1\text{mm}$ et on ajustera le diamètre de l'électrode ($5\text{mm} \leq D_e \leq 10\text{mm}$) en fonction des contraintes liées à l'usinage et au l'assemblage des différents éléments.

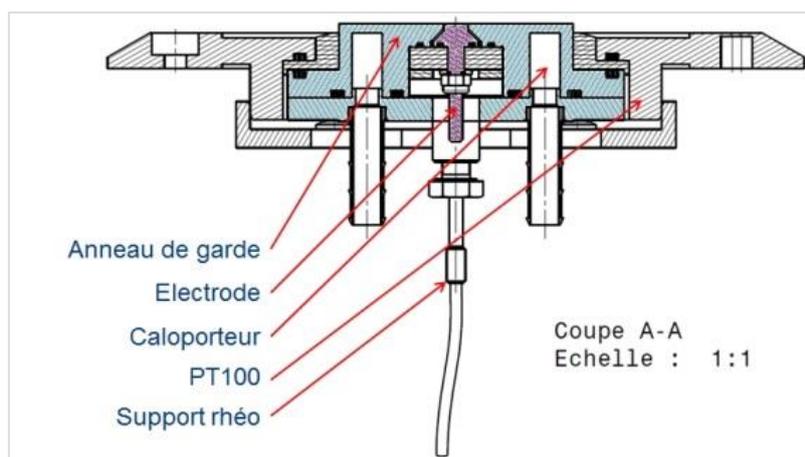


Figure 5-11 Coupe de la géométrie à anneau de garde adaptable au rhéomètre ($D_e = 10\text{mm}$, $h = 0.1\text{mm}$).

L'anneau de garde (Figure 5-11) intègre une canalisation permettant de circuler un liquide caloporteur de manière à réguler la température de l'échantillon. Le rhéomètre ne pouvant pas fonctionner sans mesure de température, une sonde est placée en contact avec la paroi intérieure supérieure de la canalisation afin d'avoir une température approximée de l'échantillon.

La connectique choisie comprend deux connecteurs sur l'électrode de mesure, de manière à pouvoir câbler directement le « Lc » et le « Lp » de l'analyseur sans montage supplémentaire, et un connecteur sur l'anneau de garde. Grâce à ces trois connecteurs (et aux deux présents sur la partie mobile), il est possible d'utiliser le système, soit comme une paire d'électrodes munies d'un anneau de garde, soit comme un système à trois électrodes.

Une demande de brevet est en cours de dépôt et des tests sont actuellement réalisés pour valider la cellule qui intègre également les éléments nécessaires au contrôle et à la régulation en température. Ces tests de validation incluent également tout un travail informatique portant sur l'acquisition et le traitement du signal (en entrée et sortie de la cellule).



Figure 5-12 Photo de l'électrode conçue pour être adaptée à un rhéomètre de type MCR.

1.2.3. Conclusion

La cellule de mesure électrique, intégrable à un rhéomètre (issue du commerce) dont dispose le laboratoire, s'est avérée inadaptée à la mise en œuvre de mesures satisfaisantes sur les boues résiduaires. Après avoir essayé d'optimiser le matériel à disposition, nous avons finalement mis au point un système de substitution, destiné à optimiser les mesures.

Cette nouvelle topologie géométrique permet donc de pouvoir dimensionner indépendamment les surfaces de mesure, sous réserve que la surface de mesure électrique soit inférieure à la surface de mesure rhéologique.

Un brevet est en court de dépôt, afin de protéger l'utilisation de l'anneau de garde dans le cadre de ces mesures électriques et rhéologiques couplées. Une transposition vers une géométrie Couette (cylindres coaxiaux) pourra également être envisagée si les résultats sont suffisamment concluants.

2. BANC DE MESURE EN CONTINU

L'intérêt du couplage entre les propriétés rhéologiques et électriques réside essentiellement dans la détermination – ou l'estimation – des premières à partir des secondes pour piloter au mieux les procédés de traitement des boues.

Dans l'objectif d'appliquer les résultats de nos travaux à un cas concret, nous avons considéré le cas simple d'un écoulement dans une conduite : l'évaluation des propriétés rhéologiques peut par exemple permettre de calculer les pertes de charges et d'adapter la puissance d'une pompe aux caractéristiques de la boue.

Le principe de base, en conduite cylindrique (de section circulaire), s'appuie sur la conservation de la masse (et donc du débit) :

$$Q = \int_0^R \int_0^{2\pi} rV(r) dr d\theta = \int_0^R 2rV(r) dr$$

Pour imposer un débit régulier, il faut être en mesure de connaître le profil des vitesses radiales à l'intérieur de la conduite. Or, ce profil de vitesse va dépendre de la pression appliquée mais aussi de la réponse du matériau à cette pression : c'est donc le paramètre clé à déterminer.

Dans le cas des fluides, par définition, on a :

$$\dot{\gamma}(r) = -\frac{dV}{dr}$$

et

$$\frac{\tau(r)}{\tau(R)} = \frac{\tau}{\tau_p} = \frac{r}{R}$$

Aussi, par un changement de variable approprié, le débit dans la conduite peut également s'écrire (formule de Rabinovitch-Mooney) :

$$Q = \frac{\pi R^3}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \tau^2 \dot{\gamma}(\tau) d\tau$$

Dans cette expression, on retrouve la loi de comportement rhéologique du matériau qui est nécessaire au calcul du débit.

Pour un fluide Newtonien, on retrouve la loi de Poiseuille :

$$Q_v = \frac{\Delta P \cdot r^4}{8 \cdot L \cdot \mu}$$

Pour une loi de puissance simple, de type $\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$, le débit s'écrit :

$$Q = \frac{n}{3n + 1} \pi R^3 \left(\frac{R \Delta P}{2 L K} \right)^{1/n}$$

Pour un fluide à seuil de type Bingham, dont la loi de comportement s'écrit $\tau = \tau_0 + \mu \cdot \dot{\gamma}$, le débit devient :

$$Q = \frac{\pi R^3}{4\mu} \tau_p \left[1 - \frac{4}{3} \left(\frac{\tau_0}{\tau_p} \right) + \frac{1}{3} \left(\frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^4 \right]$$

Avec $\tau_p = \frac{D \cdot \Delta P}{4L}$.

L'objectif de cette partie est de mettre au point une méthode permettant d'estimer les paramètres du comportement rhéologique d'une boue à partir des mesures électriques, en nous focalisant sur le cas simple d'un matériau faiblement concentré qui s'écoule dans une canalisation.

2.1. DEVELOPPEMENT EXPERIMENTAL

La solution initialement retenue repose sur un système constitué d'une pompe et d'un débitmètre pour déplacer le fluide d'un réservoir A à un réservoir B à travers une conduite équipée d'une cellule de conductivité WTW Tetracon DUT (Figure 5-13) reliée à notre analyseur d'impédance.

L'ensemble du système est piloté par une carte microcontrôleur Arduino DUE permettant l'acquisition et le traitement des signaux émis par tous les capteurs et de commander la vitesse de la pompe.

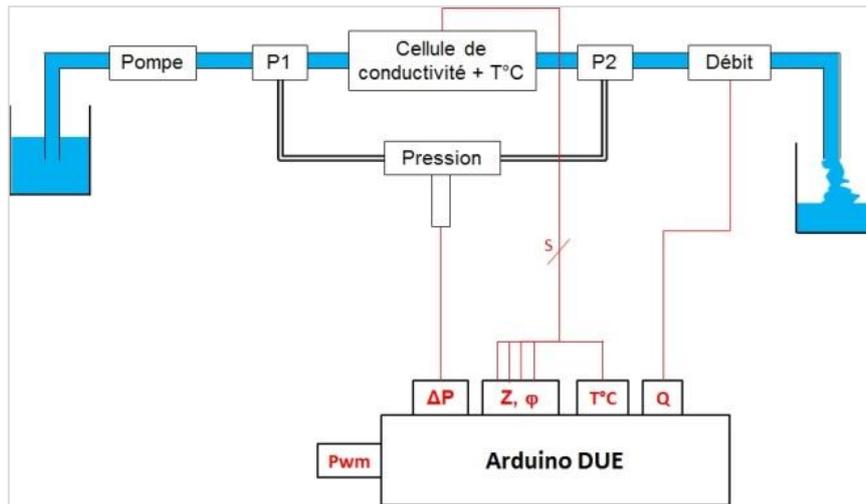


Figure 5-13 Schéma du montage de mesures rhéologiques et électriques couplées en dynamique.

En pratique, malgré les précautions prises pour le dimensionnement des éléments du circuit, la pompe ne s'est pas avérée suffisamment puissante et le débitmètre mal adapté. La circulation du fluide étant le point majeur de ce système, d'autres solutions ont été recherchées.

Dans un premier temps, nous avons développé un analyseur d'impédance 'de terrain', de faible encombrement et de faible coût (par rapport aux analyseurs d'impédance de laboratoire), plus adapté à une implémentation in-situ proche du capteur.

2.2. DEVELOPPEMENT D'UN ANALYSEUR D'IMPEDANCE

Cet analyseur d'impédance a été développé afin de fournir une solution indépendante de mesure d'impédance pour le banc de caractérisation en écoulement. D'autre part, il s'agit d'un système de faible encombrement et de faible coût (par rapport aux analyseurs d'impédance de laboratoire) plus adapté à une implémentation in-situ proche du capteur.

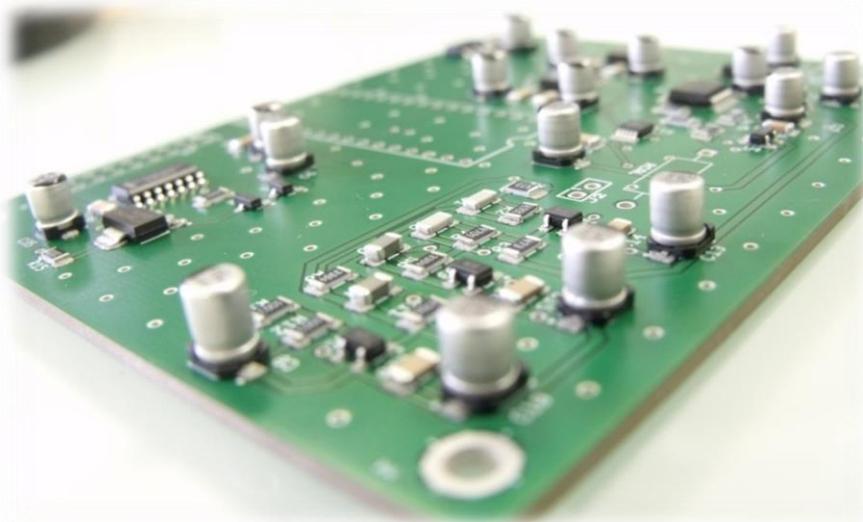


Figure 5-14 Carte de spectroscopie d'impédance utilisant l'AD5933.

Amplificateur d'instrumentation

La sortie « Vout » doit être adaptée aux électrodes de mesure utilisées entre autre par l'ajout d'un système de contre réaction de la tension excitatrice et d'un amplificateur d'instrumentation. L'entrée est prise aux bornes de deux électrodes, la sortie est injectée sur la contre réaction d'un amplificateur opérationnel (non représenté). Cela permet d'asservir la tension effective du matériau (bruit compris, cf. Chapitre 5.1.1.2).

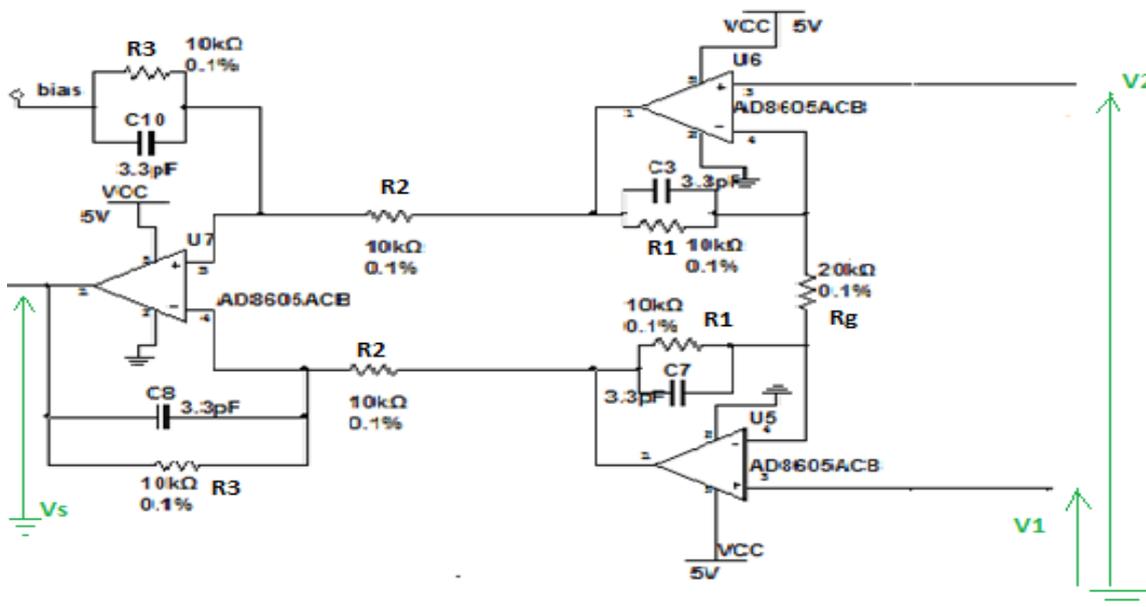


Figure 5-15 Schéma électronique de l'amplificateur d'instrumentation à 3 AOP

Le montage à 3 AOP a un gain de :

$$\frac{V_S}{V_2 - V_1} = \left(1 + \frac{2R_1}{R_g}\right) \frac{R_3}{R_2}$$

Bootstrap

Les entrées de l'amplificateur d'instrumentation doivent être référencées à un potentiel, on y ajoute généralement une paire de résistances reliées à un référence de tension (ici $V_{dd}/2$). Ces résistances contribuent (1) à faire chuter l'impédance d'entrée en mode commun de l'amplificateur d'instrumentation et (2) du fait de leur tolérance à passer une partie des tensions mode commun (bruit) en mode différentiel (signal).

On propose donc d'utiliser une technique appelée "bootstrapping" pour augmenter les impédances d'entrée de mode commun. Le circuit est composé d'un montage « bootstrap resistor » et d'un montage « bootstrap capacitor ». L'un permet d'augmenter l'impédance dans les basses fréquences et le second augmente l'impédance dans les hautes fréquences. Cette méthode a été développée pour améliorer le taux de réjection de mode commun sur les montages différentiels audio (Whitlock, 1996). L'AD5933 fonctionnant essentiellement dans la bande audio (jusqu'à environ 200kHz) il peut être utilisé dans ce cas sans trop de modifications.

$$Z_i = \frac{1 + \left(\frac{f}{f_n}\right)^2}{1 + (1 - G)^2 \times \left(\frac{f}{f_d}\right)^2}$$

Avec :

- f_n : fréquence de coupure basse [Hz]
- f_d : fréquence de coupure haute [Hz]
- G : le gain du bootstrap (=1)
- Z_i : Impédance d'entrée en mode commun du récepteur[Ω].

Le montage bootstrap final avec l'amplificateur d'instrumentation devient donc :

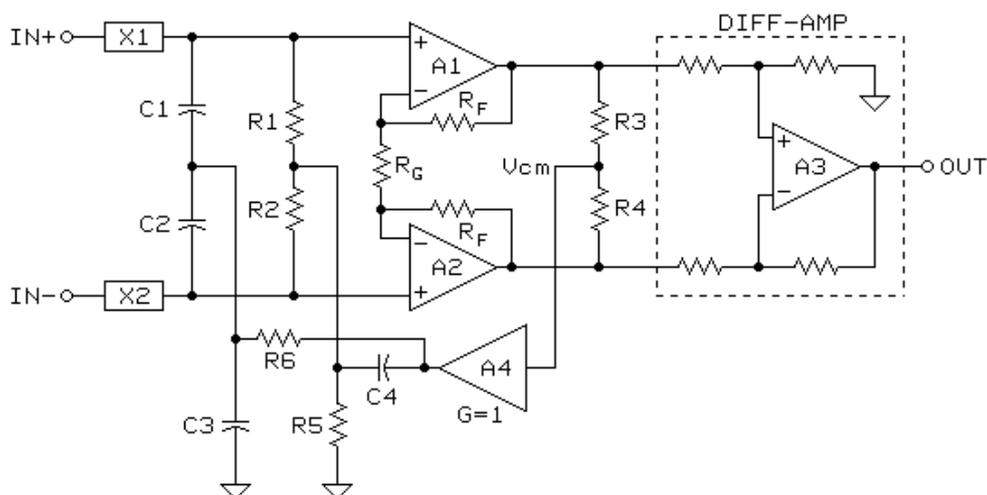


Figure 5-16 Bootstrap d'un amplificateur d'instrumentation.

2.3. MONTAGE AVEC RESERVOIR

Une cellule de filtration-compression (Figure 5-17) va permettre de s'affranchir de l'utilisation d'une pompe et d'un débitmètre, la propulsion du fluide étant réalisée grâce au piston et le débit étant déterminé à partir de la vitesse d'avancement du piston (Figure 5-18).

Les essais réalisés avec ce système ont été concluants, un débit stable et asservi a pu être mis en œuvre. Toutefois, le réservoir de la cellule ne contient qu'un volume limité de matériau (700 ml) qui s'est avéré trop petit au regard du temps nécessaire à la stabilisation du débit : il n'y a donc pas suffisamment de matériau pour réaliser une mesure correcte.



Figure 5-17 Cellule de filtration compression.

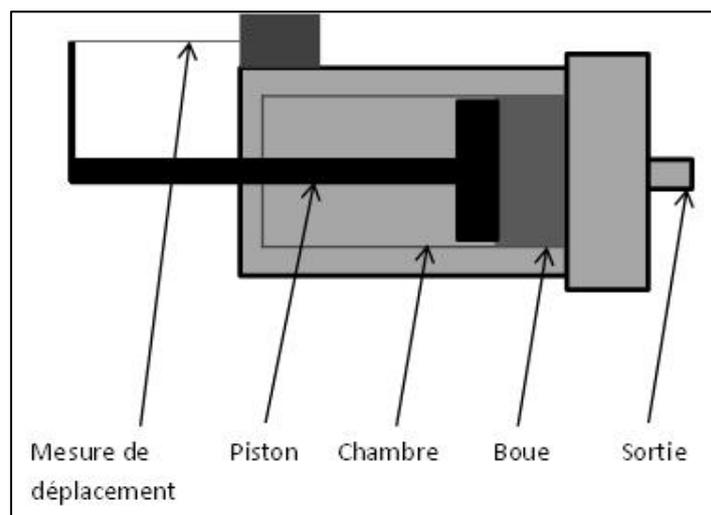


Figure 5-18 Schéma du contenu de la cellule de filtration.

De fait, nous nous sommes orientés vers le développement d'une maquette pouvant être remplie en continu, sans limite de volume.

2.4. MONTAGE EN CONTINU AVEC DES SYSTEMES DE CONTROLE SEPARÉS

Cette solution consiste en l'utilisation d'une vis sans fin couplée avec un moteur pas à pas (Figure 5-19) dans laquelle la boue est introduite depuis un réservoir de volume suffisant. Au moment d'écrire ce mémoire, le système n'est pas encore complètement finalisé, mais nous décrivons ci-dessous son principe.

En pratique, le débit est estimé à partir de la vitesse du moteur. Cette méthode conduit à un débit réel inférieur au débit théorique, mais il est prévu d'ajouter un débitmètre si le système s'avère fonctionnel.

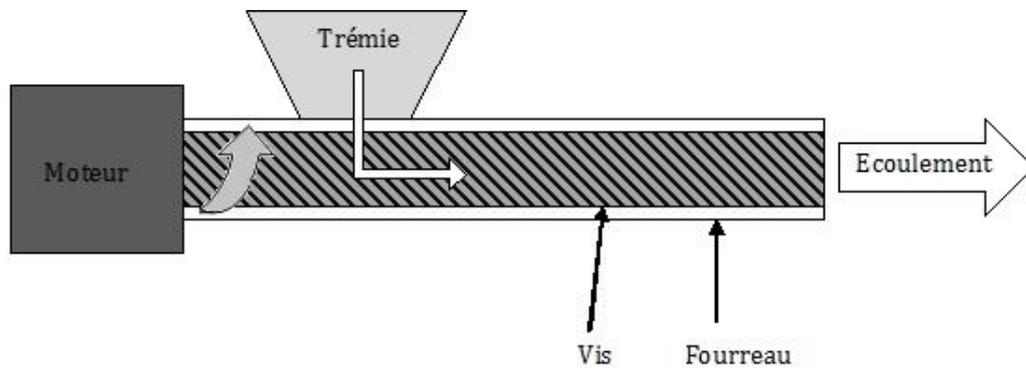


Figure 5-19 Schéma du système d'alimentation en fluide avec une vis sans fin.



Figure 5-20 Système d'alimentation en boue, avec une vis sans fin, pour le banc de mesure en continu.



Figure 5-21 Capteurs du banc de mesure en continu (électrode pour les mesures électriques et capteur de pression).

Les travaux, encore en cours, ont un double objectif :

- Etudier la variation du signal électrique en fonction du débit appliquée pour une gamme de boues relativement large allant de la boue liquide considérée comme un fluide de Bingham (avec un faible seuil) à une boue plus pâteuse présentant un comportement d'Herschel-Bulkley (modifié ou non) (les facteurs limitants seront la puissance de la pompe en amont du système et la capacité de la boue à passer à travers la cellule de conductivité)
- Rétroagir sur la vitesse de la vis pour maintenir un débit constant lorsque les caractéristiques de la boue varient (par exemple sous l'effet de la température ou de la concentration).

2.5. CONCLUSION

A ce stade, deux outils ont été développés. D'une part un outil de précision destiné à l'usage du laboratoire et d'autre part un outil de mesure en continu, s'inspirant du principe d'écoulement rencontré in-situ et déplaçable sur le terrain.

Le travail effectué souligne toute la difficulté rencontrée lorsque l'on souhaite réaliser simultanément deux types de mesures physiques. L'un de ces outils (la cellule) est parfaitement adapté au rhéomètre mais nécessite encore des tests de validation des mesures électriques, tandis que l'autre (le banc) ne présente pas de problème de faisabilité sur le plan électrique mais dépend de la capacité à obtenir un écoulement de la boue en régime permanent. Les expérimentations à venir (qui n'ont pas pu être menées pendant la thèse, par faute de temps) auront pour but de résoudre ces difficultés de façon à obtenir deux outils parfaitement fonctionnels. Ainsi, il s'agira de :

- Valider si les dimensions de l'interstice entre électrode de mesure et anneau de garde sont suffisantes pour que l'anneau de garde remplisse sa fonction (le cas échéant, redimensionner l'interstice)
- Optimiser l'alimentation en fluide du banc de mesure.

Chapitre 6. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

-Tout ça c'est du passé.

-Du futur, vous voulez dire ?

EMMET BROWN ET MARTY MCFLY – RETOUR VERS LE FUTUR II – 1989

L'objectif de ces travaux de thèse était d'étudier la corrélation entre propriétés rhéologiques et électriques de fluides organiques complexes, et plus particulièrement des boues d'épuration. Sur la base des travaux antérieurs, nous nous sommes focalisés sur l'impact de la température et de la concentration (puis par extension de la structure) sur les comportements électriques et rhéologiques des boues résiduaires. Une attention particulière a été portée sur la validation des techniques de mesures électriques. En parallèle aux travaux de caractérisation, deux outils spécifiques de mesure ont également été mis au point.

De manière générale, une boue résiduaire est un matériau non-Newtonien, rhéofluidifiant, présentant des propriétés solides au-delà d'une certaine concentration critique. Les boues ont un comportement électrique de type capacitif et sont assez peu conductrices. Leur signature électrique peut être modélisée par un circuit équivalent de type Maxwell, mais il faut garder en mémoire que le choix des outils de mesure aura un impact fort sur la nature des caractéristiques mesurables (de fait, avec un signal puissant, ce circuit type pourra être complexifié).

La température étant un paramètre clé du traitement des boues résiduaires, nous avons déterminé son impact sur leurs caractéristiques électriques et rhéologiques. Une étude préalable nous a permis de montrer qu'à l'échelle du laboratoire, il n'était pas possible de travailler au-delà de 60°C en raison de phénomènes de moussage. Les résultats obtenus montrent que dans la gamme de température considérée la boue se fluidifie lorsque la température augmente : les propriétés solides décroissent selon une loi de type VTF tandis que les propriétés liquides suivent une loi d'Arrhenius. Parallèlement, la boue devient plus conductrice. La fréquence de relaxation et la polarisabilité du circuit modèle diminue avec la température, illustrant la compétition entre les mouvements moléculaires liés à l'agitation thermique et ceux liés au champ électrique. Un lien fort est mis en évidence au travers de ces expérimentations entre grandeurs physiques dissipatives et représentatives d'un stockage d'énergie.

Outre la température, la concentration (teneur en matières sèches) est le second paramètre impactant fortement les caractéristiques rhéologiques et électriques des boues résiduaires. Dans un premier temps, nous avons d'abord mis en évidence que le choix du diluant utilisé pour préparer les dilutions de boue n'avait pas d'impact sur les propriétés analysées. Ensuite, les résultats obtenus ont permis de démontrer que tout comme le comportement rhéologique, le comportement électrique des boues est dépendant de la concentration en matières solides. Deux régimes se distinguent :

- En-dessous d'une concentration solide critique, la boue a un comportement rhéologique de type liquide. D'un point de vue électrique, elle se comporte comme un électrolyte fort : sa conductivité est directement proportionnelle à la concentration solide
- Pour des concentrations supérieures à une concentration solide critique, la boue présente des propriétés solides. Parallèlement, la structure impacte son comportement électrique, mais les phénomènes mis en œuvre n'ont pas pu être mis en évidence.

L'ensemble des résultats obtenus corrobore l'existence d'un lien entre propriétés électriques et rhéologiques des boues. La nature de ce lien dépend donc des conditions

dans lesquelles le matériau est considéré : concrètement, les effets de la température et de la concentration solide ainsi, par extension, que celui de la structure, se cumulent. Au final, tous les paramètres électriques sont liés, plus ou moins fortement, aux propriétés rhéologiques des boues : on pourra néanmoins dire, qu'à l'échelle des expériences menées au cours de ce travail de thèse, la branche R_2C_2 du circuit modèle, représentative des effets dipolaires, est plus impactée par les paramètres rhéologiques solides tandis que la branche R_0 du circuit modèle, représentative des effets ioniques, est plus impactée par les propriétés liquides de la boue.

Enfin, deux outils ont été mis au point afin de mesurer simultanément les propriétés rhéologiques et électriques des fluides complexes :

- Une cellule adaptable aux rhéomètres du laboratoire permettant à la fois de réaliser des mesures rhéologiques précises (géométrie à plans parallèles) tout en optimisant la mesure électrique et s'affranchissant des effets de bord perturbateurs
- Un banc de mesure en continu, reproduisant les écoulements en canalisations rencontrés sur le terrain. Ce banc permet d'estimer la viscosité (apparente ou Newtonienne) d'un fluide et de mesurer sa conductivité.

Ces outils sont encore en cours de validation. La cellule a fait l'objet d'une demande de brevet et il est envisagé d'en faire autant concernant le banc de mesure.

L'ensemble de ces travaux ouvre de nombreuses perspectives.

Tout d'abord, il sera intéressant de poursuivre l'étude des contributions couplées de la température et de la concentration en matières solides afin de valider les hypothèses qui ont été posées. En particulier, on pourra chercher à complexifier le circuit électrique équivalent de façon à mettre en évidence les deux régimes de comportement qui ont été définis.

Ensuite, il est évident que la composition initiale de la boue est un paramètre clé de son comportement tant rhéologique qu'électrique. Cela ouvre donc deux pistes de travail : d'une part une étude exhaustive par type de boues (ce qui permettrait d'obtenir des abaques) et d'autre part l'étude de l'impact du vieillissement de la boue, soit naturel soit par le biais d'une fermentation contrôlée. En effet, ces différents aspects sont des sources connues impactant la composition de la boue. La question du vieillissement permettra notamment de confronter les résultats plus anciens obtenus au laboratoire (Dieudé-Fauvel et al., 2009) aux nouvelles hypothèses que nous avons développées.

Un axe supplémentaire de travail sera de poursuivre les travaux initiés sur l'impact de la structure de la boue : en effet, pour des raisons de disponibilité de sonde, les mesures réalisées n'ont pu être faites qu'en branchement 2 fils alors qu'un branchement en 4 fils apportera des informations complémentaires. Parallèlement, le mode de préparation choisi pour préparer les échantillons pourra être modifié de façon à déterminer si cela impacte ou non les résultats. Enfin, des techniques d'analyses complémentaires (microscopie, RMN, etc.) apporteront des données complémentaires susceptibles de voir les résultats sous un jour nouveau.

Outre ces aspects, sur un plan technique, l'utilisation d'un matériel plus sophistiqué permettant d'obtenir un signal sur une plus large gamme de fréquence électrique ou sur une plus large gamme de comportements rhéologiques, serait un plus. La finalisation des outils de mesure mis au point au cours de la thèse ouvrira en particulier des voies d'exploration d'autant plus intéressantes que les mesures pourront être menées simultanément.

D'un point de vue fondamental, il sera également intéressant de chercher à comprendre comment les interactions entre l'eau et la matière solide – interactions majeures au regard du traitement des effluents – impactent le comportement physique des boues. Une des pistes envisagées est l'analyse par spectroscopie infrarouge, de premiers travaux menés en parallèle de ce travail de thèse ayant donné des résultats particulièrement prometteurs. Enfin, le développement d'outils de mesure permettra aussi d'exporter le savoir-faire développé au cours de la thèse, dans l'objectif de mettre au point un ou plusieurs capteurs permettant d'améliorer la gestion des effluents non seulement en station d'épuration, mais aussi lors de procédés non spécifiquement dédiés aux boues tels que la digestion anaérobie (là encore, le savoir-faire acquis a permis de montrer que le couplage des mesures électriques et rhéologiques présentait un potentiel fort pour le suivi de la digestion anaérobie).

BIBLIOGRAPHIE

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

Abbasi, S., Carreau, P.J. and Derdouri, A. (2010) Flow induced orientation of multiwalled carbon nanotubes in polycarbonate nanocomposites: Rheology, conductivity and mechanical properties. *Polymer* 51(4), 922-935.

Alderman, N.J., Meeten, G.H. and Sherwood, J.D. (1991) Vane rheometry of bentonite gels. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 39(3), 291-310.

Archie G.E., (1942) The Electrical Resistivity Log as an Aid in Determining Some Reservoir Characteristics, *Petroleum Transactions of AIME* 146: 54-62.

Amari, T. and Watanabe, K. (1990) Flow properties and electrical conductivity of carbon black-linseed oil suspension. *Journal of Rheology* 34(2), 207-221.

Assifaoui, A., Moussa, R. and Blanchart, P. (2001) Dielectric Dispersion in the Frequency Range 1 MHz-1 GHz of Concentrated Suspensions in Relation to Rheology. *Journal of Colloid and Interface Science* 244(1), 74-78.

Assifaoui, A., Moussa, R. and Blanchart, P. (2002) Conductivité électrique de suspensions concentrées entre 1MHz et 1GHz, en relation avec la rhéologie, p. 4.

Ayol, A., Dentel, S.K. and Filibeli, A. (2006) Toward efficient sludge processing using novel rheological parameters: Dynamic rheological testing. *Water Science and Technology* 54, 17-22.

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

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

Baudez, J.C. (2008) Physical aging and thixotropy in sludge rheology. *Applied Rheology* 18(1), 13495-13491-13495-13498.

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

Baudez, J. C. et al. (2002). "Rheological interpretation of the slump test." *Applied Rheology* 12(3): 133-141.

Baudez, J.C., Markis, F., Eshtiaghi, N. and Slatter, P. (2011) The rheological behaviour of anaerobic digested sludge. *Water Research* 45(17), 5675-5680.

Baudez, J.C., Gupta, R.K., Eshtiaghi, N. and Slatter, P. (2013) The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: Strong similarities with soft-glassy materials. *Water Research* 47(1), 173-180.

Baudez, J.C., Slatter, P. and Eshtiaghi, N. (2013) The impact of temperature on the rheological behaviour of anaerobic digested sludge. *Chemical Engineering Journal* 215-216, 182-187.

Bhattacharya, S.N. (1981) Flow characteristics of primary and digested sewage sludge. *Rheologica Acta* 20(3), 288-298.

Bose, S., Bhattacharyya, A.R., Kulkarni, A.R. and Pötschke, P. (2009) Electrical, rheological and morphological studies in co-continuous blends of polyamide 6 and acrylonitrile-butadiene-styrene with multiwall carbon nanotubes prepared by melt blending. *Composites Science and Technology* 69(3-4), 365-372.

Brun, F. (2013) Réalisation d'un rhéomètre à écoulement force incluant une cellule diélectrique, Rapport de stage

Cabeza, M., Keddad, M., Novoa, X.R., Sanchez, I. and Takenouti, H. (2006) Impedance spectroscopy to characterize the pore structure during the hardening process of Portland cement paste. *Electrochimica Acta* 51(8-9), 1831-1841.

Campbell, H.W. and Crescuolo, P.J. (1982) The use of rheology for sludge characterization. *Water Science and Technology* 14(6-7 /7), 475-489.

Capaccioli, S., Prevosto, D., Best, A., Hanewald, A. and Pakula, T. (2007) Applications of the rheo-dielectric technique. *Journal of Non-Crystalline Solids* 353(47-51), 4267-4272.

Carrot, C. and Guillet, J. (1999) Viscoélasticité des polymères fondus. *Techniques de l'Ingénieur AM3620*.

Chaari, F., Racineux, G., Poitou, A. and Chaouche, M. (2003) Rheological behavior of sewage sludge and strain-induced dewatering. *Rheologica Acta* 42(3), 273-279.

Chen, B.-H., Lee, S.-J. and Lee, D.J. (2005) Rheological characteristics of the cationic polyelectrolyte flocculated wastewater sludge. *Water Research* 39(18), 4429-4435.

Chen, B.H., Lee, S.J., Lee, D.J. and Spinosa, L. (2006) Rheological behavior of wastewater sludge following cationic polyelectrolyte flocculation. *Drying Technology* 24(10), 1289-1295.

Chhabra, R.P. and Richardson, J.F. (2008) *Non-newtonian flow and applied rheology*, Elsevier Ltd.

Chu, C.P. and Lee, D.J. (2004) Structural analysis of sludge flocs. *Advanced Powder Technology* 15(5), 515-532.

Chung, H.Y. and Lee, D.J. (2003) Porosity and interior structure of flocculated activated sludge floc. *Journal of Colloid and Interface Science* 267, 136-143.

Coelho, R. (1983) Sur la relaxation d'une charge d'espace. *Revue Phys. Appli.* 18, 137-146.

Colin, F., 1970, Application de techniques rhéologiques à l'étude des boues résiduaires. *Centre Belge d'Etude et de Documentation des Eaux*, 317: 178-187.

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

Couarraze, G., Grossiord, J. L., (1991) *Initiation à la rhéologie*. Lavoisier, Paris.

Couarraze, G. and Grossiord, J.L. (2000) *Initiation à la Rhéologie*, Lavoisier, Paris.

Coussot, P. (1995) Structural similarities and transition from Newtonian to Non-Newtonian behavior for clay-water suspensions. *Phys. Rev. Lett* 74, 3971.

Craig, D.Q.M., Tamburic, S., Buckton, G. and Newton, J.M. (1994) An investigation into the structure and properties of Carbopol 934 gels using dielectric spectroscopy and oscillatory rheometry. *Journal of Controlled Release* 30(3), 213-223.

Curvers, D., Maes, K.C., Saveyn, H., De Baets, B., Miller, S. and Van der Meeren, P. (2007) Modelling the electro-osmotically enhanced pressure dewatering of activated sludge. *Chemical Engineering Science* 62(8), 2267-2276.

Dai, Y., Pachowko, A.D. and Wang, M. (2004) The control of polymer addition to raw waste sludge using electrical resistance tomography - A preliminary study. *Particle and Particle Systems Characterization* 21(3), 228-233.

Degrémont (2005) *Mémento technique de l'eau*. Dixième édition. Lavoisier

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

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

Dieudé-Fauvel, E., Van Damme, H. and Baudez, J.C. (2009) Improving rheological sludge characterization with electrical measurements. *Chemical Engineering Research and Design* 87(7), 982-986.

Dieudé-Fauvel, E. and Dentel, S.K. (2011) Sludge conditioning: Impact of Polymers on Floc structure. *Journal of Residuals Science and Technology* 8(3), 101-108.

Dieudé-Fauvel, E., Héritier, P., Chanet, M., Girault, R., Pastorelli, D., Guibelin, E. and Baudez, J.C. (2014) Modelling the rheological properties of sludge during anaerobic digestion in a batch reactor by using electrical measurements. *Water Research* 51, 104-112.

El Shafei, M. M., Ibrahim, M. S., Abadir, M. F., (2005) Effect of temperature on flow properties of digested waste water sludge. Ninth International Water Technology Conference, IWTC9 2005, Sharm El-Sheikh, Egypt.

Farno, E., Baudez, J.C., Parthasarathy, R. and Eshtiaghi, N. (2014) Rheological characterisation of thermally-treated anaerobic digested sludge: Impact of temperature and thermal history. *Water Research* 56(0), 156-161.

Forster, C.F. (1982) Sludge surfaces and their relation to the rheology of sewage sludge suspensions. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 32(8), 799-807.

Forster, C.F. (1983) Bound water in sewage sludges and its relationship to sludge surfaces and sludge viscosities. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 33 B(1), 76-84.

Forster, C.F. (2002) The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges. *Enzyme and Microbial Technology* 30(3), 340-345.

Frolund, B., Palmgren, R., Keiding, K. and Nielsen, P.H. (1996) Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Research* 30(8), 1749-1758.

Gazbar, S., Abadie, J.M. and Colin, F. (1994) Combined action of electro-osmotic drainage and mechanical compression on sludge dewatering. *Water Science and Technology* 30(8 pt 8), 169-175.

Goggin, P.L., He, R., Craig, D.Q.M. and Gregory, D.P. (1999) An investigation into the supramolecular structure of ternary gel systems using oscillatory rheometry, microscopy, and low frequency dielectric spectroscopy. *Journal of Pharmaceutical Sciences* 88(7), 661-669.

Gonnet, J.M., Guillet, J., Sirakov, I., Fulchiron, R. and Seytre, G. (2003) Simultaneous dielectric and dynamic mechanical measurements on PVDF in the molten state: Study of the linear/nonlinear viscoelastic transition. *Journal of Rheology* 47(3), 631-642.

Grant Allen, D. and Robinson, C.W. (1990) Measurement of rheological properties of filamentous fermentation broths. *Chemical Engineering Science* 45(1), 37-48.

Grossiord, J.-L. and Quemada, D. (2001) Comprendre la rhéologie De la circulation du sang à la prise du béton. *Sciences, E.* (ed), pp. 9-34.

Guibaud, G., Dollet, P., Tixier, N., Dagot, C. and Baudu, M. (2004) Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements. *Process Biochemistry* 39(11), 1803-1810.

Jia, X.S., Furumai, H., Fang, H., (1996) Extracellular polymers of hydrogen-utilizing methanogenic and sulfate reducing sludges. *Water Science and Technology* 30, 1439e1444.

Jin, B., Wilén, B.-M. and Lant, P. (2003) A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. *Chemical Engineering Journal* 95(1-3), 221-234.

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

Karan, N.K., Pradhan, D.K., Thomas, R., Natesan, B. and Katiyar, R.S. (2008) Solid polymer electrolytes based on polyethylene oxide and lithium trifluoro- methane sulfonate (PEO-LiCF₃SO₃): Ionic conductivity and dielectric relaxation. *Solid State Ionics* 179(19-20), 689-696.

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

Khalili Garakani, A.H., Mostoufi, N., Sadeghi, F., Hosseinzadeh, M., Fatourech, H., Sarrafzadeh, M.H. and Mehrnia, M.R. (2011) Comparison between different models for rheological characterization of activated sludge. *Iranian Journal of Environmental Health Science and Engineering* 8(3), 255-264.

Kortschot, R.J., Bakelaar, I.A., Ern , B.H. and Kuipers, B.W.M. (2014) A differential dielectric spectroscopy setup to measure the electric dipole moment and net charge of colloidal quantum dots. *Review of Scientific Instruments* 85(3).

Kurath, S.F., Larson, W.S., (1990) Capillary viscometry on a rheologically complex coating color. *Tappi Journal* 73 (9), 235e241.

Leboeuf, M., Peiti, C., Brul , B., Ghamri, N. and Vergnes, B. (2010) Correlation between rheological and electrical properties of polyamides filled with carbon black. *Rheologica Acta* 49(8), 855-863.

Li, D.H. and Ganczarczyk, J.J. (1990) Structure of activated sludge flocs. *Biotechnology Engineering* 35, 57-65.

L onard, A. (2003) Etude du s chage convectif de boues de station d' puration. Suivi de la texture par microtomographie   rayons X, Universit  de Li ge, Li ge.

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

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

Macdonald, J.R. (1992) Impedance spectroscopy. *Annals of Biomedical Engineering* 20(3), 289-305.

Macdonald, J.R. and Garber, J.A. (1977) Analysis of impedance and admittance data for solids and liquids. *Journal of the Electrochemical Society* 124(7), 1022-1030.

Macdonald, J.R. and Johnson, W.B. (2005) *Impedance Spectroscopy - Theory, Experiment, and Applications*, 2nd Edition. Barsoukov, E. and Macdonald, J.R. (eds), John Wiley & Sons.

Manoliadis, O. and Bishop, P.L. (1984) Temperature effect on rheology of sludges. *Journal of Environmental Engineering* 110(1), 286-290.

Martin, I., Pidou, M., Soares, A., Judd, S., Jefferson, B., (2011) Modelling the energy demands of aerobic and anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment. *Environmental Technology* 32 (9), 921e932.

Mason, T.O., Campo, M.A., Hixson, A.D. and Woo, L.Y. (2002) Impedance spectroscopy of fiber-reinforced cement composites. *Cement and Concrete Composites* 24(5), 457-465.

Mast, T., Chanan, G., Nelson, J., Minor, R., Jared, R. (2006) Edge sensor design for the TMT. *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 6267 II, art. no. 62672S.

Millet, P. and Weiss, P. (2009) Propriétés physiques des matériaux dentaires, Société Francophone de Biomateriaux Dentaires.

Moeller, G. and Torres, L.G. (1997) Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 61(3), 207-211.

Monteiro, P.S. (1997) The influence of the anaerobic digestion process on the sewage sludges rheological behaviour. *Water Science and Technology* 36(11), 61-67.

Moon C and Sparks C M (1948) Analytical formulas for toroidal cross capacitances with rectangular sectional shapes including gap correction formulas *J. Res. Nat. Bur. Stand.* 41 RP 1935 pp 491-501

Moreau, A.A., Ratkovich, N., Nopens, I. and van der Graaf, J.H.J.M. (2009) The (in)significance of apparent viscosity in full-scale municipal membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science* 340(1-2), 249-256.

Mori, M., Seyssiecq, I. and Roche, N. (2006) Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry. *Process Biochemistry* 41(7), 1656-1662.

Mu, Y. and Yu, H.Q. (2006) Rheological and fractal characteristics of granular sludge in an upflow anaerobic reactor. *Water Research* 40(19), 3596-3602.

Nielsen, P.H., Frølund, B. and Keiding, K. (1996) Changes in the composition of extracellular polymeric substances in activated sludge during anaerobic storage. *Applied Microbiology and Biotechnology* 44(6), 823-830.

O'Neil, D.J. (1985) Rheology and mass/heat transfer aspects of anaerobic reactor design. *Biomass* 8(3), 205-216.

Pignon, F., Magnin, A. and Piau, J.-M. (1996) Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum: Identification of flow regimes and rheometric consequences. *Journal of Rheology* 40(4), 573-587.

Peng, Y., Turng, L.-S., Li, H. and Cui, Z. (2011) A study of the relationship between the rheo-dielectric effect and the elasticity of viscoelastic materials. *Journal of Rheology* 55(2), 301-311.

Pevere, A., Guibaud, G., van Hullebusch, E., Lens, P. and Baudu, M. (2006) Viscosity evolution of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal* 27(3), 315-322.

Piau (1979) Non-Newtonian fluids. *Techniques de l'Ingénieur* A710-A711.

Porter, D. (1987) Viscosity as a consequence of dielectric dissipation: 1. General equation and applications. *Polymer* 28(7), 1051-1055.

Raats, M.H.M., van Diemen, A.J.G., Lavèn, J. and Stein, H.N. (2002) Full scale electrokinetic dewatering of waste sludge. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 210(2-3), 231-241.

Ratkovich, N., Horn, W., Helmus, F.P., Rosenberger, S., Naessens, W., Nopens, I. and Bentzen, T.R. (2013) Activated sludge rheology: A critical review on data collection and modelling. *Water Research* 47(2), 463-482.

Raynaud, M. (2010) Couplage de caractérisations mécanique et physico-chimique en vue d'analyser les limites de la déshydratation des boues résiduaires urbaines. Thèse de doctorat. Université de Pau et des Pays de l'Adour.

Rosin-Paumier, S., Touze-Foltz, N., Pantet, A., Monnet, P., Didier, G., Guyonnet, D. and Norotte, V. (2010) Swell index, oedopermeametric, filter press and rheometric tests for identifying the qualification of bentonites used in GCLs. *Geosynthetics International* 17(1), 1-11.

Sánchez, R., Pérez-González, J. and de Vargas, L. (2008) Study of flow-induced structures in a shear thickening micellar solution by simultaneous rheometrical and electric current measurements. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 149(1-3), 71-77.

Sanin, F.D. (2002) Effect of solution physical chemistry on the rheological properties of activated sludge. *Water SA* 28(2), 207-211.

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

Seyssiecq, I., Ferrasse, J.-H. and Roche, N. (2003) State-of-the-art : rheological characterisation of wastewater treatment sludge. *Biochemical Engineering Journal* 16, 41-56.

Sharma, P. and Bhatti, T.S. (2010) A review on electrochemical double-layer capacitors. *Energy Conversion and Management* 51(12), 2901-2912.

Slatter, P.T. (1997) The rheological characterisation of sludges. *Water Science and Technology* 36(11), 9-18.

Slatter, P.T., 2004. The hydraulic transportation of thickened sludges. *Water SA* 30 (5), 66e68.

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

Smollen, M. and Kafaar, A. (1994) Electroosmotically enhanced sludge dewatering: Pilot-plant study. *Water Science and Technology* 30(8 pt 8), 159-168.

Snyman, H.G., Forssman, P., Kafaar, A. and Smollen, M. (2000) The feasibility of electro-osmotic belt filter dewatering technology at pilot scale, pp. 137-144.

Sobolík, V., Žitný, R., Tovcigrecko, V., Delgado, M. and Allaf, K. (2002) Viscosity and electrical conductivity of concentrated solutions of soluble coffee. *Journal of Food Engineering* 51(2), 93-98.

Song, G. (2000) Equivalent circuit model for AC electrochemical impedance spectroscopy of concrete. *Cement and Concrete Research* 30(11), 1723-1730.

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

Spinosa, L. and Wichmann, K. (2004) Sludge characterization: The rôle of physical consistency, pp. 59-65.

Sun, Y., Thomas, M. and Masounave, J. (2010) A quasi-Bingham model for predicting electrorheological fluid behaviour. *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures* 6(1), 141-165.

Sutherland, I.W. (2001) Exopolysaccharides in biofilms, flocs and related structures. *Water Science and Technology* 43, 77-86.

Tamburic, S. and Craig, D.Q.M. (1995) An investigation into the rheological, dielectric and mucoadhesive properties of poly(acrylic acid) gel systems. *Journal of Controlled Release* 37(1-2), 59-68.

Tamburic, S., Craig, D.Q.M., Vuleta, G. and Milic, J. (1996) A comparison of electrical and rheological techniques for the characterisation of creams. *International Journal of Pharmaceutics* 137(2), 243-248.

Tarantola, T. (2012) Impact de la température sur les propriétés rhéologiques et électriques des boues résiduaires, Rapport de stage

Tumidajski, P.J. (2005) Relationship between resistivity, diffusivity and microstructural descriptors for mortars with silica fume. *Cement and Concrete Research* 35(7), 1262-1268.

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

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

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

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

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

Vila, J., Ginés, P., Pico, J.M., Franjo, C., Jiménez, E., Varela, L.M. and Cabeza, O. (2006) Temperature dependence of the electrical conductivity in EMIM-based ionic liquids: Evidence of Vogel-Tammann-Fulcher behavior. *Fluid Phase Equilibria* 242(2), 141-146.

Viota, J.n.L., de Vicente, J., Ramos-Tejada, M.M. and DurÁjn, J.D.G. (2004) Electrical double layer and rheological properties of yttria-stabilized zirconia suspensions in solutions of high molecular weight polyacrylic acid polymers. *Rheologica Acta* 43(6), 645-656.

Whitlock B., A new balanced audio input circuit for maximum common mode rejection in real world environments, AES 101st Convention Preprint #4372, 1996 et U.S. Patent 5.568.561

Wilén, B.-M., Jin, B. and Lant, P. (2003) Impacts of structural characteristics on activated sludge floc stability. *Water Research* 37, 3632-3645.

Wingender, J., Neu, T.R., Flemming, H.C. (1999). *Microbial extracellular polymeric substances*. Springer, Berlin.

Wolny, L., Wolski, P. and Zawieja, I. (2008) Rheological parameters of dewatered sewage sludge after conditioning. *Desalination* 222(1-3), 382-387.

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

Wu, R.M., Lee, D.J., Waite, T.D. and Guan, J. (2002) Multilevel structure of sludge flocs. *Journal of Colloid and Interface Science* 252(2), 383-392.

Wu, X.H., Wang, F., Sun, D.X., Yang, W.H., 2011. Rheology and flow characteristic of urban untreated sewage for cooling and heating source. *Experimental Thermal and Fluid Science* 35 (4), 612e617.

Xie, C.G., Williams, R.A., Simons, S.J.R., Beck, M.S. and Bragg, R. (1990) A novel sedimentation analyser. *Measurement Science and Technology* 1(11), 1216-1227.

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

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

Zeng, H. and Zhao, Y. (2011) Rheological analysis of non-Newtonian blood flow using a microfluidic device. *Sensors and Actuators A: Physical* 166(2), 207-213.

SITES INTERNET

www.ademe.fr

www.directindustry.fr

www.deshydratation-boues.com

www.tecnoidea.it

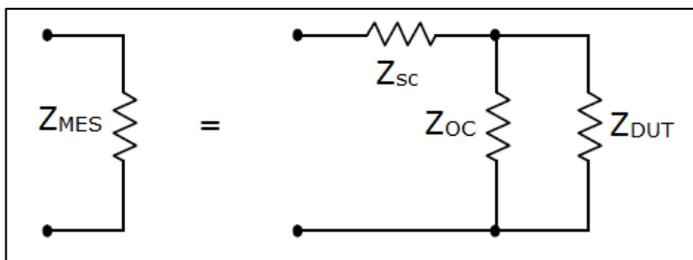
ANNEXES

1. COMPENSATION DES CABLES

Connaissant les impédances en court-circuit et en circuit ouvert, l'impédance du matériau étudié peut donc être recalculée à partir de la formule suivante :

$$Z_{DUT} = \frac{Z_{Mes} - Z_{SC}}{1 - \frac{Z_{Mes} - Z_{SC}}{Z_{OC}}}$$

Où Z_{Mes} , Z_{SC} , Z_{OC} et Z_{DUT} sont respectivement les impédances mesurée, des câbles en court-circuit, des câbles en circuit ouvert, et effective du matériau.



Dans le cas du programme qui suit on considère Data, Mes, ShortComp et OpenComp respectivement Z_{DUT} , Z_{Mes} , Z_{SC} et Z_{OC} .

```
function Data=Compensate(Mes,ShortComp,OpenComp)

% On aligne Short sur Open par interpolation et on met sous forme complexe
SComp = interp1(ShortComp.f,ShortComp.Z,OpenComp.f,'spline')...
.*exp(1i*interp1(ShortComp.f,unwrap(ShortComp.P*pi/180),OpenComp.f,'spline'));
OComp = OpenComp.Z.*exp(1i*OpenComp.P*pi/180);

% On enlève la contribution série des câbles de la mesure Open pour avoir la valeur
Open effective Zo = Zo-Zs. On repasse en Z et P
OComp = OComp - SComp;
clear SComp
OpenComp.Z = abs(OComp);
OpenComp.P = angle(OComp)*180/pi;
clear OComp

% On aligne Open sur Mesure par interpolation sur les fréquences disponibles pour
Open et on met sous forme complexe
ind = find(Mes.f>=OpenComp.f(1),1,'first');
Zo = interp1(OpenComp.f,OpenComp.Z,Mes.f(ind:end),'spline')...
.*exp(1i*interp1(OpenComp.f,unwrap(OpenComp.P*pi/180),Mes.f(ind:end),'spline'));

% On pad Open avec |Z| = Inf, arg(Z) = 0 sur la longueur de Mesure et on calcule Yo
= 1/Open;
Yo = [zeros(ind-1,1); 1./Zo];

% On aligne Short sur Open par interpolation et on met sous forme complexe
Zs = interp1(ShortComp.f,ShortComp.Z,Mes.f,'spline')...
.*exp(1i*interp1(ShortComp.f,unwrap(ShortComp.P*pi/180),Mes.f,'spline'));

% On passe Mesure en complexe
Zm = Mes.Z.*exp(1i*Mes.P*pi/180);

% On calcule Zm la mesure compensée des câbles
```

```

Zm = 1./(1./(Zm-Zs)-Yo);

% On renvoie les données compensées
Data.Z = abs(Zm);
Data.P = angle(Zm)*180/pi;
Data.f = Mes.f;

end

```

2. REALISATION DES MESURES D'IMPEDANCE

On développe ici le contenu d'un protocole d'acquisition. Les différentes fonctions permettant de contrôler l'analyseur d'impédance donnent la possibilité d'agencer les actions dans un ordre prédéterminé afin de diminuer le biais expérimental.

```

clear all;
close all;
clc;

%% INITIALISATION

myPath = '\\datafile2\boues\EIS\Protocoles_EIS\
Acquisitions\Concentration040414\4fils\' ; % Adresse du dossier de sauvegarde
file = input('Nom du fichier d\'acquisition : ','s'); % Demande le nom de
l'acquisition

Hioki = HiokiInit('COM4'); % Initialise la connexion avec le Hioki
HiokiVolt(Hioki,.05); % Voltage constant à 50mV

tic;

%% MESURE EN BOUCLE (ATTENTE DE STABILISATION)
HiokiAnalyzer(Hioki); % En mode analyzer Z theta

N = 120; T = 1; % N : nb de tour de boucle max    T : temps entre 2 mesures

save SupprMe2stop N % supprimer ce fichier pour forcer l'arrêt de la boucle

nbPts = 3; % Config du sweep
HiokiSweep(Hioki,4000,400000,nbPts,1,'LOG','FAST');

To = toc; tic;
Temp = HiokiTrig(Hioki,nbPts); % trig du sweep
Data.Z(:,1) = Temp.Z;
Data.P(:,1) = Temp.P;
Data.f = Temp.f;

if N>1
    ii = 2; dZ = 10;
    while ii<=N && exist('SupprMe2stop.mat') && dZ(end)>1e-4 % Arrêt si <0.01%/s
        t = T-toc;
        pause((t>0)*t);
        tic;
        Temp = HiokiTrig(Hioki,nbPts); % trig du sweep
        Data.Z(:,ii) = Temp.Z;
        Data.P(:,ii) = Temp.P;
        t = (0:ii-1)*T+To;

        Z = filter(ones(1,5)/5,1,Data.Z,[],2); % Débruitage
        dZ = mean(abs(diff(Z,1,2))./Z(:,1:end-1),1)/T; % Calcul dZ/dt

        semilogy(dZ); % Affichage dZ/dt

        drawnow;
        ii = ii+1;
    end
end

```

```
end
disp('Start single sweep');

%% MESURE FINALE

nbPts = 201; % Configuration du sweep
HiokiSweep(Hioki,4,5000000,nbPts,1,'LOG','SLOW');

DataXls = [];

for ii = 1:3 % Nombre de mesures a effectuer (ici triplicata)
    Temp = HiokiTrig(Hioki,nbPts); % trig du sweep
    Data.Z = Temp.Z;
    Data.P = Temp.P;
    Data.f = Temp.f;
    save([myPath file '_' num2str(ii) '.mat'],'Data'); % Sauvegarde des données
brutes
end

%% AFFICHAGE DERNIERE MESURE
figure;
PlotNyquist(Data,'b');
set(gca,'DataAspectRatio',[1 1 1]);

%% FERMETURE CONNEXION
HiokiExit(Hioki);
clear Hioki;
disp('The End !');
```


TABLE DES ILLUSTRATIONS

1. FIGURES

Figure 2-1 Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration (Source ADEME).	21
Figure 2-2 Schéma de fonctionnement type de la filière boues.	21
Figure 2-3 Filtre à bandes (www.directindustry.fr).	23
Figure 2-4 Schéma d'une centrifugeuse (www.deshydratation-boues.com).	24
Figure 2-5 Filtre-presse (www.tecnoidea.it).	24
Figure 2-6 Stabilisation des boues : boues chaulées (Irstea), séchoir rotatif (Berlie-Falco), digesteur (Graincourt, Apro Industrie), aire de compostage de boues (Valterra).	26
Figure 2-7 Représentation schématique d'un floc de boue activée (Urbain et al., 1993).	29
Figure 2-8 Différents niveaux de structure des floes de boue (Turchiuli et Fargues, 2004 ; Zartarian et al., 1997 ; Raynaud, 2010).	29
Figure 2-9 Mouvement de cisaillement entre deux surfaces planes.	33
Figure 2-10 Principaux rhéogrammes (d'après Millet et Weiss, 2009).	33
Figure 2-11 Courbe maitresse illustrant l'écoulement de boues digérées de concentration différente (d'après Baudez et al., 2011).	35
Figure 2-12 Représentation de la déformation en fonction du temps et modèle de Kelvin-Voigt étiré (d'après Baudez et al., 2011, données expérimentales).	36
Figure 2-13 Représentation de Cole-Cole pour un polymère thermoplastique à température donnée (Carrot et Guillet, 1999).	42
Figure 2-14 Diagramme d'impédance électrique : cercle dépressé et paramètres utilisés pour son analyse (Macdonald et Johnson, 2005).	42
Figure 3-1 Préparation des échantillons de boue.	50
Figure 3-2 Schéma d'un rhéomètre à plans parallèles (d'après Baudez, 2001).	50
Figure 3-3 Schéma d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux (d'après Baudez, 2001).	51
Figure 3-4 Protocole de mesure rhéologique en dynamique.	53
Figure 3-5 Evolution schématique de la contrainte et de la déformation lors de mesures en dynamique.	54
Figure 3-6 Moussage de la boue lors d'un test de fluage réalisé à 70°C.	55
Figure 3-7 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ MS au cours d'une augmentation de température.	55
Figure 3-8 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ (à 70°C).	56
Figure 3-9 Visualisation de l'évolution d'une boue à $\approx 12,5\%$ (Etat final 90°C).	56
Figure 3-10 Représentation de Nyquist d'une impédance complexe capacitivo-résistive.	58
Figure 3-11 Représentation simplifiée de la permittivité d'un matériau en fonction de la fréquence de l'onde électromagnétique.	60
Figure 3-12 Circuits de Voigt (à gauche) et de Maxwell (à droite).	61
Figure 3-13 Circuit de Maxwell correspondant aux deux fréquences de relaxation ionique et dipolaire de Debye.	61

Figure 3-14 Principe de fonctionnement du programme d'acquisition des mesures d'impédance électriques.....	63
Figure 3-15 Décomposition de l'impédance mesurée.	64
Figure 4-1 Courbe d'écoulement d'une boue à 8.7% de siccité (à 30°C) (losanges) et modèle de Herschel-Bulkley modifié (carrés) : $\tau c = 80.4$, $K = 5.43$, $n = 0.53$, $\mu = 0.022$, $R2 = 0.9999$	67
Figure 4-2 Modules élastique et visqueux d'une boue résiduaire à 10.3%MS en fonction de la déformation lors de mesures dynamiques à 1Hz.	68
Figure 4-3 Evolution des modules élastique et visqueux après le point de croisement pour la boue à 17.6% de siccité (mesure à 20°C). Les lois de puissance sont les suivantes : $G' = 6.106\gamma - 1.625$ ($R2 = 0.9985$) et $G'' = 6379231\gamma - 1.004$ ($R2 = 0.9993$).....	69
Figure 4-4 Diagramme de Bode d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.....	70
Figure 4-5 Diagramme de Nyquist d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.....	70
Figure 4-6 Circuit de Maxwell correspondant aux deux fréquences de relaxation ionique et dipolaire.	71
Figure 4-7 Permittivité relative d'une boue à 1% mesuré par une sonde câblée à 4 électrodes.....	72
Figure 4-8 Représentation des deux relaxations de Debye.....	73
Figure 4-9 Diagramme de Bode d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.....	74
Figure 4-10 Diagramme de Nyquist d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.....	74
Figure 4-11 Permittivité relative d'une boue à 1%MS mesuré par une sonde câblée à 2 électrodes.....	75
Figure 4-12 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.	75
Figure 4-13 Courbes d'écoulement d'une boue à 8.7%MS à différentes températures.....	77
Figure 4-14 Evolution du module élastique en fonction de la déformation, pour une fréquence de 1Hz et pour différentes températures.....	78
Figure 4-15 Courbe d'écoulement adimensionnée obtenue à partir de différentes températures.....	79
Figure 4-16 Evolution des paramètres rhéologiques en fonction de la température. Les quatre courbes peuvent être modélisées par une loi VTF.	79
Figure 4-17 Viscosité infinie de Bingham en fonction de la viscosité de l'eau. Modèle : $\mu = 57.233\mu_{eau}$ ($R2 = 0.9946$).	80
Figure 4-18 Diagramme de Nyquist d'une boue à 8.7%MS pour différentes températures.....	81
Figure 4-19 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.	81
Figure 4-20 Diagramme de Nyquist d'une boue à 8.7%MS et 30,8°C ainsi que son modèle électrique	82

Figure 4-21 Relation entre la résistance R_0 et la viscosité infinie μ . Le modèle est $R_2 = 849.26\mu$ avec $R^2 = 0.9715$.	83
Figure 4-22 Relation entre la capacité C_2 et le module élastique G' . Le modèle est $C_2 = 0.0046G' - 0.9654$ with $R^2 = 0.986$.	83
Figure 4-23 Relation entre la conductivité $\sigma_2 = 1R_2$ et le module visqueux G'' . Le modèle est $\sigma_2 = 0.0002G'' - 0.0039$ with $R^2 = 0.9893$.	84
Figure 4-24 Variation d'une représentation de la polarisabilité en fonction de la température et son modèle VTF : $A = 0.8877$, $EaR = 11.07$, $T_0 = 83.8$ et $R^2 = 0.992$.	85
Figure 4-25 Relation entre la fréquence de relaxation électrique et la température.	86
Figure 4-26 Modules élastiques (trait plein) et visqueux (pointillés) en fonction de la teneur en matières sèches des dilutions de boue pour trois diluants différents. Valeur des paramètres : $\alpha' = 0.1$ $n' = 2.2$ ($R^2 = 0.94$), $\alpha'' = 0.06$ et $n'' = 1.9$ ($R^2 = 0.91$), $\phi_0 = 25.4$ (g.L ⁻¹) (soit 2.54%).	88
Figure 4-27 Conductivité propre des échantillons de boue en fonction de la siccité, pour différents diluants.	89
Figure 4-28 Conductivité en fonction de la siccité des boues pour les dilutions les plus grandes et impact de la nature du diluant.	90
Figure 4-29 Evolution du module élastique en fonction de la déformation pour une série de dilutions d'une même boue.	91
Figure 4-30 Module élastique déterminé sur le plateau viscoélastique linéaire en fonction de la teneur en matières sèches des dilutions de boue. Modèle : $G' = 0.1\phi - 1.994.65$, $R^2 = 0.9968$.	92
Figure 4-31 Courbe d'écoulement adimensionnée (déterminée à partir des données au-dessus de la concentration critique).	93
Figure 4-32 Viscosité infinie en fonction de la teneur en matières sèches et modèle en exponentielle : $\mu = 0.0027exp0.4073\phi$, $R^2 = 0.9906$.	94
Figure 4-33 Diagrammes de Nyquist de différentes dilutions de boue.	95
Figure 4-34 Circuit équivalent simplifié modélisant la signature électrique d'une boue.	95
Figure 4-35 Relation entre la résistance R_2 et la teneur en matières sèches.	96
Figure 4-36 Relation entre la conductivité $\sigma_0 = 1/R_0$ et la teneur en matières sèches.	96
Figure 4-37 Relation entre la capacité C_2 et la teneur en matières sèches.	97
Figure 4-38 Relation entre une représentation de la polarisabilité et la teneur en matières sèches.	98
Figure 4-39 Relation entre la fréquence de relaxation f_2 et la teneur en matières sèches.	99
Figure 4-40 Représentation schématique de la macro polarisation d'une boue.	100
Figure 4-41 Boue avant (a) et après congélation (b) et boue reconstituée à partir de boue séchée (c). Tous les échantillons ont une siccité de 8% (d'après Dieudé-Fauvel, 2007).	101
Figure 4-42 Boue structurée (a), boue séchée (b), boue réhydratée non-structurée (c). Les échantillons a et c ont une siccité de 14%.	101
Figure 4-43 Conductivité des séries d'échantillons de boue structurée et non structurée en fonction de la teneur en matières sèches.	102

Figure 4-44 Rhéogramme d'une boue réhydratée (non structurée) dont la siccité est de 14%. La viscosité de la boue est de 4.1mPa.s.	103
Figure 4-45 Viscosité infinie des boues structurées et Newtonienne des boues non-structurées en fonction de la teneur en matières sèches des échantillons.	104
Figure 4-46 Relation entre la conductivité σ_2 et la température pour trois concentrations.	106
Figure 4-47 Relation entre la capacité C_2 et la température pour trois échantillons de teneurs en matières sèches différentes.	107
Figure 4-48 Relation entre une représentation de la polarisabilité et la température pour trois teneurs en matières sèches différentes.	107
Figure 4-49 Relation entre la fréquence de relaxation f_2 et la température pour trois teneurs en matières sèches.	108
Figure 4-50 Courbe adimensionnée d'une représentation de la polarisabilité en fonction de la température.	109
Figure 4-51 Relation entre la conductivité σ_0 et la température pour trois teneurs en matières sèches.	110
Figure 4-52 Représentation schématique du lien entre mesures électriques et rhéologiques.	111
Figure 4-53 Courbe modèle représentant l'évolution des conductivités de la structure (gros pointillés) et de la phase liquide (pointillés fins) de la boue, ainsi que la composante des deux (trait plein).	112
Figure 5-1 Système d'acquisition simultané rhéologie/électrique. De droite à gauche : le rhéomètre et sa cellule diélectrique, l'analyseur d'impédance, et l'ordinateur permettant la synchronisation.	115
Figure 5-2 Signaux parasites visibles aux électrodes du rhéomètre.	116
Figure 5-3 Demi-coupe schématisée du rhéomètre avec ses capacités parasites et ses potentiels électriques. A droite schéma électrique équivalent.	118
Figure 5-4 Simulation du rhéomètre sans modifications émetteur en bas et récepteur mobile. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.	119
Figure 5-5 Simulation du rhéomètre, émetteur mobile et récepteur en bas. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.	119
Figure 5-6 Demi-coupe schématisée d'un rhéomètre comportant une géométrie à anneau de garde avec ses capacités parasites et ses potentiels électriques. A droite schéma électrique équivalent.	121
Figure 5-7 Simulation du rhéomètre avec anneau de garde au récepteur et émetteur mobile. A gauche les lignes de champs, à droite le potentiel électrique.	121
Figure 5-8 Erreurs de mesure sur la capacité simulée pour un entrefer de 2mm.	122
Figure 5-9 Coupe d'une géométrie à anneau de garde (Moon and Sparks, 1948).	123
Figure 5-10 Schéma de principe de la cellule de mesure à anneau de garde.	124
Figure 5-11 Coupe de la géométrie à anneau de garde adaptable au rhéomètre ($De = 10mm$, $h = 0.1mm$).	125
Figure 5-12 Photo de l'électrode conçue pour être adaptée à un rhéomètre de type MCR.	125
Figure 5-13 Schéma du montage de mesures rhéologiques et électriques couplées en dynamique.	128
Figure 5-14 Carte de spectroscopie d'impédance utilisant l'AD5933.	129

Figure 5-15 Schéma électronique de l'amplificateur d'instrumentation à 3 AOP .129
 Figure 5-16 Bootstrap d'un amplificateur d'instrumentation.130
 Figure 5-17 Cellule de filtration compression.....131
 Figure 5-18 Schéma du contenu de la cellule de filtration.131
 Figure 5-19 Schéma du système d'alimentation en fluide avec une vis sans fin. ..132
 Figure 5-20 Système d'alimentation en boue, avec une vis sans fin, pour le banc de mesure en continu.....132
 Figure 5-21 Capteurs du banc de mesure en continu (électrode pour les mesures électriques et capteur de pression).133

2. TABLEAUX

Tableau 1 Equations des principaux modèles rhéologiques utilisés pour décrire l'écoulement des boues résiduaires.....34
 Tableau 2 Impédance des principaux composants électriques.59
 Tableau 3 Paramètres des lois VTF obtenues pour les différents paramètres rhéologiques.80
 Tableau 4 Composants des circuits équivalents.82
 Tableau 5 Paramètres de la loi de puissance décrivant l'évolution des paramètres rhéologiques avec la teneur en matières sèches.....93
 Tableau 6 Eléments du circuit équivalent électrique pour différents teneurs en matières sèches.95
 Tableau 7 Valeurs de viscosité en fonction de la teneur en matières sèches d'une boue réhydratée (non structurée).103
 Tableau 8 Comparaison de différentes dimensions de géométries à anneau de garde.....124

COMMUNICATIONS ET ARTICLES ASSOCIES

Jean-Christophe Baudez, Emilie Dieudé-Fauvel, Thierry Humbert et Christophe Ségalen, 2013, Dispositif pour installation de mesure de caractéristique(s) rhéologique(s) et de caractéristique(s) électrique(s) d'un matériau et installation correspondante, Demande de Brevet, n° de dépôt : 13 57941, n° de publication 3 009 618.

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2014, La conductivité électrique comme technique rhéologique alternative pour caractériser les boues résiduaires, Présentation orale, Congrès Français de Mécanique 2013, Bordeaux, France, 26-30 Août 2013.

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2013, Mise au point d'une cellule pour la mesure simultanée des propriétés électriques et rhéologiques des fluides complexes, Poster, Congrès Français de Mécanique 2013, Bordeaux, France, 26-30 Août 2013.

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2014, Sewage sludge characterization: Towards electrical indicators of sludge rheological properties, Poster, 4th European Conference on Sludge Management, Izmir, Turkey, 26-27 May 2014.

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2014, Relationship between electrical and rheological properties of sewage sludge – Impact of temperature, à paraître, Water Research (DOI 10.1016/j.watres.2015.01.004)

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2014, Relationship between electrical and rheological properties of sewage sludge – Impact of the solid content, Soumis, Water Research

Christophe Ségalen, Emilie Dieudé-Fauvel and Jean-Christophe Baudez, 2014, Relation entre propriétés électriques et rhéologiques des boues résiduaires: impact de la température, Poster, 49^{ème} congrès annuel du Groupe Français de Rhéologie, Rhéologie et approches multiphysiques couplées, Grenoble, France, 27-29 Octobre 2014.